

راهنمای کیفیت در شیمی تجزیه

راهنمایی بر تایید صلاحیت

ویرایش سوم – ۲۰۱۶

راهنمای کیفیت در شیمی تجزیه

راهنمایی بر تایید صلاحیت

ویرایش سوم - ۲۰۱۶

قدردانی

این سند، از سوی گروه کاری آموزشی یوراکم و دیگر اعضای منتخب تهیه شده است. نام افراد مشارکت کننده در این ویرایش در فهرست زیر آمده است. نویسندگان تشکر خود را از تمام افراد و سازمان‌هایی که با پیشنهادهای، توصیه‌ها و کمک‌های خود سهمی در این مجموعه داشته‌اند اعلام می‌دارند. دپارتمان دولتی انرژی، تجارت و استراتژی صنعتی بریتانیا (BEIS) نیز تا اندازه‌ای در بازبینی این راهنما نقش داشته است.

Editor

Vicki Barwick LGC (UK)

Task Group

Fatma Akçadağ	TUBITAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME) (TR)
Mine Bilsel	TUBITAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME) (TR)
Renata Borroni	Department of Public Veterinary Health and Food Safety, Istituto Superiore di Sanità (IT)
Pedro Pablo Morillas Bravo	Canal de Isabel II Gestión (ES)
Ales Fajgelj	International Atomic Energy Agency (CITAC member)
Martina Hedrich	Federal Institute for Materials Research and Testing (BAM) (DE)
Nineta Hrastelj	EuCheMS
Perihan Yolcu Ömeroğlu	Uludag University (TR)
Mariana Arce Osuna	Centro Nacional de Metrología (CENAM) (MX) (CITAC member)
Marina Patriarca	Department of Public Veterinary Health and Food Safety, Istituto Superiore di Sanità (IT)
Elizabeth Prichard	Consultant (UK)
Riin Rebane	University of Tartu (EE)
Lorens Sibbesen	LAB Quality (DK)
Kevser Topal	TUBITAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME) (TR)
Kyriacos Tsimillis	Panyprian Union of Chemists (CY)
Isabelle Verduytsse	Belab (BE)
Alex Williams	Consultant (UK)

نقل قول پیشنهادی

این اثر می‌بایست با عنوان ذیل ذکر شود:

“V. Barwick (Ed), Eurachem/CITAC Guide: Guide to Quality in Analytical Chemistry: An Aid to Accreditation (3rd ed. 2016). ISBN 978-0-948926-32-7.”

قابل دسترس از طریق www.eurachem.org

E-mail: momohumer@yahoo.com

ترجمه به فارسی: محمد رحمانی

ترجمه این اثر به معلم علم و اخلاق، دکتر سید مهدی گلابی تقدیم می‌شود.

راهنمای کیفیت در شیمی تجزیه: راهنمایی بر تایید صلاحیت

ویرایش انگلیسی

ویرایش سوم - ۲۰۱۶

شابک: ۷ - ۳۲ - ۹۴۸۹۲۶ - ۰ - ۹۷۸

کپی‌رایت © ۲۰۱۶

حق معنوی این سند در انحصار نویسندگان می‌باشد. هرگونه درخواست ترجمه، تکثیر و توزیع این سند می‌بایست با دبیرخانه‌ی یوراکم در میان گذاشته شود.

فهرست مطالب

۱	پیش‌گفتار.....
۲	کوته‌نوشت‌ها و نمادها.....
۴	۱. نکاتی برای خوانندگان.....
۵	۲. مقدمه.....
۷	۳. تعاریف و واژه‌شناسی.....
۱۰	۴. تأیید صلاحیت.....
۱۲	۵. دامنه کاربرد تأیید صلاحیت.....
۱۳	۶. کار تجزیه‌ای.....
۱۴	۷. مشخصات الزام تجزیه‌ای.....
۱۵	۸. استراتژی تجزیه.....
۱۶	۹. آنالیزهای غیر روتین.....
۱۷	۱۰. پرسنل.....
۱۹	۱۱. نمونه‌برداری، دستکاری و تهیه نمونه.....
۲۳	۱۲. محیط.....
۲۴	۱۳. تجهیزات.....
۲۷	۱۴. واکنشگرها و مواد مصرفی.....
۲۸	۱۵. قابلیت ردیابی اندازه‌شناسی.....
۳۰	۱۶. عدم قطعیت اندازه‌گیری.....
۳۲	۱۷. متدها/ روش‌های اجرایی کالیبراسیون‌ها و آزمون‌ها.....
۳۳	۱۸. صحت‌گذاری متد.....
۳۶	۱۹. کالیبراسیون.....
۳۸	۲۰. مواد مرجع.....
۴۰	۲۱. کنترل کیفیت و آزمون مهارت.....
۴۲	۲۲. کامپیوترها و سیستم‌های کنترل شده با کامپیوتر.....
۴۵	۲۳. ممیزی آزمایشگاه و بازنگری.....
۴۶	پیوست A: ممیزی کیفیت: موارد با اهمیت خاص برای آزمایشگاه شیمی.....
۵۱	پیوست B: کالیبراسیون دستگاهی و بازبینی‌های عملکرد.....
۵۵	کتاب‌شناسی.....

پیش‌گفتار

این ویرایش، نسخه تجدید نظر شده راهنمای یوراکم سیتک است که در سال ۲۰۰۲ منتشر شده بود. ویرایش ۲۰۰۲ نیز بر اساس راهنمای شماره ۱ سیتک (که آن نیز به نوبه خود بر اساس راهنمای یوراکم/WELAC پایه‌گذاری شده بود) توسعه یافته بود.

در این راهنما تغییرات ایجاد شده در نسخه ۲۰۰۵، ایزو ۱۷۰۲۵ نیز لحاظ شده است. واژه‌شناسی مربوط به آن نیز به‌روزرسانی شده تا مطابق با ویرایش سوم (JCGM200:2012-VIM) واژگان بین‌المللی اندازه‌شناسی، مفاهیم عمومی و پایه و اصطلاحات مرتبط و ایزو ۲۰۰۴:۱۷۰۰۰ و ایزو ۲۰۱۵:۹۰۰۰ باشد.

تمرکز این راهنما بر الزامات ایزو ۱۷۰۲۵ است، با این حال مطالب آن می‌تواند برای سازمان‌هایی که در صدد کسب تایید صلاحیت در برابر الزامات استانداردهایی نظیر ایزو ۱۵۱۸۹ و ایزو ۹۰۰۱ و یا انطباق با اصول عملیات آزمایشگاهی شایسته هستند نیز مفید واقع شود. به طور مشابه اگر چه عنوان راهنما «راهنمای کیفیت در شیمی تجزیه» است با این حال انتظار می‌رود که غیر از شیمی برای سایر رشته‌های علمی نیز سودمند باشد. یوراکم راهنمای ویژه‌ای را برای آزمایشگاه‌های میکروبیولوژی منتشر کرده است.^۱

این راهنما برای آزمایشگاه‌هایی که خواهان برقراری سیستم مدیریت کیفیت بدون اخذ تاییدیه رسمی هستند و همین‌طور اشخاص درگیر در کار آموزش و تدریس اطلاعات مفیدی فراهم می‌کند.

ویرایش ۲۰۰۲ این راهنما در بخش کتاب‌شناسی و مراجع بسیار گسترده بود. برای راحتی کار، در بخش کتاب‌شناسی این راهنما تنها به نوشته‌ها و کتاب‌های استفاده شده در این راهنما اشاره شده است. مستندات اضافی مربوط به تایید صلاحیت و تضمین کیفیت را می‌توان در لیست مطالب خواندنی (Reading List) تحت آیتم منوی انتشارات (Publications) در وبسایت یوراکم به آدرس www.eurachem.org پیدا کرد.

۱. راهنمای یوراکم: تایید صلاحیت برای آزمایشگاه‌های میکروبیولوژی

M. Eleftheriadou and K. C. Tsimillis (eds.), Eurachem Guide: Accreditation for microbiological laboratories (2nd ed. 2013), ISBN 978-91-87017-92-6. Available from www.eurachem.org.

کوت‌نوشت‌ها و نمادها

کوت‌نوشت‌ها و نمادهای زیر در این راهنما استفاده می‌شوند.

AMC	کمیته متدهای تجزیه‌ای RSC
AOAC International	سازمان تهیه‌کننده استانداردهای شناخته‌شده جهانی
BIPM	اداره بین‌المللی اوزان و مقیاس‌ها
CITAC	انجمن قابلیت ردیابی بین‌المللی در شیمی تجزیه
CLSI	انستیتوی استانداردهای آزمایشگاهی و بالینی
CRM	ماده مرجع گواهی‌دار
EA	انجمن اروپایی تایید صلاحیت
EC	کمیسیون اروپایی
EQA	ارزیابی کیفیت خارجی
EU	اتحادیه اروپا
GLP	عملیات آزمایشگاهی شایسته
GMP	عملیات تولید شایسته
GUM	ارزیابی داده‌های اندازه‌گیری - راهنمای بیان عدم قطعیت در اندازه‌گیری
HPLC	کرماتوگرافی مایع با عملکرد بالا
IEC	کمیسیون الکتروتکنیکی بین‌المللی
ILAC	انجمن بین‌المللی تایید صلاحیت آزمایشگاهی
ISO	سازمان جهانی استانداردسازی
IUPAC	اتحادیه بین‌المللی شیمی محض و کاربردی
JCGM	کمیته مشترک راهنماها در اندازه‌شناسی
k	فاکتور پوششی (مورد استفاده در محاسبه عدم قطعیت بسط یافته)
LIMS	سیستم مدیریت اطلاعات آزمایشگاه
LOD	حد تشخیص
LOQ	حد تعیین کمی
MLA	توافق چندجانبه
MRA	برنامه شناسایی رسمی متقابل
OECD	سازمان تعاون اقتصادی و توسعه
OIML	سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی
PCR	واکنش زنجیر پلیمرز
PT	آزمون مهارت
PVC	پلی وینیل کلراید
QA	تضمین کیفیت
QC	کنترل کیفیت
QMS	سیستم مدیریت کیفیت
RSC	انجمن سلطنتی شیمی بریتانیا
RM	ماده مرجع
s	انحراف استاندارد

SI	سیستم بین‌المللی واحدها
SOP	روش اجرایی استاندارد
u	عدم قطعیت اندازه‌گیری استاندارد
U	عدم قطعیت اندازه‌گیری بسط‌یافته
UV	پرتو فرابنفش
VCM	مونومر وینیل کلراید
VIM	واژگان بین‌المللی اندازه‌شناسی - مفاهیم پایه و عمومی و واژگان مرتبط
WHO	سازمان بهداشت جهانی

۱. نکاتی برای خوانندگان

۱.۱ اهداف

۱.۱.۱ هدف این راهنما ارائه راهنمایی‌های لازم برای آزمایشگاه‌ها جهت اجرای هر چه بهتر عملیات‌های تجزیه است. این راهنما آنالیز کمی و کیفی انجام شده به شکل روتین و غیر روتین را پوشش می‌دهد. راهنمای دیگری موضوع کار تحقیق و توسعه را پوشش می‌دهد. [۱]

۲.۱.۱ راهنما برای کمک به افرادی که سیستم مدیریت کیفیت (QMS) را در آزمایشگاه‌ها پیاده می‌کنند و بخصوص آزمایشگاه‌هایی که به دنبال تایید صلاحیت بر اساس الزامات ایزو ۱۷۰۲۵ هستند طراحی شده است. [۲] این راهنما کمک می‌کند تا افرادی که در تایید صلاحیت کار می‌کنند استاندارد را بهتر درک کنند. راهنما برای سازمان‌هایی که به دنبال تایید صلاحیت یا اخذ گواهی در برابر الزامات استانداردهایی نظیر ایزو ۱۵۱۸۹ [۳]، ایزو ۱۵۱۹۵ [۴] ایزو ۹۰۰۱ [۵] یا انطباق با اصول عملیات آزمایشگاهی شایسته (GLP) [۶] یا عملیات تولید شایسته (GMP) [۷] هستند همینطور افراد درگیر در ارزیابی آزمایشگاه‌های تجزیه در برابر آن الزامات نیز می‌تواند مفید باشد. راهنما برای افراد درگیر در امر آموزش و تدریس نیز می‌تواند سودمند باشد.

۳.۱.۱ این راهنما بر جنبه‌های فنی مدیریت کیفیت آزمایشگاه تمرکز داشته و تاکید خاص آن بر جنبه‌هایی از آزمایش‌های شیمیایی یا اندازه‌گیری‌های مرتبط است که نیاز به تفسیر دارند. در اینجا جنبه‌های مدیریت کیفیت (برای مثال بازنگری قرارداد، سوابق، گزارش‌ها و شکایت‌ها) به طور کامل پوشش داده نشده و مطالب آن به طور جامع در دیگر مستندات نظیر ایزو ۱۷۰۲۵ [۲] بررسی شده است.

۲.۱ واژه‌شناسی

۱.۲.۱ یکی از نکات برجسته در تجدید نظر این راهنما به‌روزرسانی واژه‌شناسی آن نسبت به ویرایش قبلی منتشر شده در سال ۲۰۰۲ است. راهنما هر جا که امکان داشته باشد از واژه‌شناسی تعریف شده در ISO/IEC17000 [۸]، ISO9000 [۹] و ویرایش سوم VIM تبعیت خواهد کرد. هر جا که لازم بوده از واژه‌شناسی به کار رفته در ایزو ۱۷۰۲۵ نیز به طور مکمل در این راهنما استفاده شده است.

با این حال بعضی مواقع که از چند واژه مشابه استفاده می‌شود تصمیم‌گیری درباره انتخاب واژه‌ها کار ساده‌ای نیست. برای شفافیت موضوع مهم است که از یک واژه به طور منسجم در سرتاسر راهنما استفاده شود. یک مثال، واژه استفاده شده برای توصیف سندی است که شرح جامعی از متد استفاده شده در آزمایشگاه را ارائه می‌دهد. در آنالیز کمی و در VIM، به این سند، روش اجرایی اندازه‌گیری؛ در ایزو ۱۷۰۲۵، متد؛ در ایزو ۱۵۱۸۹، روش اجرایی آزمایش؛ گفته می‌شود و بسیاری از آزمایشگاه‌ها به آن روش اجرایی عملیات استاندارد (SOP) می‌گویند. گروه کاری جهت هماهنگی با دیگر راهنماهای یوراکم تصمیم گرفت که از واژه عمومی به کاررفته در ISO/IEC17025 یعنی «متد» استفاده کند. وقتی عمومیت موضوع مطرح باشد از واژه «غلظت» نیز به تنهایی و در معنای کلی (بدون اشاره به شرایط خاص) آن استفاده می‌شود. لذا در این راهنما واژه غلظت را می‌توان نماینده خانواده‌ای از واژگان نظیر کسر جرمی، غلظت جرمی و غیره در نظر گرفت.

واژگان مرتبط به شیمی تجزیه در VIM در راهنمای جداگانه یوراکم با عنوان «واژه‌شناسی در اندازه‌گیری تجزیه» [۱۱] به طور کامل توضیح داده شده‌اند.

۲. مقدمه

نتایج برانزده هدف هستند. با این حال، برای آزمایشگاه‌ها و مشتری‌ها دانستن این نکته مهم است که مدیریت کیفیت نمی‌تواند تضمین کند که نتایج منفرد تولید شده ۱۰۰٪ قابل اعتماد هستند. دو علت برای این وضعیت وجود دارد:

(i) خطاهای انسانی می‌توانند واقع شوند، برای مثال، نتایج دو نمونه ممکن است با هم اشتباه شوند. در یک آزمایشگاه با مدیریت مناسب، فراوانی خطاهای انسانی می‌تواند کوچک باشند، اما هیچ‌وقت صفر نخواهند شد [15].

(ii) خطاهای اندازه‌گیری تصادفی و سیستماتیک نیز ممکن است واقع شده و منجر به عدم قطعیت در نتیجه اندازه‌گیری شوند. احتمال اینکه نتیجه درون گستره عدم قطعیت بیان شده قرار گیرد، به سطح اطمینان به کار رفته بستگی دارد، اما حتی در آزمایشگاه منظم نیز ممکن است گاه‌گاهاً نتایج انحرافی واقع شده و بعضی مواقع این انحراف ممکن است حتی خیلی بزرگ باشد.

نقش مدیریت کیفیت به کارگیری اقدامات هدفمند جهت به حداقل رساندن تعداد دفعات نقص‌های کیفیتی، شناسایی و تصحیح آنها قبل از گزارش نهایی نتایج برای مشتری است. انتظار می‌رود که هر چه میزان اقدامات کیفیتی افزایش یابد، تعداد نقص‌های کیفیتی کاهش پیدا کنند. لذا، بالانس کردن هزینه مدیریت کیفیت در برابر سود حاصل از کاهش نقص‌های کیفیتی تا یک سطح قابل قبول (غیر صفر) ضروری است.

۴.۲ اصول مدیریت کیفیت به صورت رسمی در استانداردها و راهنماهای زیادی منتشر شده‌اند. مهمترین اصول شناخته‌شده‌ای که در آزمایشگاه‌های تجزیه استفاده می‌شوند عبارتند از:

۱.۴.۲ ISO/IEC 17025 [2]. این استاندارد به آزمایشگاه‌هایی مرتبط می‌شود که قصد دارند سیستم مدیریتی را برای عملیات‌های فنی، کیفی و اجرایی توسعه دهند. این استاندارد به بررسی شایستگی فنی آزمایشگاه‌ها در اجرای آزمایش‌ها و کالیبراسیون‌های خاص پرداخته و از سوی نهادهای تأیید صلاحیت سرتاسر جهان به عنوان هسته مرکزی الزامات برای شناسایی رسمی شایستگی آزمایشگاه استفاده می‌شود.

۲.۴.۲ ISO 9001 [5]. این استاندارد عمدتاً به مدیریت کیفیت در مراکز تولیدی و ارائه خدمات مربوط می‌شود.

۱.۲ هر اندازه‌گیری تجزیه باید نتیجه‌ای با صحت کافی تولید کند تا کاربر بتواند بر اساس آن تصمیم‌های مناسب را اتخاذ کند، به عبارت دیگر نتیجه باید برانزده هدف باشد. هر آزمایشگاه، در هر زمینه کاری، نسبت به این موضوع آگاهی دارد که تضمین کیفیت نتایجش بسیار مهم است. در چند دهه گذشته، درباره نکات ضروری رسیدن به کیفیت توافق حاصل شده است. نقطه شروع تضمین کیفیت، استفاده از متد صحنه‌گذاری شده است. مقادیر پارامترهای عملکردی کلیدی (برای مثال، دقت، بایاس) که هنگام صحنه‌گذاری متد به دست می‌آیند، مقادیری را برای شروع ارزیابی عدم قطعیت اندازه‌گیری نتایج به دست آمده از متد صحنه‌گذاری شده فراهم می‌کنند. در این مرحله هنوز دانش کافی وجود ندارد تا از طریق آن تولیدکننده نتیجه بتواند ادعا کند که این نتیجه به شکل قانونی با نتیجه به دست آمده در آزمایشگاه دیگر یا در زمان دیگر قابل مقایسه است. برای ایجاد این توانایی، قابلیت ردیابی اندازه‌شناسی نیز می‌بایست در نظر گرفته شود. صحنه‌گذاری متد، عدم قطعیت اندازه‌گیری و ردیابی اندازه‌شناسی، ستون‌های اصلی رسیدن به یک نتیجه قابل اطمینان هستند و اساساً به همین علت بود که استاندارد ISO/IEC 17025 [2]، شکل گرفت. با این حال، رعایت این موارد در تمام آزمایشگاه‌ها بزرگ و کوچک) و بدون توجه به الزامات تأیید صلاحیت، جزء ضروریات می‌باشند. برای توانمند سازی آزمایشگاه‌ها، راهنماهایی در وبسایت یوراکم در دسترس هستند که به طور ویژه به مقوله صحنه‌گذاری متد، عدم قطعیت اندازه‌گیری و ردیابی اندازه‌شناسی می‌پردازند [12-14]. این راهنما نشان می‌دهد که چطور صحنه‌گذاری متد، عدم قطعیت اندازه‌گیری و قابلیت ردیابی اندازه‌شناسی جای خود را در مبحث تضمین کیفیت پیدا می‌کنند.

۲.۲ هدف مدیریت کیفیت مناسب این است که آزمایشگاه را در اثبات اینکه از امکانات و تجهیزات کافی برای اجرای آنالیزهای خاص برخوردار است و کار آزمایشگاهی آن توسط پرسنل شایسته و به شکل کنترل شده و از روی متد صحنه‌گذاری شده مستند انجام می‌شود، توانمند سازد. تمرکز مدیریت کیفیت باید بر مسائل کلیدی باشد که تعیین‌کننده کیفیت، هزینه و زمان‌بندی نتایج است و از صرف انرژی بیهوده برای مسائل با اهمیت کمتر اجتناب کند.

۳.۲ مدیریت کیفیت شایسته و شناسایی رسمی آن با تأیید صلاحیت، گواهی و... این اطمینان را به وجود می‌آورد که

۶.۲ آزمایشگاه می‌تواند براساس نیازهایش استاندارد را انتخاب کند. با این حال، موضوع اصلی این راهنما، این است که در سطح فنی، کار شایسته آزمایشگاهی در مدیریت کیفیت، مستقل از QMS رسمی پذیرفته شده است.

۷.۲ آزمایشگاه باید تصمیم بگیرد که روش‌های اجرایی مدیریت کیفیت را یا خودش طراحی کند و یا از یکی از استانداردهای ایجاد شده یا راهنماهای موجود پیروی کند. در مورد دومی، ممکن است ادعای انطباق غیررسمی در برابر استاندارد یا پروتوکل مطرح باشد و در حالت ایده‌آل ممکن است برای کسب مجوز تأییدیه QMS، نیاز به ارزیابی‌های مستقل از سوی یک نهاد رسمی کارشناس باشد. به چنین ارزیابی‌ها/تأییدیه‌های مستقل، بسته به اینکه ارزیابی در برابر کدام استاندارد یا سند انجام شده باشد، تأیید صلاحیت، گواهی یا انطباق می‌گویند. تأیید صلاحیت در زمینه‌های خاص آزمایشی، اجباری می‌باشد. با این حال، آزمایشگاه در تصمیم‌گیری در رابطه با اینکه مایل است کدام معیارهای مدیریت کیفیت را بپذیرد، آزاد است. مشخص شده که روش ارزیابی مستقل به خصوص جایی که مشتری‌های آزمایشگاهی، شواهد عینی شایستگی فنی آزمایشگاه را درخواست می‌کنند، دارای مزیت‌هایی می‌باشد. برای شفاف‌سازی واژه‌ی «تأیید صلاحیت» استفاده شده در این راهنما، بخش‌های ۴.۳ و ۴ را ببینید.

۳.۴.۲ ISO 15189 [3]. این استاندارد، به خصوص برای پوشش‌دهی آزمایشگاه‌های طبی اجراکننده تست‌ها یا آزمایش‌های انجام شده بر روی مواد گرفته شده از بدن انسان تهیه شد. استاندارد براساس استاندارد ISO [5] 9001 و ISO/IEC 17025 [2] بنا نهاده شده است، با این تفاوت که در آن الزامات ویژه‌ی خاص آزمایشگاه‌های طبی نیز دیده شده است.

۴.۴.۲ اصول OECD کار آزمایشگاهی شایسته (GLP)، [6] و معادل‌های بخشی یا ملی آن. این راهنماها به فرایندهای سازمانی و شرایطی می‌پردازند که مطالعات آزمایشگاهی مرتبط به کار نظارتی خاص تحت آن شرایط اجرا می‌شوند.

۵.۲ استانداردهای حال حاضر نظیر ISO/IEC 17025 [2]، ISO 9001 [5] و ISO 15189 [3]، بر بهبود مستمر تأکید دارند. سازمان باید کارایی QMS خود را از طریق فعالیت‌هایی نظیر تنظیم اهداف کیفیتی، بازبینی نتایج ممیزی و بازنگری‌های مدیریت، به طور پیوسته بهبود ببخشد. ISO 9001 هنگام توسعه، اجرا و بهبود کارایی QMS، رویکرد فرایندی را مطرح می‌کند. به این رویکرد، روش «برنامه‌ریزی - عمل - بازبینی - اقدام» نیز می‌گویند:

- برنامه‌ریزی - ایجاد اهداف و فرایندهای لازم برای ارائه نتایج براساس الزامات مشتری و خط‌مشی‌های سازمان؛
- عمل - پیاده‌سازی فرایندها؛
- بازبینی - پایش و اندازه‌گیری فرایندها و محصولات در برابر خط‌مشی‌ها، اهداف، الزامات محصول و گزارش نتایج؛
- اقدام - انجام اقدامات لازم برای بهبود مستمر عملکرد فرایند.

۳. تعاریف و واژه‌شناسی

۱.۵.۳ گواهی (بعضی اوقات به آن ثبت نیز می‌گویند) با تأیید صلاحیت فرق دارد، چرا که در گواهی، شایستگی فنی به طور خاص مورد بررسی قرار نمی‌گیرد.

۶.۳ **تضمین کیفیت (QA)**: بخشی از مدیریت کیفیت که اطمینان می‌دهد الزامات کیفیتی برآورده خواهند شد (ISO 9000 [9]).

الزامات اصلی در آزمایشگاه عبارتند از:

- QMS
- محیط آزمایشگاهی مناسب
- پرسنل ماهر، آموزش‌دیده و تحصیل کرده
- روش‌های اجرایی آموزش و سوابق
- مشخصات فنی واکنشگرها، کالیبران‌ها و استانداردهای اندازه‌گیری (شامل مواد مرجع RM)
- تجهیزاتی که به طور مناسب نگهداری و کالیبره می‌شوند
- روش‌های اجرایی نمونه‌برداری (جایی که آزمایشگاه مسئول انجام این فعالیت است)
- متدهای صحت‌گذاری شده و مستند شده
- ردیابی اندازه‌شناسی نتایج
- ارزیابی عدم قطعیت اندازه‌گیری
- روش‌های اجرایی کنترل کیفیت داخلی
- مشارکت در آزمون مهارت (PT) یا ارزیابی کیفیت خارجی (EQA)
- روش‌های اجرایی بازبینی و گزارش نتایج
- روش‌های اجرایی پیاده‌سازی اقدامات پیشگیرانه و اصلاحی
- ممیزی داخلی و روش‌های اجرایی بازنگری
- ۷.۳ **کنترل کیفیت (QC)**: بخشی از مدیریت کیفیت که هدف آن برآورده نمودن الزامات کیفیتی است (ISO 9000 [9]).
- روش‌های اجرایی QC مرتبط با کیفیت نتایج به دست آمده برای نمونه‌های خاص یا مجموعه‌ای از نمونه‌ها عبارتند از:
- آنالیز نمونه‌های QC

واژه‌های مهم زیادی در مدیریت کیفیت و ارزیابی انطباق استفاده می‌شوند که معنای آنها ممکن است بسته به زمینه کاری مورد نظر، متفاوت از یکدیگر باشند. درک تمایز بین واژه‌های گوناگون مهم است. مرجع اصلی در این زمینه ISO/IEC 17000 [8] است. واژگان دیگر می‌توانند در ISO 9000 [9] و VIM [10] یافت شوند. در اینجا مجموعه واژگانی که ممکن است در آزمایشگاه با آن مواجه شویم معرفی شده‌اند.

۱.۳ **کیفیت**: میزانی که تا آن حد، مجموعه‌ای از مشخصات ذاتی می‌توانند الزامات را برآورده سازند (ISO 9000 [9]).

۲.۳ **سیستم مدیریت**: سیستم ایجاد اهداف و خط مشی و رسیدن به آن اهداف (ISO 9000 [9]).

۳.۳ **سیستم مدیریت کیفیت**: سیستم مدیریت برای رهبری و کنترل سازمان با توجه به کیفیت (ISO 9000 [9]).

۱.۳.۳ در عمل، اغلب اصطلاح‌های «سیستم مدیریت» و «سیستم مدیریت کیفیت» به جای هم استفاده می‌شوند. در ISO/IEC 17025، از اصطلاح «سیستم مدیریت» استفاده می‌شود، با این وجود در ISO 15189 [3]، اصطلاح «سیستم مدیریت کیفیت» ترجیح داده می‌شود.

۴.۳ **تأیید صلاحیت**: گواهی طرف سوم مربوط به نهاد ارزیابی انطباق که به طور رسمی شایستگی آزمایشگاه را برای اجرای وظایف ارزیابی انطباق خاص نشان می‌دهد (ISO/IEC 17000 [8]).

۱.۴.۳ درباره آزمایشگاه‌های اندازه‌گیری، تأیید صلاحیت، نوعی شناسایی رسمی به حساب می‌آید که نشان می‌دهد آزمایشگاه برای اجرای آزمایش‌ها یا کالیبراسیون‌های خاص صلاحیت دارد. مکانیسمی که طی آن تأیید صلاحیت اعطا می‌شود، در بخش ۴ توضیح داده شده و الزامات اصلی آن در ISO/IEC 17025 مستند شده‌اند.

۲.۴.۳ تأیید صلاحیت در ISO 9000 [9] بر پایه فعالیت‌هایی برای توصیف فرایند استفاده می‌شود. در اینجا نهاد تأیید صلاحیت به طور رسمی شایستگی نهاد گواهی‌دهنده را برای تأیید سازمان‌های ارزیابی شده براساس سری استانداردهای ISO 9000، تأیید می‌کند.

۵.۳ **گواهی**: تأییدیه شخص ثالث مربوط به محصولات، فرایندها، سیستم‌ها یا اشخاص (ISO/IEC 17000 [8]).

۱.۱۰.۳ برای اجتناب از هرگونه ابهام، ویژگی اندازه‌دهنده می‌بایست با جزئیات کافی بیان شود. به خاطر داشته باشید که اندازه‌دهنده، واژه جایگزین برای واژه آنالیت نیست [11].

۱۱.۳ **استاندارد**: این کلمه در زبان انگلیسی معنای زیادی دارد. در گذشته، از این واژه به طور معمول برای اشاره به استانداردهای مکتوب، برای مثال، روش‌های اجرایی با پذیرش گسترده، مشخصات و پیشنهادات فنی و غیره، همینطور استانداردهای فیزیکی یا شیمیایی برای اهداف کالیبراسیون استفاده می‌شد. در این راهنما، برای رفع ابهام، واژه استاندارد تنها در معنای استانداردهای مکتوب به کار می‌رود. اصطلاح استاندارد اندازه‌گیری برای توصیف استانداردهای فیزیکی یا شیمیایی استفاده شده برای اهداف صحت‌گذاری یا کالیبراسیون، نظیر، مواد شیمیایی با خلوص معین و محلول‌های متناظر آنها با غلظت معلوم، فیلترهای UV، وزنه‌ها و غیره استفاده می‌شود. مواد مرجع گواهی‌دار (CRMها)، یک مقوله (مهم) از استانداردهای اندازه‌گیری هستند.

۱۲.۳ **ماده مرجع (RM)**: ماده‌ای که نسبت به ویژگی‌های خاصی به اندازه کافی همگن و پایدار است و برای هدف مورد نظر اندازه‌گیری یا بررسی خواص اسمی مناسب می‌باشد (VIM [10]).

۱۳.۳ **ماده مرجع گواهی‌دار (CRM)**: ماده مرجع همراه با سند صادر شده از سوی نهاد معتبر که یک یا چند مقادیر ویژه را همراه با عدم قطعیت‌های مرتبط و قابلیت‌های ردیابی، با استفاده از روش‌های اجرایی معتبر فراهم می‌کند (VIM [10]).

۱۴.۳ **روش اجرایی اندازه‌گیری**: توصیف جامع اندازه‌گیری براساس یک یا چند اصل اندازه‌گیری برای متد اندازه‌گیری و بر پایه مدل اندازه‌گیری که شامل روش محاسبه نتیجه اندازه‌گیری نیز می‌باشد (VIM [10]).

توجه داشته باشید که در ISO/IEC 17025 [2]، و این راهنما از واژه‌ی «متد» استفاده می‌شود (بخش ۱.۲.۱ را ببینید).

۱۵.۳ **قابلیت ردیابی اندازه‌شناسی**: ویژگی نتیجه اندازه‌گیری که طی آن نتیجه از طریق زنجیر کالیبراسیون پیوسته و مستند شده، هر یک با سهم عدم قطعیت اندازه‌گیری، به یک مقدار مرجع مرتبط می‌شود (VIM [10]).

• آنالیز استانداردهای اندازه‌گیری (شامل RMها)

• آنالیز نمونه‌های کور

• آنالیز بلانک‌های نمونه و بلانک‌های واکنشگر [12]

• آنالیز نمونه‌های نشان‌دار

• آنالیز دوبار تکرار

• استفاده از چارت‌های QC برای پایش روندها

• ارزیابی همبستگی نتایج به دست آمده برای ویژگی‌های مختلف یک نمونه، به شرط وجود یک رابطه‌ی معلوم جزئیات بیشتر درباره QC در بخش ۲۱ ارائه شده است.

۸.۳ **ممیزی**: فرایند نظام‌مند، مستقل و مستند شده، برای به دست آوردن سوابق، اظهارات امور واقع یا دیگر اطلاعات مرتبط و ارزیابی بی‌طرفانه آنها برای تعیین میزان برآورده شدن الزامات خاص ISO/IEC 17000 [8].

۱.۸.۳ در عمل، ممیزی‌های کیفیت به سه شکل انجام می‌شوند. به ممیزی که توسط پرسنل خود آزمایشگاه و درون آزمایشگاه انجام می‌شود، اغلب «ممیزی داخلی» یا «ممیزی شخص اول» می‌گویند. «ممیزی‌های خارجی» شامل «ممیزی‌های شخص دوم» توسط سازمانی انجام می‌شود که در آزمایشگاه ذی‌نفع است (مثل مشتری)، و به «ممیزی شخص سوم» که توسط نهاد تأیید صلاحیت به عنوان بخشی از فرایند تأیید صلاحیت انجام می‌شود، ارزیابی می‌گویند.

در این راهنما، اصطلاح ممیزی به ممیزی داخلی و اصطلاح ارزیابی به ممیزی خارجی شخص سوم اشاره دارد.

۹.۳ **بازنگری**: تصدیق میزان شایستگی، کفایت و کارایی فعالیت‌های تعیین شده و انتخابی و نتایج این فعالیت‌ها با توجه به برآورده نمودن الزامات خاص و با هدف ارزیابی انطباق ISO/IEC 17000 [8].

۱.۹.۳ بازنگری، تمام جنبه‌های QMS را بازبینی می‌کند و بدین ترتیب از میزان کارایی و برآورده شدن اهداف اطمینان حاصل خواهد شد. بازنگری از سوی مدیریت ارشد و بازبینی خط‌مشی کیفیت و کار آزمایشگاهی انجام می‌شود. بازنگری می‌تواند شامل نتایج ممیزی‌های داخلی نیز باشد.

جزئیات بیشتر ممیزی و بازنگری در بخش ۲۳ ارائه شده است.

۱۰.۳ **اندازه‌دهنده**: کمیت اندازه‌گیری‌شونده (VIM [10]).

توجه داشته باشید که در VIM [10] تعریف متفاوتی از صحنه‌گذاری ارائه شده، اما اصول آن یکسان است. بحث بیشتر درباره واژه‌شناسی مرتبط با صحنه‌گذاری متد را می‌توان در راهنماهای یوراکم درباره واژه‌شناسی [11] و صحنه‌گذاری متد [12] پیدا کرد.

۱۶.۳ **عدم قطعیت اندازه‌گیری:** پارامتر نامنفی مشخص‌کننده پراکندگی مقادیر کمی که بر پایه اطلاعات استفاده شده به اندازه‌ده نسبت داده می‌شوند (VIM [10]).

۱۷.۳ **صحنه‌گذاری متد:** تأیید از طریق بررسی و فراهم‌آوری شواهد عینی که الزامات خاصی برای هدف مورد انتظار برآورده می‌شوند (ISO/IEC 17025).

۴. تأیید صلاحیت

۳.۴ الزامات استانداردها/ پروتوکل‌های کیفیتی پیشرو عناصر مشترک زیادی با یکدیگر دارند. برای مثال، ISO/IEC 17025، عناصر سیستم مدیریت ISO 9001 که قابل کاربرد برای آزمایشگاه‌ها می‌باشند را نیز پوشش می‌دهد. برای آزمایشگاه‌های درون سازمانی که درصد کسب گواهی ISO 9001 (و در نتیجه همانند تأیید صلاحیت به دنبال ارزیابی شخص ثالث از شایستگی فنی خود نمی‌باشند)، هستند، ISO 17025 و این راهنما به عنوان ابزارهای مفید برای ایجاد اطمینان از کار با کیفیت خوب در آزمایشگاه پیشنهاد می‌شوند.

۱.۳.۴ آزمایشگاه‌هایی که با الزامات ISO/IEC 17025 مطابقت دارند، می‌توانند QMS بی‌را اجرا کنند که اصول ISO 9001 را نیز برآورده می‌کند [5]. بدین ترتیب آنها دیگر نیازی به گواهی جداگانه برای الزامات ISO 9001 برای آن دسته از فعالیت‌هایی که در تأیید صلاحیت ISO 17025 پوشش داده شده‌اند، نخواهند داشت. با این حال، سازمان می‌تواند برای کسب گواهی درباره فعالیت‌های غیرفنی خود که در تأیید صلاحیت پوشش داده نشده‌اند، نظیر بحث‌های مالی، منابع انسانی یا فروش و بازاریابی اقدام کند.

۴.۴ تأیید صلاحیت برای مجموعه‌ای از فعالیت‌های خاص (یعنی تست‌ها یا کالیبراسیون‌ها) و پس از ارزیابی آزمایشگاه از سوی نهاد تأیید صلاحیت، به آزمایشگاه تفویض می‌شود. ارزیابی‌ها، نوعاً شامل بررسی متدهای استفاده شده، امکانات/ محیط، تجهیزات و پرسنل و ابزارهای کنترل روش‌های اجرایی می‌باشند. به علاوه، QMS و مستندسازی مرتبط با آزمایشگاه نیز بررسی خواهد شد.

۵.۴ متدها جهت کسب اطمینان از اینکه آیا از نظر فنی برای هدف مورد نظر مناسب هستند، به طور آشکار صحت‌گذاری و مستندسازی شده‌اند، عملکرد آنها تحت کنترل است (برای مثال، به کمک چارتهای QC) یا خیر بررسی می‌شوند. مشاهده نحوه عملکرد آزمایش‌ها را می‌توان به عنوان شاهدهی برای اطمینان از اینکه آیا روش‌های اجرایی مستند به شکل یکدست تفسیر می‌شوند یا خیر در نظر گرفت. عملکرد آزمایشگاه در طرح‌های PT یا دیگر مقایسه‌های بین‌آزمایشگاهی نیز در مرکز توجه قرار دارد. ارزیابی ممکن است شامل «ممیزی عملکرد» یا «ممیزی اندازه‌گیری» نیز باشد، در این حالت از آزمایشگاه

۱.۴ مراجع تأیید صلاحیت در این بخش و بخش‌های بعدی به ISO/IEC 17025 اشاره دارند. الزامات این ایزو، مبنای تفویض تأیید صلاحیت از سوی نهاد تأیید صلاحیت می‌باشند و توافقی‌های مناسبی نیز در حمایت از یکسانی ارزیابی‌ها وجود دارند (بخش ۹.۴ را ببینید). در اتحادیه اروپا قوانین ویژه‌ای برای ایجاد نهادهای تأیید صلاحیت ملی به کار می‌روند (قانون (EC) 765/2008 (NO)).

۲.۴ استاندارد ISO 17025 دارای دو مجموعه الزامات است. الزامات مربوط به مدیریت آزمایشگاه و الزامات مربوط به مباحث فنی.

۱.۲.۴ الزامات مرتبط با مدیریت آزمایشگاه تا حد زیادی در راستای الزامات ارائه شده در ISO 9001 می‌باشند، بدین معنی که اینجا هم خط‌مشی، روش‌های اجرایی و مستندسازی مناسب نیز می‌بایست در موارد زیر پیاده‌سازی شوند:

- سازمان و تفویض مسئولیت‌ها
 - ایجاد، ارزیابی و بهبود QMS
 - کنترل مستندات و سوابق
 - کسب اطمینان از اینکه رفتار با مشتری‌ها از نظر قراردادها، همکاری و بازخورد، به شکل یکپارچه انجام می‌شود
 - حفظ کیفیت منابع، خدمات و تمام کارهای مربوط به پیمانکار فرعی
 - شناسایی و برخورد با هرگونه عدم انطباق در ارتباط با QMS ایجاد شده
 - تأیید پیوسته مدیریت درباره کارایی و مناسبت QMS
- این الزامات در بخش ۴ استاندارد یافت می‌شوند.

نکته: این راهنما به غیر از الزامات ممیزی‌های داخلی و بازنگری‌های مدیریت به طور ویژه به مسائل مدیریتی نمی‌پردازد (بخش ۲۳).

۲.۲.۴ الزامات مربوط به شایستگی فنی آزمایشگاه در اجرای آزمایش‌ها و کالیبراسیون‌ها در بخش ۵ استاندارد ارائه شده‌اند. این الزامات موضوعات اصلی بخش‌های بعدی این راهنما می‌باشند.

۹.۴ امتیاز دارا بودن تأیید صلاحیت این است که به مشتری‌های احتمالی آینده اطمینان می‌دهد که کیفیت کار انجام شده از طرف آزمایشگاه قابل قبول است. از زمان معرفی الزامات رسمی شایستگی آزمایشگاه‌ها، تأییدیه‌های اعطایی از سوی نهادهای تأیید صلاحیت و دیگر ارزیابی‌ها از پذیرش همگانی برخوردار شده، نقش مهمی را در تجارت جهانی بازی می‌کنند. بسیاری از نهادهای تأیید صلاحیت آزمایشگاهی (که ارزیابی شده و مشخص شده الزامات مرتبط را برآورده می‌سازند، بخش ۴.۷)، توافق چندجانبه‌ای (MLA) را با اعضای تأیید صلاحیت اروپا (EA) و یا برنامه شناسایی رسمی دوطرفه‌ای (MRA) را تحت نظارت نهاد تأیید صلاحیت آزمایشگاهی بین‌المللی (ILAC)، امضا کرده‌اند.

درخواست می‌شود تا نمونه‌های خاصی را آنالیز کرده و به سطوح قابل قبول صحت برسد.

۶.۴ مسئولیت آزمایشگاه است که اطمینان حاصل کند آیا تمام روش‌های اجرایی استفاده شده برای هدف مربوطه مناسب هستند یا خیر. فرایند ارزیابی، بررسی می‌کند که آیا روش‌های اجرایی برازنده هدف هستند یا خیر.

۷.۴ هر نهاد تأیید صلاحیت روش‌هایی دارد که براساس آن آزمایشگاه‌ها را ارزیابی می‌کند و به آنها گواهی تأیید صلاحیت می‌دهد. برای کسب اطمینان از اینکه ارزیابی‌ها به شکل یک‌دست انجام می‌شوند، خود نهادهای تأیید صلاحیت نیز می‌بایست براساس الزامات ISO/IEC 17011 [17] کار کنند.

۸.۴ ارزیاب‌ها نیز براساس معیارهای خاصی انتخاب می‌شوند. معیارهای انتخاب ارزیاب‌های تعیین شده از سوی نهادهای تأیید صلاحیت در ISO/IEC 17011 آمده است. این معیارها شامل الزامات تخصص فنی در زمینه ارزیابی مورد نظر می‌باشند.

۵. دامنه کاربرد تأیید صلاحیت

حتی اگر شایستگی انجام آزمایش قبلاً اثبات شده باشد. روش جایگزین این تعریف برای آزمایشگاه آزمون استفاده از اصطلاح «دامنه کاربرد انعطاف‌پذیر» است. آزمایشگاه باید فهرستی از آزمایش‌های انجام شده با دامنه کاربرد انعطاف‌پذیر داشته باشد، این رویکرد به آزمایشگاه اجازه می‌دهد تا فعالیت‌های اضافی‌اش را براساس صحت‌گذاری در دامنه کاربرد تأیید صلاحیت بگنجانند، بدون اینکه مجبور باشد مجوز نهاد تأیید صلاحیت را برای بسط دامنه کاربرد (همانطور که در بخش ۴.۵ توضیح داده شده) دریافت کند. دامنه کاربرد انعطاف‌پذیر می‌تواند سناریوهایی نظیر:

- i) استفاده از آزمایش‌های جدید یا اصلاح شده مطابق با متد عمومی،
- ii) اصلاح متدهای موجود برای بسط کاربردپذیری آنها (برای مثال، کار با انواع نمونه‌ها یا آنالیت‌های جدید)،
- iii) گنجانیدن متدهای استاندارد که به تازگی تجدیدنظر شده و از لحاظ فنی معادل با متدهایی هستند که قبلاً در تأیید صلاحیت آزمایشگاه پوشش‌دهی شده‌اند، را شامل شود.

دامنه کاربرد انعطاف‌پذیر، بر این اساس که آزمایشگاه باید نشان دهد تمامی متدها برآورنده هدف هستند، مسئولیت بیشتری را متوجه آزمایشگاه می‌کند. در دامنه کاربرد انعطاف‌پذیر، آزمایشگاه باید توانمند بوده و نشان دهد که برای مدیریت تأیید صلاحیت متدهای جدید یا متدهای تجدیدنظر شده و به‌روزرسانی متدهای تأیید صلاحیت شده دارای روش‌های اجرایی کارآمد می‌باشد. گرچه مفهوم دامنه کاربرد انعطاف‌پذیر از پذیرش همگانی برخوردار است، با این حال تفاوت‌هایی در نحوه به کارگیری آن در کشورهای مختلف مشاهده می‌شود.

۴.۵ آزمایشگاهی که می‌خواهد دامنه کاربردش را با افزودن آزمایش‌های اضافی یا تغییر روش‌شناسی آزمایش‌های فعلی تغییر دهد، نیاز به تأییدیه نهاد تأیید صلاحیت دارد که در این گونه موارد خط‌مشی خاصی را دنبال می‌کند. مگر اینکه آزمایشگاه تأیید صلاحیت «دامنه کاربرد انعطاف‌پذیر» (همانطور که در بخش ۳.۵ توضیح داده شد) داشته باشد، که در این صورت نیازی به تأییدیه نیست. در بعضی موارد اجازه تغییرات ساده با بررسی مستندات وجود دارد ولی برای تغییرات پیچیده بیشتر، به‌خصوص جایی که تکنیک‌های جدید درگیر می‌باشند، ممکن است به ارزیابی‌های اضافی دیگری نیز نیاز باشد.

۱.۵ آزمایشگاه ممکن است مدیریت کیفیت را برای بخشی از فعالیت‌ها یا تمام فعالیت‌هایش به کار برد. جایی که آزمایشگاه مدعی تأیید صلاحیت یا گواهی برای استاندارد یا انطباق با الزامات مقرراتی خاصی می‌شود، شفاف‌سازی این نکته که تأیید صلاحیت، گواهی یا انطباق برای کدام فعالیت‌ها به کار می‌رود، مهم است. بیان رسمی فعالیت‌هایی که در برابر الزامات ISO/IEC 17025 تأیید صلاحیت شده یا در برابر ISO 9001 دارای گواهی شده‌اند، در عنوان «دامنه کاربرد» ضروری است.

۲.۵ واژه «دامنه کاربرد» در استانداردهای مختلف، معانی متفاوتی دارد. برای مثال، برای آزمایشگاه‌هایی که به دنبال تأیید صلاحیت در برابر ISO 17025 هستند، لازم است تمام فعالیت‌هایی که قرار است تأیید صلاحیت شوند، به طور شفاف بیان شوند. دامنه کاربرد نوعاً براساس:

- i) گستره محصولات، مواد یا انواع نمونه‌های آنالیز شده یا تست شده
- ii) خواصی که قرار است تعیین شوند
- iii) مشخصه یا متد/تجهیز/تکنیک استفاده شده تعریف می‌شود.

راهنمای تعریف دامنه کاربرد تأیید صلاحیت برای آزمایشگاه‌های کالیبراسیون، آزمون و یا آزمایشگاه‌های طبی در استانداردهای مرتبط ILAC G18 [18]، ارائه شده است.

به این دامنه کاربرد، اغلب «دامنه کاربرد ثابت» می‌گویند. برنامه تأیید صلاحیت آزمایشگاه برای آزمایش‌هایی که دریافت تأیید صلاحیت آنها درخواست شده می‌بایست شامل اطلاعات اشاره شده در بندهای ذکر شده (i - iii) باشد. در دامنه کاربرد تأیید صلاحیت، بیان گستره مقادیر تعیین شده و عدم قطعیت اندازه‌گیری لازم نیست، با این حال، برای برآورده نمودن الزامات ISO 17025، مستندسازی مرتبط می‌بایست در دسترس باشد.

۳.۵ آشکار است که تعریف دامنه کاربرد براساس اصطلاح‌های خاص، برای آزمایشگاه‌های اجراکننده آزمایش‌های روتین که از متدهای ایجاد شده استفاده می‌کنند، به راحتی قابل کاربرد است. با این حال، رویکرد «دامنه کاربرد ثابت» تا اندازه‌ای محدودکننده است، چرا که در این تعریف امکان اضافه کردن متدهای اصلاح شده یا جدید در دامنه کاربرد تأیید صلاحیت وجود نخواهد داشت،

۶. کار تجزیه‌ای

۲.۶ گرچه استانداردهای مختلف بر جنبه‌های متفاوت مدیریت کیفیت تأکید می‌کنند، با این حال بعضی از مراحل بالا، به طور خاص در آنها پوشش داده نشده، لذا مهم است که مدیریت کیفیت تک‌تک مراحل را لحاظ کرده و هر جا که مناسب است داشته باشد، به بررسی دقیق‌تر آنها بپردازد.

۱.۶ آنالیز یک فعالیت چندمرحله‌ای است که می‌توان آن را به طور خلاصه به کارهای فرعی که در ادامه می‌آیند، تقسیم کرد. هر جا که مناسب داشته باشد، بخش مربوط به این راهنما نیز آورده شده است. توجه داشته باشید که کار آنالیزی اغلب یک فرایند تکراری است و کمتر به شکل توالی خطی گام‌هایی که در زیر نشان داده شده مشاهده می‌شود، لذا لازم نیست که در اجرای هر اندازه‌گیری روتین، تک‌تک مراحل در آن لحاظ شوند. مرحله‌ای که علامت ستاره دارند، در آنالیزهای غیر روتین از اهمیت بالایی برخوردارند.

- مشخصات الزامات (بخش ۷)
- بازنگری اطلاعات*
- تفکر خلاقانه*
- طرح مطالعاتی* (بخش ۸)
- نمونه‌برداری (بخش ۱۱)
- تهیه نمونه
- آنالیز اولیه*
- شناسایی / تأیید ترکیب
- آنالیز کمی
- جمع‌آوری داده‌ها و بازنگری
- تفسیر داده‌ها/ حل مسأله
- گزارش‌دهی / پیشنهاد

۷. مشخصات الزام تجزیه‌ای

۳.۷ آزمایشگاه می‌بایست دارای روش‌های اجرایی مناسب برای بازنگری درخواست‌ها، قیمت‌های پیشنهادی و قراردادهای باشد و سوابق بازنگری‌ها را برای هر تغییر عمده حفظ کند. بازنگری می‌بایست کار پیمانکاران فرعی را نیز در نظر بگیرد. سطح مستندسازی می‌بایست با مقیاس و بحرانی بودن کار آزمایشگاهی متناسب بوده و خروجی هر گونه «بازنگری اطلاعات» و «تفکر خلاقانه» را نیز شامل شود.

۴.۷ اگر آزمایشگاه کاری را به پیمانکار فرعی بسپارد (برآورده نمودن نیازهای کوتاه‌مدت و یا پیوسته آزمایشگاه) می‌بایست به مشتری اطلاع‌رسانی شده، و هر وقت که لازم باشد تأییدیه و موافقت کتبی آنها نیز به دست آید. ISO 17025 الزامات اضافی را در رابطه با نحوه انتخاب پیمانکاران فرعی مطرح می‌کند.

۵.۷ آزمایشگاه می‌بایست درباره اهمیت تأیید صلاحیت و وضعیت تأیید صلاحیت آزمون‌ها و یا کالیبراسیون‌هایی که در درخواست مشتری مطرح شده، به مشتری اطلاع‌رسانی کند.

۱.۷ آزمایشگاه وظیفه دارد تا خدمات آنالیزی مناسب را برای حل مشکلات مشتریان فراهم کند.

۲.۷ کلید انجام آنالیز شایسته داشتن تعریف روشن و کافی از مشخصات الزامات می‌باشد. لازم است تعریف روشن الزام با همکاری مشتری انجام شود، بدین ترتیب مشتری قادر خواهد بود تا با کمک آزمایشگاه، الزامات کاربردی خود را به شکل مناسب با کار آنالیزی فنی مطابقت دهد. الزام آنالیزی ممکن است در جریان انجام کار آنالیزی از سوی آزمایشگاه توسعه یابد، در اینجا هم بین مشتری و آزمایشگاه می‌بایست توافق وجود داشته باشد. طرفین می‌بایست به درک یکسان از مشکل آنالیزی و راه‌حل آن رسیده باشند. در مشخصه درخواست آنالیز می‌بایست موارد زیر لحاظ شده باشند:

- زمینه آنالیزی
- اطلاعات لازم
- بحرانی بودن نتیجه آزمایش
- محدودیت‌های زمانی
- محدودیت‌های مالی
- نمونه‌برداری
- الزامات ردیابی اندازه‌شناسی
- عدم قطعیت اندازه‌گیری
- الزامات متد، شامل تهیه نمونه
- شناسایی/ تأیید/ تعیین اثر انگشت
- الزامات QA/QC
- توسعه/ تأیید متد

۸. استراتژی تجزیه

۲.۸ در برنامه‌ها، نوعاً می‌بایست به زمان شروع و نقطه‌ی پایان کار خاص و استراتژی رسیدن به اهداف مورد نظر اشاره شده باشد. هر جا که لازم باشد تا در جریان کار آزمایشگاهی تغییری در استراتژی به وجود آید، برنامه می‌بایست متناسب با تغییرات طرح‌ریزی شود. تمام اصلاحات انجام شده می‌بایست مستند شده و تغییرات عمده آن با مشتری در میان گذاشته شود.

۱.۸ تمام کارهای مربوط به تجزیه می‌بایست به اندازه کافی برنامه‌ریزی و مستندسازی شوند. میزان جزئیات به پیچیدگی کار آزمایشگاهی بستگی دارد.

۹. آنالیزهای غیر روتین

۱.۹ آنالیزهای غیر روتین عبارتند از:

- کارهایی که به تعداد دفعات کم انجام شده، اما قبلاً روش‌شناسی قابل اعتماد برای آنها ایجاد شده است.
- کارهایی که برای هر نمونه نیاز به رویکرد متفاوت داشته و روش‌شناسی مربوطه آن نیز می‌بایست همان زمان ایجاد شود.

به حالت دومی، اغلب متدهای ویژه می‌گویند. راهنمای تضمین کیفیت برای آنالیز غیرروتین و تحقیق و توسعه در راهنمای یوراکم/ سیتک CG2 به طور خاص به این موضوع می‌پردازد [1].

۲.۹ هزینه اندازه‌گیری‌ها منعکس‌کننده هزینه‌های مرتبط با توسعه متد، صحت‌گذاری متد، دستگاه‌وری، مواد مصرفی، حفظ و نگهداری تجهیزات، پرسنل، کالیبراسیون، QC و غیره است. بسیاری از این هزینه‌ها مستقل از تعداد نمونه‌هایی هستند که در مرحله بعدی با استفاده از آن متد آنالیز می‌شوند. بنابراین هر جا که بتوان از یک متد تک برای تعداد زیاد نمونه‌ها استفاده کرد، هزینه آنالیزی واحد به طور قابل ملاحظه‌ای کم خواهد شد. هر جا که لازم باشد متدی خاص برای آنالیز تعداد کمی از نمونه‌ها توسعه یابد، هزینه آنالیز خیلی بالا خواهد رفت. بعضی از هزینه‌های آنالیزهای غیرروتین را می‌توان با استفاده از متدهای عمومی، یعنی متدهایی که به طور گسترده قابل کاربرد هستند، کاهش داد. در دیگر موارد، برون‌سپاری کار آنالیزی به آزمایشگاه تخصصی در زمینه کاری خاص مقرون به صرفه‌ترین حالت خواهد بود. وقتی کار به پیمانکار فرعی سپرده شود، الزامات تشریح شده در بخش ۴.۷ می‌بایست رعایت شوند.

۳.۹ اندازه‌گیری را می‌توان خیلی ساده براساس مرحله جداسازی و مرحله اندازه‌گیری توضیح داد. هدف مرحله جداسازی، ساده‌سازی ماتریکسی است که قرار است غلظت آنالیت در پایان درون آن اندازه‌گیری شود. اغلب روش اجرایی جداسازی ممکن است برای انواع مختلف آنالیت‌ها در ماتریکس‌های نمونه‌های مختلف به میزان ناچیزی از یکدیگر فرق داشته باشند. مثال خوب برای روش اجرایی جداسازی عمومی، تکنیک هضم استفاده شده برای استخراج فلزات آثار (ناچیز) از غذاها است.

۴.۹ به طور مشابه، بعد از اینکه آنالیت‌ها از ماتریکس نمونه جداسازی شده و وارد یک محیط نسبتاً تمیز نظیر حلال شدند، می‌توان از یک متد عمومی تک برای پوشش‌دهی اندازه‌گیری غلظت انواع گوناگون آنالیت (برای مثال، کروماتوگرافی گازی یا طیف‌سنجی مرئی/ ماوراءبنفش) استفاده کرد.

۵.۹ مستندسازی چنین متدهای عمومی می‌بایست طوری طراحی شود که به سادگی تغییرات کوچک مرتبط با استخراج، پاک‌سازی یا اندازه‌گیری آنالیت‌های مختلف را شامل شود. (برای مثال، استفاده از جداول). پارامترهایی که ممکن است تغییر داده شوند، شامل اندازه نمونه، حجم و نوع حلال‌های استخراج، شرایط استخراج، ستون‌های کروماتوگرافی، شرایط جداسازی، یا تنظیمات طول موج طیف‌سنج می‌باشند.

۶.۹ ارزش متدهای عمومی برای آنالیز غیرروتین این است که وقتی آنالیز یک ترکیب جدید آنالیت/ ماتریکس مطرح شود، اغلب می‌توان آن را با صحت‌گذاری اضافی مناسب، محاسبات عدم قطعیت اندازه‌گیری و مستندسازی در همان چارچوب متد عمومی موجود به کار گرفت. در این صورت هزینه‌های اضافی را می‌توان در مقایسه با توسعه یک متد کامل و جدید به حداقل ممکن رساند. برای تأیید اینکه آیا آنالیز معتبر است یا خیر، می‌بایست بررسی‌های لازم برای نمونه یا آنالیت خاص در متد به روشنی بیان شده باشند. برای اینکه بتوان کار آنالیزی را بعدها در شرایط دقیقاً یکسان تکرار کرد، لازم است تا اطلاعات کافی ثبت و نگهداری شوند. جایی که یک آنالیز خاص بعدها به کار روتین تبدیل می‌شود، صحت‌گذاری و مستندسازی متد خاص نیز می‌بایست لحاظ شود.

۷.۹ امکان تأیید صلاحیت آنالیز غیر روتین نیز وجود دارد و اکثر نهادهای تأیید صلاحیت خط‌مشی‌های ارزیابی چنین متدهایی را دارا بوده و آن را در دامنه کاری یا برنامه تأیید صلاحیت مطرح می‌کنند. تأیید صلاحیت «دامنه کاربردی انعطاف‌پذیر» که در بخش ۳.۵ توصیف شد، یک انتخاب ممکن است. این مسئولیت آزمایشگاه است که بتواند به ارزیاب‌ها نشان دهد که در استفاده از این تکنیک‌ها، تمام معیارهای مرتبط با استاندارد کیفیت برآورده می‌شوند. تجربه، تخصص و آموزش پرسنل درگیر در تعیین اینکه آیا چنین آنالیزهایی می‌توانند تأیید صلاحیت شوند یا خیر، مهم می‌باشند.

۱۰. پرسنل

(معیارهای عملکرد) برای ارزیابی میزان دسترسی به شایستگی استفاده شود. تنها تجزیه‌گرهایی که می‌توانند نشان دهند از شایستگی لازم برخوردار هستند و یا افرادی که به اندازه کافی تحت نظارت کار کرده‌اند مجاز به انجام آزمایش‌ها روی نمونه‌ها می‌باشند. برنامه آموزش پیوسته نیز می‌بایست اجرا و مستندسازی شود.

برای اطمینان از رسیدن به سطح شایستگی لازم همینطور کسب اطمینان از برآورده شدن نیازهای آتی آزمایشگاه، می‌بایست برنامه‌های توسعه و آموزشی مناسب برای تمام پرسنل اجرا شوند. شایستگی مستمر، می‌بایست برای مثال از طریق بازبینی عملکرد در QC و PT پایش شود. آموزش دوره‌ای مجدد پرسنل نیز به خصوص (اما نه صرفاً) در جایی که به طور منظم از متد یا تکنیک استفاده نمی‌شود، می‌بایست لحاظ شود. گرچه مدیریت آزمایشگاه مسئول کسب اطمینان از آموزش کافی پرسنل است، اما باید به این نکته نیز تأکید شود که عنصر قوی خودآموزی نیز می‌بایست، به خصوص در بین تجزیه‌گرهای با تجربه‌تر ایجاد شود. مجوز اجرای آزمایش‌ها نیز می‌بایست قبل از اینکه پرسنل بخواهند به تنهایی آنالیزها را انجام دهند، صادر شده باشد.

۶.۱۰ مدیریت آزمایشگاه می‌بایست سابقه به‌روز آموزشی هر یک از پرسنل را داشته باشد. هدف از حفظ این سوابق، فراهم کردن دلیلی است که نشان می‌دهد هر فرد از آموزش کافی برخوردار بوده و شایستگی وی برای اجرای وظایف خاص ارزیابی شده است. در بعضی موارد نیز ممکن است بیان هرگونه محدودیت خاص مربوط به دلیل شایستگی بجا باشد. برای مثال سابقه آموزشی هر شخص می‌بایست شامل:

- مدارک تحصیلی
- دوره کلاس‌های آموزشی داخلی و خارجی
- آموزش مرتبط حین کار (و آموزش مجدد در صورت نیاز) همینطور شامل:

- شرکت در طرح‌های PT یا QC با داده‌های مرتبط
- مشارکت در مقایسه‌های درون‌آزمایشگاهی
- همکاری در صحنه‌گذاری متد
- مقالات فنی منتشر شده و مطالب ارائه شده در کنفرانس‌ها

باشد.

۱.۱۰ مدیریت آزمایشگاه می‌بایست کارهای مختلف درون آزمایشگاه را شناسایی کرده و آن را در چارت سازمانی (که «ارگانوگرام» نیز نامیده می‌شود) ثبت کند.

۲.۱۰ مدیریت آزمایشگاه می‌بایست شناخت دقیقی از شرح وظایف و اهداف داشته باشد و بر مبنای آن، تعلیم، آموزش و مهارت‌های لازم برای پرسنل مناسب جهت انجام وظایف را تعیین کند. برای رسیدن به بهبود کیفیت مستمر، می‌بایست کارهای فعلی و پیش‌بینی شده آزمایشگاه نیز لحاظ شوند.

۳.۱۰ مدیریت آزمایشگاه می‌بایست در روش‌های اجرایی یا در راهنمای کیفیت آزمایشگاه، حداقل سطح علمی یا صلاحیت حرفه‌ای و یا تجربه لازم برای پست‌های کلیدی درون آزمایشگاه را تعریف کند. پرسنلی که لازم است کارهای تخصصی انجام دهند (برای مثال، انواع خاص آزمایش یا نمونه‌برداری) یا افرادی که نتایج گزارش را صادر می‌کنند/ یا نظرات و تفسیرهایی را ارائه می‌دهند، نیز می‌بایست آموزش خاص مربوط به آن کار، از جمله پیشگیری از خطاهای انسانی را دیده باشند [15]. تمام آنالیزها می‌بایست از سوی تجزیه‌گرهای شایسته، با تجربه و با صلاحیت کافی و یا تحت نظارت آنها انجام شوند. دیگر پرسنل ارشد آزمایشگاه نیز می‌بایست دارای شایستگی‌های مشابه باشند. مدارک تحصیلی رسمی پایین‌تر، چنانچه پرسنل مربوطه از تجربه کافی مرتبط برخوردار باشند و یا دامنه کاری فعالیت‌هایشان محدود باشد، نیز قابل قبول است. پرسنل تحت آموزش یا پرسنل با مدارک تحصیلی غیرمرتبط نیز می‌توانند آنالیزها را انجام دهند، به شرط آنکه سطح قابل قبول آموزش را دریافت کرده و نشان داده شود که آنها به سطح مناسب شایستگی رسیده و به اندازه کافی نیز تحت نظارت بوده‌اند. تمام نیازهای تعلیمی و آموزشی می‌بایست مستند شده و در سابقه آموزشی نگهداری شوند.

۴.۱۰ در بعضی شرایط خاص، حداقل الزامات مربوط به صلاحیت‌های لازم و تجربه پرسنل اجراکننده انواع خاص آنالیزها می‌بایست در آیین‌نامه‌ها مشخص شوند.

۵.۱۰ مدیریت آزمایشگاه می‌بایست اطمینان حاصل کند که تمامی پرسنل از آموزش کافی برای انجام شایسته آزمون‌ها و کار با تجهیزات برخوردار بوده‌اند. هر جا که مناسبت داشته باشد، آموزش می‌تواند شامل یادگیری اصول و تئوری پایه تکنیک‌های خاص نیز باشد. هر جا که امکان داشته باشد، می‌بایست هنگام آموزش از معیارهای عینی

۹.۱۰ روش‌های اجرایی مناسبی نیز می‌بایست درباره پرسنل موقت، پیمانکاران، کارآموزها و دیگر پرسنل تازه استخدام شده، با توجه به شایستگی و آگاهی از الزامات QMS مرتبط، دنبال شوند.

۱۰.۱۰ پرسنل می‌بایست تعهدنامه رازداری را امضا کنند.

۷.۱۰ در بعضی موارد ممکن است ثبت شایستگی براساس تکنیک‌های اندازه‌گیری خاص و نه براساس متدهای کامل مناسب‌تر باشد.

۸.۱۰ در جریان کار روتین می‌بایست امکان دسترسی به سوابق آموزشی فراهم باشد. دسترسی به دیگر جزئیات شخصی که معمولاً در اختیار واحد مرکزی است ممکن است از سوی مقررات ملی حفظ داده‌ها، با محدودیت مواجه باشد.

۱۱. نمونه‌برداری، دستکاری و تهیه نمونه

۵.۱۱ انتخاب نمونه یا نمونه‌های مناسب از مقدار زیاد ماده، گامی مهم در فرایند اندازه‌گیری است که به ندرت به صورت صریح و روشن بیان می‌شود. به طور ایده‌آل، چنانچه قرار باشد نتایج نهایی ایجاد شده از ارزش عملی برخوردار باشند، مراحل نمونه‌برداری حتماً می‌بایست توسط آزمایشگاه و یا با نظارت نمونه‌برداری ماهر و با درک کامل از زمینه آنالیزی، انجام شوند. چنین شخصی می‌تواند یک تجزیه‌گر با تجربه یا شخص دیگری با آموزش خاص در نمونه‌برداری باشد. هر جا که امکان استفاده از افراد با تجربه و ماهر برای نمونه‌برداری وجود نداشته باشد، بهتر است آزمایشگاه جهت کسب اطمینان از اجرای صحیح نمونه‌برداری و ارائه توصیه‌های لازم و کمک عملی با مشتری تعامل داشته باشد.

۶.۱۱ نهادهای تأیید صلاحیت ملی، برای تأیید صلاحیت نمونه‌برداری، روش‌های اجرایی خاص خود را داشته و می‌توانند فرایند نمونه‌برداری را به عنوان یک فعالیت مستقل تأیید صلاحیت کنند.

۷.۱۱ هنگام مستندسازی روش اجرایی نمونه‌برداری، کسب اطمینان از اینکه تمام واژه‌های استفاده شده به طور شفاف تعریف شده‌اند، مهم است و تنها در این صورت است که روش اجرایی برای دیگر کاربران نیز واضح و آشکار خواهد بود. به طور مشابه، هنگام مقایسه دو روش اجرایی، کسب اطمینان از اینکه از واژه‌شناسی یکسان در هر دو روش استفاده شده نیز مهم است. برای مثال، در استفاده از واژه‌ی «توده» می‌بایست محتاط بود، چرا که این واژه هم می‌تواند به ترکیب نمونه‌های منفرد یا یک توده به هم پیوسته اشاره داشته باشد.

۸.۱۱ یکی از بهترین مقاله‌های آشنایی با واژه‌شناسی نمونه‌برداری در پیشنهادات منتشر شده از سوی آیوپاک ارائه شده است [23]، که به توصیف مفاهیم استفاده شده در نمونه‌برداری کالاهای توده یا کالاهای بسته‌بندی شده می‌پردازد. آیوپاک، همچنین راهنمای جداگانه‌ای را درباره واژه‌شناسی در نمونه‌برداری خاک منتشر کرده است [24]. مرور واژه‌شناسی مرتبط با نمونه‌برداری نیز در راهنمای یوراکم [21] آورده شده است. درباره نمونه‌برداری کالاهای توده‌ای یا بسته‌بندی شده، روش اجرایی نمونه‌برداری، محموله اصلی را از بیج‌ها یا بهره‌ها، به جزءهای افزایشی، نمونه‌های اولیه یا درشت، نمونه‌های انباشته یا مرکب، زیرنمونه‌ها یا نمونه‌های ثانویه و در نهایت نمونه آزمایشگاهی کاهش می‌دهد. اگر نمونه آزمایشگاهی ناهمگن باشد، ممکن

۱.۱۱ دلایل مختلفی برای اندازه‌گیری و نتایج آزمایش وجود دارند، برای مثال، شناسایی حضور یک ماده در نمونه، تعیین مقدار متوسط آنالیت در ماده، تعیین پروفایل غلظت آنالیت در ماده یا تعیین آلودگی موضعی در ماده، بعضی از این دلایل می‌باشند. در بعضی موارد، برای مثال آنالیزهای پزشکی قانونی، ممکن است بررسی و آزمایش کل ماده اجباری باشد. در موارد دیگر، به نمونه‌برداری مناسب نیاز است. آشکار است که نحوه‌ی نمونه‌برداری به دلیل اجرای آنالیز بستگی خواهد داشت.

۲.۱۱ اگر بخش آزمایشی نماینده ماده اصلی نباشد، علی‌رغم به‌کارگیری متد آنالیزی خوب و شایسته و اجرای با دقت آنالیز، برقراری ارتباط بین نتیجه آنالیز به دست آمده و خواص ماده اصلی امکان‌پذیر نخواهد شد. طرح‌های نمونه‌برداری، تصادفی، سیستماتیک یا ترتیبی هستند که ممکن است برای کسب اطلاعات کیفی یا کمی و یا تعیین انطباق یا عدم انطباق با یک مشخصه استفاده شوند.

۳.۱۱ نمونه‌برداری همیشه در عدم‌قطعیت اندازه‌گیری سهم خواهد داشت [21]. هر قدر روش‌شناسی آنالیز بهبود یافته و متدها به بخش‌های آزمایشی کمتر نیاز داشته باشند، عدم‌قطعیت‌های مرتبط با نمونه‌برداری برجسته‌تر شده و عدم‌قطعیت کل مرتبط با نتیجه اندازه‌گیری را افزایش خواهند داد. عدم‌قطعیت اندازه‌گیری ناشی از اثر زیرنمونه‌برداری و غیره که درون آزمایشگاه انجام می‌شود نیز می‌بایست در عدم‌قطعیت اندازه‌گیری نتیجه آزمایش لحاظ شود، اما عدم‌قطعیت اندازه‌گیری مرتبط با فرایند نمونه‌برداری پایه (اجرا شده قبل از تحویل نمونه به آزمایشگاه، و اغلب خارج از کنترل آزمایشگاه) معمولاً به طور جداگانه تیمار می‌شود.

۴.۱۱ در زمینه‌های زیاد آزمایشی، مشکلات نمونه‌برداری به طور دقیق بررسی شده و متدهای آن صحت‌گذاری و منتشر شده‌اند. بعضی اوقات روش‌های نمونه‌برداری در قوانین تعیین می‌شوند، برای مثال مقررات اتحادیه اروپا مربوط به آلایندگی‌های خاص در غذا [22]. هر جا که مناسب داشته باشد، تجزیه‌گرها می‌بایست به استانداردهای ملی یا بخشی مناسب ارجاع دهند. هر جا که متدهای خاص در دسترس نباشند، تجزیه‌گر می‌بایست با اعتماد بر تجربه شخصی، متدهایی را از کاربردهای مشابه اقتباس کند. هر وقت درباره ماده مورد نظر و نمونه‌ها شک و تردید وجود داشته باشد، نمونه‌ها همیشه می‌بایست به شکل نمونه‌های ناهمگن تیمار شوند.

می‌بایست طوری طراحی شوند که داده‌های حاصل نماینده پارامترهای مورد نظر بوده و پاسخگوی سؤالات مطرح شده در الزام آنالیزی باشند.

۱۱.۱۱ قوانین مهمی وجود دارند که هنگام طرح‌ریزی، پذیرش یا پیروی از برنامه نمونه‌برداری می‌بایست رعایت شوند.

۱.۱۱.۱۱ مشکلی که برای حل آن نیاز به نمونه‌برداری و آنالیز است، می‌بایست به خوبی درک شده و برنامه نمونه‌برداری براساس آن طرح‌ریزی شود. استراتژی نمونه‌برداری به طبیعت مشکل بستگی خواهد داشت، برای مثال، موارد زیر باید در استراتژی نمونه‌برداری لحاظ شوند:

(a) آیا به متوسط غلظت آنالیت در ماده نیاز است یا خیر
(b) آیا به پروفایل آنالیت در ماده نیاز است یا خیر
(c) آیا ماده مشکوک به آلودگی توسط یک آنالیت خاص است یا خیر

(d) آیا آلاینده به صورت ناهمگن (واقع شده در نقاط داغ و حساس) در ماده توزیع شده است یا خیر

(e) آیا دیگر عوامل غیرآنالیزی نیز می‌بایست لحاظ شوند یا خیر، برای مثال طبیعت ناحیه تحت بررسی

۲.۱۱.۱۱ حتی اگر ماده در ظاهر همگن به نظر آید؛ در فرض همگن بودن ماده باید احتیاط کرد. وقتی ماده، آشکارا در دو یا چند فاز فیزیکی قرار داشته باشد، توزیع آنالیت ممکن است در هر فاز تغییر کند. گاهاً جداسازی فازها و تیمار آنها به شکل نمونه‌ی جدا منطقی به نظر می‌رسد. به طور مشابه، ترکیب کردن و هم‌وزنیزه کردن فازها برای تشکیل یک نمونه تک نیز ممکن است در بعضی مواقع مناسب باشد. چنانچه توزیع اندازه ذرات ماده اصلی به طور معناداری تغییر کرده و با گذشت زمان ماده ته‌نشین شود، تغییرات چشمگیری در غلظت آنالیت جامدات ایجاد خواهد شد. قبل از انجام نمونه‌برداری مناسب، چنانچه عملی باشد، برای کسب اطمینان از نماینده بودن توزیع اندازه ذرات، اختلاط ماده ضروری است. به طور مشابه، غلظت آنالیت ممکن است در امتداد جامدی که بخش‌های مختلف ماده آن در معرض تنش‌های مختلف قرار گرفته‌اند، متغیر باشد. برای مثال، اندازه‌گیری مونومر وینیل کلراید (VCM) در بافت یک بطری PVC را در نظر بگیرید. غلظت VCM، بسته به اینکه آیا اندازه‌گیری در گردن بطری، شانه بطری، اطراف

است برای ایجاد نمونه آزمایشی به مرحله تهیه نمونه نیز نیاز باشد. به نظر می‌رسد که نمونه آزمایشگاهی یا نمونه آزمایشی، پایان روش اجرایی اندازه‌گیری باشد. عملیات‌های انجام شده در روش اجرایی ممکن است در معرض عدم قطعیت‌های نمونه‌برداری باشند. فعالیت‌های انجام شده بعد از این مرحله را عموماً «عملیات‌های آنالیزی» در نظر می‌گیرند که سهمی در عدم قطعیت مرتبط با نمونه‌برداری ندارند.

۹.۱۱ به منظور راهنمایی بیشتر، از تعریف‌های پیشنهادی آیوپاک [23] به شکل زیر استفاده می‌شود:

نمونه: بخشی از ماده انتخاب شده که بیانگر مجموعه بزرگتری از ماده است.

زیرنمونه: این اصطلاح به بخشی از نمونه به دست آمده با انتخاب یا تقسیم، یا واحد جداگانه بهر برداشته شده به عنوان بخشی از نمونه، یا واحد نهایی نمونه‌برداری چندمرحله‌ای اشاره دارد.

نمونه آزمایشگاهی: نمونه یا زیرنمونه تحویل داده شده به آزمایشگاه.

نمونه آزمایشی: نمونه تهیه شده از نمونه آزمایشگاهی، که از آن بخش‌های آزمایشی برای آنالیز برداشته می‌شوند.

تهیه نمونه: روش‌های اجرایی که براساس آن انتخاب بخش آزمایشی از نمونه آزمایشگاهی انجام می‌شود. روش‌ها شامل: فرآوری در آزمایشگاه، اختلاط، کاهش، مخروط‌سازی و چارک‌سازی، زیر و رو کردن، خرد کردن، و آسیاب کردن می‌باشند.

بخش آزمایشی: این اصطلاح به بخش واقعی ماده برداشته شده از نمونه آزمایشی برای آنالیز اشاره دارد.

دستکاری نمونه: این اصطلاح گرچه توسط آیوپاک تعریف نشده، اما اغلب به معنای دستکاری‌ها و جابجایی‌هایی است که نمونه‌ها و بخش‌های آزمایشی پس از انتخاب از ماده اصلی تا زمان دفع نمونه‌ها در معرض آن قرار می‌گیرند.

۱۰.۱۱ فرایند نمونه‌برداری می‌بایست به صورت کامل در طرح برنامه‌ریزی توصیف شود. در طرح می‌بایست تعداد و اندازه بخش‌هایی که لازم است از ماده توده برداشته شوند، به طور ویژه تعیین شده و چگونگی تبدیل آن به نمونه آزمایشگاهی نیز می‌بایست توصیف شود. اندازه و تعداد نمونه‌های آزمایشی که از نمونه آزمایشگاهی برداشته شده‌اند نیز می‌بایست مستند شوند. برنامه‌های نمونه‌برداری

شکل دریافتی آنالیز شده‌اند. اگر آزمایشگاه در مرحله نمونه‌برداری مشارکت کرده یا آن را مدیریت کند، می‌بایست روش‌های اجرایی استفاده شده و پیامد تمام محدودیت‌های بعدی تحمیل شده بر نتایج را توضیح دهد.

۱۲.۱۱ بعد از تحویل نمونه به آزمایشگاه، ممکن است نمونه(های) آزمایشگاهی جهت اجرای آنالیز به تیمار بیشتر نظیر حذف مواد خارجی، تقسیم‌بندی، خرد کردن یا آسیاب نیاز داشته باشند.

۱۳.۱۱ بخش آزمایشی برداشته شده برای آنالیز می‌بایست نماینده نمونه آزمایشگاهی باشد. جهت کسب اطمینان از همگن بودن بخش آزمایشی ممکن است کاهش اندازه ذرات با خرد کردن یا آسیاب ضروری باشد. با این حال، چنانچه نمونه آزمایشگاهی بزرگ باشد، ممکن است تقسیم‌بندی اولیه آن منطقی به نظر رسد. باید احتیاط کرد تا هنگام تقسیم‌بندی، نمونه از هم تفکیک نشود. در بعضی موارد، خرد کردن یا آسیاب درشت نمونه قبل از تقسیم‌بندی به نمونه‌های آزمایشی ضروری است. نمونه را می‌توان با استفاده از مکانیسم‌های مختلف، شامل مخروط‌سازی، چارک‌سازی، زیرورو کردن یا به کمک تقسیم‌گر چرخان نمونه یا تقسیم‌گر سانتیفریوژی تقسیم‌بندی کرد. مرحله کاهش اندازه ذره را می‌توان به شکل دستی (هاون و دسته هاون) یا مکانیکی با استفاده از خردکننده یا آسیاب انجام داد. حین انجام این فرایندها می‌بایست مراقب بود تا آلودگی متقاطع در نمونه‌ها اتفاق نیفتاده و اطمینان حاصل کرد که تجهیزات، باعث آلودگی نمونه (برای مثال، فلزات) و تغییر ترکیب نمونه (برای مثال، افت رطوبت) نشوند. بسیاری از متدهای آنالیز استاندارد دارای بخشی هستند که جزئیات تهیه نمونه آزمایشگاهی را قبل از برداشتن بخش آزمایشی برای آنالیز توضیح می‌دهند. در دیگر موارد، نهادهای قانونی با این جنبه به شکل یک مسأله عمومی برخورد می‌کنند.

۱۴.۱۱ عملیات تجزیه با برداشتن مقدار معلوم (بخش آزمایشی) از نمونه آزمایشگاهی یا نمونه آزمایشی، شروع شده و بعد تا رسیدن به اندازه‌گیری نهایی چند عملیات مختلف را پشت سر می‌گذارد.

۱۵.۱۱ بسته‌بندی نمونه و ابزارهای استفاده شده برای دستکاری نمونه باید طوری انتخاب شوند که تمام سطوح در تماس با نمونه، بی‌اثر باشند. باید آلودگی احتمالی نمونه‌ها با فلزات یا پلاستیسایزرهای نشت‌کننده از ظرف یا درپوش آن به درون نمونه را نیز در نظر داشت. بسته‌بندی می‌بایست این اطمینان را ایجاد کند که نمونه‌ها را می‌توان بدون ایجاد

یا پایه بطری انجام شود، به طور معناداری متفاوت خواهد بود.

۳.۱۱.۱۱ خواص آنالیت(های) مورد نظر می‌بایست لحاظ شوند. فراریت، حساسیت در برابر نور، پایداری حرارتی و واکنش‌پذیری شیمیایی، از جمله نکات مهم در طرح‌ریزی برنامه نمونه‌برداری، انتخاب تجهیزات، و شرایط بسته‌بندی و انبارش می‌باشند. جهت اجتناب از تغییرات ناخواسته در طبیعت نمونه‌ای که ممکن است بر نتایج نهایی تأثیرگذار باشد، می‌بایست تجهیزات استفاده شده برای نمونه‌برداری، زیرنمونه‌برداری، جابجایی و دستکاری نمونه، تهیه نمونه و استخراج نمونه، به بهترین شکل ممکن انتخاب شوند. اهمیت عدم قطعیت‌های حجم‌سنجی یا وزن‌سنجی هنگام نمونه‌برداری می‌بایست لحاظ شده و در صورت نیاز می‌بایست تجهیزات بحرانی کالیبره شوند. گاهی ممکن است افزودن مواد شیمیایی نظیر اسیدها یا آنتی‌اکسیدانت‌ها به نمونه برای پایداری آن مناسب باشد. این موضوع از اهمیت خاصی در آنالیز آثار برخوردار است که در آنجا خطر جذب سطحی آنالیت به ظرف نگهداری وجود دارد.

۴.۱۱.۱۱ بعضی مواقع لازم است مقدار ماده اصلی و ارزش باقیمانده آن پس از نمونه‌برداری برای آنالیز لحاظ شود. وقتی این نکته در نمونه‌برداری به خوبی رعایت نشود، به‌خصوص اگر نمونه‌برداری تخریبی باشد، ممکن است ارزش کل محموله از بین رفته و بلااستفاده شود.

۵.۱۱.۱۱ در هر استراتژی استفاده شده برای نمونه‌برداری، مهم است که اشخاص اجراکننده، روش‌های اجرایی دنبال شده را به طور آشکار ثبت کرده تا بعدها امکان تکرار دقیق فرایند نمونه‌برداری میسر باشد.

۶.۱۱.۱۱ جایی که لازم است بیش از یک نمونه از ماده اصلی برداشته شود، ضمیمه‌سازی یک دیاگرام به عنوان بخشی از فرایند مستندسازی برای نشان دادن الگوی نمونه‌برداری می‌تواند مفید باشد. با این کار، تکرار نمونه‌برداری در تاریخ بعدی آسان‌تر شده و در نتیجه‌گیری نتایج آزمایش به ما کمک خواهد کرد. کاربرد نوعی که چنین طرحی می‌تواند در آن مفید باشد، نمونه‌برداری خاک‌ها در ناحیه وسیع برای پایش نشت مواد رادیواکتیو ناشی از آلاینده‌ها می‌باشد.

۷.۱۱.۱۱ وقتی آزمایشگاه مسئول مرحله نمونه‌برداری نباشد، می‌بایست در گزارش بیان کند که نمونه‌ها به

۲۰.۱۱ نمونه‌ها باید در دمای مناسب نگهداری شوند و روش انبارش آنها باید طوری باشد که خطری متوجه پرسنل آزمایشگاه و یکپارچگی نمونه‌های نگهداری شده، نباشد. محل‌های نگهداری باید تمیز نگه داشته شده و طوری سازماندهی شده باشند که خطر آلودگی یا آلودگی متقاطع وجود نداشته و بسته‌بندی و مهروموم‌های مربوطه نیز آسیب نبینند. می‌بایست از شرایط محیطی خشن (مثلاً دما یا رطوبت بسیار بالا یا بسیار پایین) که ممکن است ترکیب نمونه را تغییر دهد، اجتناب شود، چرا که این وضع ممکن است به افت آنالیت بر اثر تخریب یا جذب سطحی، یا افزایش غلظت آنالیت (برای مثال، میکروتوکسین‌ها) منجر شود. در صورت لزوم، پایش شرایط محیطی نیز باید انجام شود. ممکن است به سطح مناسبی از تدابیر امنیتی نیز جهت محدود کردن دسترسی افراد غیرمجاز به نمونه‌ها نیاز باشد.

۲۱.۱۱ تمام پرسنل درگیر در اجرای سیستم مدیریت و کار با نمونه‌ها می‌بایست به طور صحیح آموزش ببینند. آزمایشگاه می‌بایست خط‌مشی مستند شده‌ای برای حفظ و دفع نمونه‌ها داشته باشد.

۲۲.۱۱ جهت برآورد کامل نتیجه آنالیز برای ارزیابی انطباق یا اهداف دیگر، داشتن علم طراحی نمونه‌برداری و مبنای آماری آن مهم است. روش‌های اجرایی نمونه‌برداری در بررسی متغیرها [25-29] فرض می‌کنند که ویژگی مورد بررسی قابل اندازه‌گیری است و از توزیع نرمال تبعیت می‌کند. برعکس، در متد نمونه‌برداری برای بازرسی ویژگی‌های کیفی [30-35]، یا واحد محصول به عنوان منطبق یا نامنطبق طبقه‌بندی شده یا با توجه به مجموعه الزامات ارائه شده تعداد عدم انطباق‌ها در واحد محصول شمارش می‌شوند. در بازرسی ویژگی‌های کیفی، خطرات مرتبط با پذیرش/رد عدم انطباق‌ها، از قبل توسط سطح کیفی قابل پذیرش و سطح کیفی مردودی با استفاده از تکنیک‌های آماری مناسب، تعیین می‌شوند.

خطرات شیمیایی یا میکروبیولوژیکی و یا دیگر خطرات جابجا و دستکاری کرد.

۱۶.۱۱ آزمایشگاه ملزم به داشتن روش‌های اجرایی مربوط به پاکیزه‌سازی و نظافت تمام اقلام استفاده شده در نمونه‌برداری نظیر بالن‌ها و تجهیزات کمکی می‌باشد. سوابق فرایندهای پاکیزه‌سازی نیز می‌بایست نگه داشته شوند.

۱۷.۱۱ بسته‌بندی نمونه می‌بایست طوری باشد که اطمینان دهد هیچگونه نشت نمونه از ظرف واقع نشده و خود نمونه نیز در معرض آلودگی قرار نمی‌گیرد. در بعضی شرایط، برای مثال، جاهایی که نمونه‌ها برای اهداف قانونی برداشته می‌شوند، نمونه می‌بایست طوری مهروموم شود که دسترسی به نمونه تنها با شکستن مهروموم امکان‌پذیر باشد. تأیید شرایط رضایت‌بخش مهروموم نمونه‌ها، معمولاً بخشی از گزارش تجزیه‌ای را شامل می‌شود.

۱۸.۱۱ برچسب نمونه، جنبه مهم مستندسازی است که می‌بایست به کمک طرح‌ها و یادداشت‌های روی آن، شناسایی نمونه به طور کاملاً شفاف امکان‌پذیر باشد. در مرحله آنالیز و زمانی که نمونه ممکن است تقسیم، زیرنمونه‌برداری یا به طریقی اصلاح شود، برچسب‌گذاری از اهمیت خاصی برخوردار است. در چنین شرایطی، ممکن است به اطلاعات اضافی نظیر ارجاع‌دهی به نمونه اصلی و فرایند استفاده شده برای استخراج یا زیرنمونه‌برداری نیاز باشد. برچسب باید محکم به بسته‌بندی نمونه چسبیده و بنا به نیاز، در برابر اتوکلاو، پاک‌شدگی، پاشیدن واکنشگر یا نمونه و تغییرات ملایم دمایی و رطوبت مقاوم باشد. در بسیاری از آزمایشگاه‌ها، به خصوص آزمایشگاه‌هایی که تعداد نمونه‌های زیادی در آن جابجا می‌شوند، نمونه‌ها به کمک بارکدهای مرتبط به سیستم مدیریت اطلاعات آزمایشگاه (LIMS) شناسایی می‌شوند.

۱۹.۱۱ بعضی از نمونه‌ها، به خصوص نمونه‌هایی که برای مثال مربوط به دعاوی قضایی می‌شوند، ممکن است به الزامات مستندسازی و برچسب‌گذاری خاص نیاز داشته باشند. گاهی اوقات لازم است برچسب‌ها طوری باشند که شناسایی افراد درگیر در نمونه‌برداری، نظیر شخص نمونه‌بردار و تجزیه‌گرهای درگیر در آزمون امکان‌پذیر باشد. این کار را می‌توان به کمک برگه رسیدهایی که نشان می‌دهند فرد امضاکننده (که روی برچسب شناسایی می‌شود) نمونه را به نفر بعدی تحویل داده، انجام داد، بدین ترتیب پیوستگی نمونه حفظ می‌شود. به این حالت معمولاً «زنجیره امانت‌داری» می‌گویند.

۱۲. محیط

کار، طوری که فعالیت‌های ناهمگون متوالی با روش‌های پاکیزه‌سازی کافی بین دو اجرا انجام شوند) باشد.

۵.۱۲ هنگام انتخاب مناطق طراحی شده برای کار جدید، می‌بایست استفاده قبلی آن ناحیه نیز در نظر گرفته شود. قبل از استفاده، برای اطمینان از اینکه ناحیه عاری از آلودگی است، کنترل‌های لازم می‌بایست انجام شوند. جایی که محیط یا تجهیزات در معرض تغییر استفاده بوده، یا جایی که آلودگی تصادفی واقع می‌شود، ممکن است به روش‌های اجرایی مناسب رفع آلودگی نیز نیاز باشد.

۶.۱۲ آزمایشگاه می‌بایست شرایط محیطی مناسب و کنترل‌های لازم برای آزمایش‌های خاص یا عملیات تجهیزات خاص را فراهم کند. موارد کنترلی لازم می‌توانند شامل:

- دما
- رطوبت
- ارتعاشات
- آلودگی‌های میکروبی با منشأ گرد و غبار و یا منشأ هوا
- روشنایی

باشند. به علاوه، بررسی سیستم روشنایی و نحوه‌ی تابش در محیط و خدمات خاص (نظیر خطوط گاز یا منبع آب یون‌زدایی شده) نیز می‌بایست لحاظ شوند.

شرایط محیطی بحرانی می‌بایست پایش شده و درون حدود از قبل تعیین شده قرار گیرند. تجهیزات پایش می‌بایست به اندازه کافی حفظ و نگهداری شده، تصدیق شده و کالیبره شوند.

۷.۱۲ به کمک سیستم‌های پایش یا نتایج QC ایجاد شده هنگام آزمایش‌های خاص می‌توان به نقص شرایط محیطی بحرانی پی برد. اثر چنین نقص‌هایی را می‌توان به عنوان بخشی از آزمون استواری هنگام صحت‌گذاری متد (بخش ۱۳.۱۸) ارزیابی کرد و هر جا که مناسب باشد، روش‌های اجرایی اورژانسی را ایجاد کرد. هر یک از این موارد می‌بایست در QMS به عنوان عدم انطباق بررسی شوند.

۸.۱۲ دفع صحیح واکنشگرها و نمونه‌ها به طور مستقیم بر کیفیت آنالیز نمونه تاثیر نمی‌گذارد، با این حال، این کار موضوع عملیات آزمایشگاهی شایسته است و باید مطابق با مقررات ایمنی و سلامت و مقررات زیست محیطی ملی باشد.

۱.۱۲ نمونه‌ها، واکنشگرها، استانداردهای اندازه‌گیری (شامل RMها) باید طوری نگهداری شوند که یکپارچگی آنها حفظ شده و به خصوص هنگام ذخیره‌سازی، استفاده یا آزمایش امکان آلودگی متقاطع وجود نداشته باشد. پیشنهاد می‌شود که واکنشگرها، استانداردهای اندازه‌گیری و نمونه‌ها در مکان‌های مختلف نگهداری شوند. آزمایشگاه می‌بایست با رعایت الزامات خاص بیان شده از سوی تأمین‌کننده یا مشخص شده در متد (برای مثال، دمای انبارش) جلوی تخریب، آلودگی یا از بین رفتن ماهیت استانداردهای اندازه‌گیری، نمونه‌ها یا واکنشگرها را بگیرد.

۲.۱۲ محیط آزمایشگاه، محل ارائه خدمات و تسهیلات نمی‌بایست شلوغ و پر ازدحام باشد، پاکیزگی و مرتب بودن آزمایشگاه نیز می‌بایست طوری باشد که کیفیت کار انجام شده را تضمین کند. جایی که کیفیت کار ارائه شده بحرانی باشد، آزمایشگاه باید روش‌های اجرایی مستند شده مرتبط با فرایندهای نظافت و پاکیزگی را ایجاد و سوابق آن را حفظ کند.

۳.۱۲ ممکن است بعضی مواقع محدود کردن میزان دسترسی به نواحی خاص آزمایشگاه، به خاطر طبیعت کار انجام شده ضروری باشد. تنها پرسنل مجاز امکان دسترسی به این مناطق را داشته و این موضوع می‌بایست در روش اجرایی توضیح داده شده و اسم نفرات نیز در آن ثبت شود. به خاطر مسائل امنیتی، ایمنی یا حساسیت به آلودگی یا عوامل مداخله‌گر، محدودیت‌های اعمال شده می‌بایست رعایت شوند. مثال‌های نوعی شامل کار با مواد منفجره، مواد رادیواکتیو، مواد سرطان‌زا، آزمایش‌های جنایی، تکنیک‌های واکنش زنجیر پلیمرز و آنالیز مقادیر آثار می‌باشند. هر جا که این محدودیت‌ها اعمال شوند، پرسنل نیز می‌بایست از موارد ذیل آگاه باشند:

- (i) هدف مورد نظر ناحیه خاص
- (ii) محدودیت‌های اعمال شده برای کار در این مناطق
- (iii) علت اعمال این محدودیت‌ها
- (iv) اقدامات انجام شده هنگام نقض ممنوعیت.

۴.۱۲ هر جا که در نواحی کاری مجاور هم فعالیت‌های ناهمگون انجام شوند، برای اطمینان از جداسازی مؤثر می‌بایست تمهیدات لازم تدارک دیده شوند. جداسازی می‌تواند براساس جداسازی فضایی (یعنی اجرای فعالیت‌ها در مناطق مختلف آزمایشگاه) یا جداسازی زمانی (یعنی برنامه‌ریزی

۱۳. تجهیزات

(پیوست B را نیز ببینید)

می‌دهند. این بازبینی‌ها می‌بایست در بازه‌های زمانی که بستگی به تعداد دفعات استفاده و دانش مربوط به پایداری دستگاه در شرایط استفاده دارند، انجام شوند. چنانچه دستگاه به محیط جدیدی منتقل شود، یا متحمل تعمیرات یا عملیات‌های حفظ و نگهداری عمده شود، بازبینی‌ها می‌بایست انجام شوند. برای تجهیزات اندازه‌گیری، فرایند «تأیید اندازه‌شناسی» (توضیح بیشتر بخش ۲.۲.۱۳) برای اطمینان از اینکه آیا ویژگی‌های اندازه‌شناسی مرتبط تحت کنترل هستند یا خیر، پیشنهاد می‌شود. در معیارهای پذیرش برای پارامترهای آزمایشی می‌بایست مشخصات فنی سازنده و دستگاه و الزامات مربوط به هدف مورد استفاده دستگاه لحاظ شوند.

سرانجام اینکه بازبینی‌های عملکرد دستگاه هنگام استفاده روتین نیز می‌بایست برنامه‌ریزی شده و براساس برنامه روزانه تأیید شوند که آیا دسترسی به سطح کیفیتی یکسان در آنها امکان‌پذیر است یا خیر (سطح IV). این برنامه‌ها معمولاً در خود متدهای آنالیزی و براساس پاسخ آنالیز برای بلانک‌ها و استانداردهای کالیبراسیون وجود دارند. با تهیه چارت‌های کنترلی برای این پاسخ‌ها و نمونه‌های QC استفاده شده به عنوان بخشی از متدهای آنالیزی، امکان ثبت و پایش عملکرد دستگاه با گذشت زمان فراهم خواهد شد. راهنمای بیشتر و مثال‌های عملی (برای مثال، تعیین کیفیت اسپکتروفوتومترها، طیف‌سنج‌های جرمی، HPLC) موجود است [36].

۲.۱۳ دسته‌بندی‌های کلی تجهیزات آزمایشگاهی

۱.۲.۱۳ تمام تجهیزات استفاده شده در آزمایشگاه (شامل هر گونه نرم‌افزار مرتبط) می‌بایست از مشخصات فنی کامل و شرایط مناسب سرویس و نگهداری برخوردار بوده و کنترل اندازه‌شناسی آن نیز با استفاده مورد نظر مطابق باشد (بخش ۲.۲.۱۳). تجهیزات آن که به طور معمول در آزمایشگاه تجزیه وجود دارند را می‌توان به دسته‌های زیر تقسیم‌بندی کرد:

(i) تجهیزات خدمات عمومی که برای اندازه‌گیری مستقیم استفاده نشده و کمترین تأثیر را روی نتایج اندازه‌گیری دارند (برای مثال، هات‌پلیت‌ها، هم‌زن‌ها، ظروف شیشه‌ای غیرحجم‌سنجی و ظروف شیشه‌ای استفاده شده برای اندازه‌گیری‌های تقریبی حجم) و سیستم‌های تهویه یا گرمایشی آزمایشگاه

(ii) ابزارهای اندازه‌گیری، شامل تجهیزات حجم‌سنجی

۱.۱۳ شرایط کیفی تجهیزات

۱.۱.۱۳ گرچه در ISO/IEC 17025، به طور صریح درباره شرایط کیفی تجهیزات ذکر شده به میان نیامده است - در آنجا شرایط کیفی تجهیزات به شکل فرایندی تعریف می‌شود که اطمینان می‌دهد عملکرد دستگاه از زمان طراحی تا استفاده روتین، برای هدف مورد انتظار، مناسب باشد - با این حال، این موضوع، عنصر اصلی مدیریت شایسته تجهیزات است. شرایط کیفی تجهیزات معمولاً به چهار سطح یا چهار مرحله تقسیم می‌شوند که هر سطح به جنبه‌های مختلف تاریخچه دستگاه مربوط می‌شود:

- سطح I (شرایط کیفی طراحی DQ) - انتخاب دستگاه و تأمین‌کننده
- سطح II (شرایط کیفی نصب IQ) - نصب و آماده‌سازی برای استفاده
- سطح III (شرایط کیفی عملیاتی OQ) - بازبینی‌های دستگاهی هدفمند و دوره‌ای
- سطح IV (شرایط کیفی عملکرد PQ) - بررسی‌های دستگاهی حین استفاده

سطح I، با مرحله آغازی انتخاب تجهیزات و تأمین‌کننده آن سروکار دارد. در این مرحله، عملکردهای کلیدی تعیین شده و سطوح عملکردی تعریف می‌شوند. به علاوه، سایر الزامات خدماتی، نظیر کالیبراسیون، حفظ و نگهداری و آموزش نیز براساس نیازهای مرتبط با هدف مورد استفاده دستگاه و قابلیت‌های آزمایشگاهی تعریف می‌شوند.

سطح II، به بررسی عملیات‌هایی می‌پردازد که می‌بایست هنگام دریافت دستگاه و نصب آن و قبل از آماده‌سازی برای استفاده روتین انجام شده و مستندسازی شوند. این عملیات‌ها، معمولاً شامل بررسی شرایط مناسب دستگاه هنگام دریافت، مطابقت آن با سفارش و ارزیابی عملکرد کامل آن در محیط انتخابی می‌باشد. این کار شامل راه‌اندازی دستگاه توسط تأمین‌کننده و بازبینی کامل پارامترهای عملکردی کلیدی دستگاه بدون ملاحظه متد آنالیزی می‌باشد. هر گاه لازم باشد کالیبراسیون به عنوان بخشی از این مرحله می‌بایست اجرا شود. ترخیص کالا برای استفاده می‌بایست مستند شده و مجوز آن از سوی شخص مسئول دستگاه صادر شود.

بازبینی‌های انجام شده قبل از ترخیص دستگاه نیز، پایه ارزیابی‌های دوره‌ای عملکرد دستگاه (سطح III) را تشکیل

۲.۴.۱۳ امکان آلودگی ناشی از بافت خود ابزار که ممکن است بی‌اثر نباشد و یا آلودگی متقاطع ناشی از استفاده قبلی را نیز می‌بایست در نظر داشت. در مورد ظروف شیشه‌ای حجم‌سنجی، روش‌های پاکیزه‌سازی، نگهداری و جداسازی تجهیزات، به خصوص برای آنالیزهای مقادیر آثار که نشت یا جذب سطحی می‌تواند عمده باشد، خیلی مهم است.

۳.۴.۱۳ استفاده صحیح همراه با سرویس‌کاری دوره‌ای، پاکیزه‌سازی و کالیبراسیون الزاماً این اطمینان را ایجاد نمی‌کند که دستگاه از عملکرد کافی برخوردار می‌باشد. لذا هر جا که مناسبت داشته باشد، بررسی‌های عملکرد دوره‌ای می‌بایست انجام شوند (برای مثال، بازبینی پاسخ، پایداری و خطی بودن منابع، حسگرها و آشکارسازها، کارایی جداسازی سیستم‌های کروماتوگرافی یا تفکیک، صحت طول موج و هم‌ترازی طیف‌سنج‌ها) (پیوست B را ببینید). آزمایشگاه‌ها می‌بایست اطمینان حاصل کنند که تجهیزات کالیبراسیون و آزمون (و هرگونه نرم‌افزار مرتبط) در برابر تنظیم‌های غیرمجاز محافظت شده و دارای یک رویکرد نظام‌مند برای انتقال فاکتورهای تصحیح باشند. هنگامی که تجهیزات خارج از آزمایشگاه استفاده شوند، برای مثال هنگام اجرای آزمایش‌های میدانی، ممکن است کنترل‌های اضافی نیز لازم باشند.

۴.۴.۱۳ تعداد دفعات کنترل‌های عملکردی ممکن است در کتاب‌های راهنما یا روش‌های اجرایی عملیاتی مشخص شده باشند. اگر مشخص نشده باشد، تعداد دفعات آن را می‌توان از روی تجربه و بسته به نیاز و عملکرد قبلی دستگاه مشخص کرد. بازه‌های زمانی بین کنترل‌ها می‌بایست کوتاهتر از زمانی باشند که مشخص شده دستگاه دچار رانش خارج از حدود قابل قبول می‌شود.

۵.۴.۱۳ اغلب امکان ایجاد بازبینی‌های عملکردی - بازبینی‌های شایستگی سیستم - در متدهای آزمایشی (برای مثال، بر پایه آشکارساز مورد انتظار یا پاسخ حسگر به RMها، تفکیک مخلوط‌های سازنده به کمک سیستم‌های جداسازی، یا ویژگی‌های طیفی استانداردهای اندازه‌گیری) وجود دارد. این بازبینی‌ها می‌بایست قبل از استفاده از دستگاه به طور رضایت‌بخش کامل و ثبت شده باشند.

۶.۴.۱۳ در بعضی موارد، یک آزمایش و عملکرد آن براساس قطعه مشخصی از دستگاه تعریف می‌شود، لذا می‌بایست بازبینی‌هایی نیز برای تأیید انطباق تجهیز با مشخصات مرتبط انجام شوند. برای مثال، مقدار نقطه اشتعال به دست آمده برای یک نمونه اشتعال‌پذیر خاص به ابعاد و هندسه دستگاه استفاده شده در آزمایش بستگی دارد.

(برای مثال، بالن‌ها، پیپت‌ها، پیکنومترها، بورت‌ها) و دیگر ابزارها (برای مثال، هیدرومترها، ویسکومترهای لوله U شکل، ترمومترها، تایمرها، طیف‌سنج‌ها، کروماتوگراف‌ها، سنج‌های الکتروشیمیایی، ترازوها) (iii) استانداردهای اندازه‌گیری فیزیکی (وزنه‌ها، ترمومترهای مرجع)

(iv) کامپیوترها و پردازشگرهای داده‌ها

۲.۲.۱۳ آزمایشگاه‌ها می‌توانند راهنمای مربوط به مدیریت فرایندهای اندازه‌گیری و تأیید اندازه‌شناسی تجهیزات اندازه‌گیری استفاده شده را در ISO 10012 [37] پیدا کنند که می‌تواند در توسعه فرایندهای اندازه‌شناسی مؤثر به آنها کمک کند. براساس تعریف ارائه شده در این استاندارد، «تأیید اندازه‌شناسی» نوعاً شامل کالیبراسیون و بررسی‌های وضعیت کالیبراسیون، حفظ و نگهداری و یا تعمیر و کالیبراسیون مجدد، مقایسه با الزامات اندازه‌شناسی برای هدف مورد نظر و مهر و موم و یا برچسب‌زنی می‌باشد. مثال‌های نوعی ویژگی‌هایی که در الزامات اندازه‌شناسی می‌بایست ایجاد شوند عبارتند از بازه اندازه‌گیری، تفکیک، تکرارپذیری و درستی.

۳.۱۳ تجهیزات خدمات عمومی

۱.۳.۱۳ تجهیزات عمومی نوعاً با پاکیزه‌سازی و بررسی‌های ایمنی لازم حفظ و نگهداری می‌شوند. جایی که تنظیم دستگاه بتواند اثر معنی‌داری بر آزمایش یا نتیجه آنالیز داشته باشد (برای مثال، دمای یک کوره مافل یا حمام دمای ثابت) به کنترل‌های اندازه‌شناسی نیز نیاز خواهد بود. لازم است تا این بررسی‌ها براساس برنامه انجام شده، مستندسازی و ثبت شوند.

۴.۱۳ ابزارهای اندازه‌گیری

۱.۴.۱۳ عملکرد بعضی از ظروف شیشه‌ای حجم‌سنجی به عوامل خاصی وابسته است که ممکن است تحت تأثیر متدهای پاکیزه‌سازی و غیره قرار گیرند، لذا بسته به هدف مورد نظر، برای حفظ و نگهداری و همینطور کنترل اندازه‌شناسی برنامه‌ریزی شده و منظم، به روش‌های اجرایی سختگیرانه نیاز می‌باشد. برای مثال، عملکرد پیکنومترها، ویسکومترهای لوله‌ی U شکل، پیپت‌ها و بورت‌ها به ویژگی‌های کشش سطحی و «تر شونده‌گی» وابسته می‌باشد. روش‌های پاکیزه‌سازی می‌بایست طوری انتخاب شوند که این ویژگی‌ها را تحت تأثیر قرار ندهند. لازم است تا برنامه حفظ و نگهداری و فعالیت‌های کنترل اندازه‌شناسی، مستندسازی شده و ثبت شوند.

استانداردهای اندازه‌گیری و پس از آن به راحتی در دسترس بوده و فایل‌های آن نیز برای ردیابی اندازه‌شناسی اندازه‌گیری‌های مرتبط مستندسازی شوند. بازبینی‌های وضعیت کالیبراسیون می‌بایست در بازه‌های زمانی منظم انجام شده و آزمایشگاه‌ها می‌بایست برای نتایج کنترل اندازه‌شناسی‌شان معیارهای پذیرش ایجاد کنند.

۶.۱۳ کامپیوترها و داده‌پردازها

۱.۶.۱۳ الزامات مربوط به کامپیوترها در بخش ۲.۲ ارائه شده است.

۱۳.۵ استانداردهای اندازه‌گیری فیزیکی

۱.۵.۱۳ هر جا که پارامترهای فیزیکی برای تصحیح عملکرد یک آزمایش خاص بحرانی باشند، آزمایشگاه باید استاندارد اندازه‌گیری مرتبط را داشته و یا به عنوان ابزار کالیبراسیون به آن دسترسی داشته باشد.

۲.۵.۱۳ استانداردهای اندازه‌گیری برای حفظ وضعیت کالیبراسیون می‌بایست مطابق با شرایط کالیبراسیون استفاده و نگهداری شوند. به پیشنهادات مطرح شده در سند همراه با استاندارد اندازه‌گیری درباره نحوه نگهداری نیز می‌بایست توجه کرد. گواهی‌ها و دیگر مستندات مرتبط می‌بایست طوری نگهداری شوند که در زمان استفاده

۱۴. واکنشگرها و مواد مصرفی

۴.۱۴ جایی که کیفیت واکنشگر برای آزمایش بحرانی باشد، می‌بایست کیفیت بیج جدید قبل از استفاده، در برابر بیج حاضر تصدیق شود، البته به شرطی که مشخص شده باشد بیج فعلی هنوز قابل استفاده می‌باشد. به هر حال، در تمام موارد می‌بایست واکنشگرها و سایر مواد مصرفی بررسی شده و مطابقت آنها با مشخصات تنظیمی تصدیق شود.

۵.۱۴ واکنشگرهای دریافت شده در آزمایشگاه می‌بایست دارای برچسب شامل تاریخ تحویل، تاریخ باز شدن و تاریخ انقضا به علاوه اسم شخص بازکننده واکنشگر باشد. آزمایشگاه می‌بایست از انطباق تاریخ انقضای واکنشگرها مطمئن باشد. بدین منظور، می‌بایست قانون FIFO (اول داخل - اول بیرون) یا FEFO (اول انقضا - اول بیرون) به کار رود.

۶.۱۴ درجه هر واکنشگر بحرانی استفاده شده (از جمله آب) همراه با راهنمای مربوط به اقدامات احتیاطی خاص درباره تهیه، ذخیره و استفاده از واکنشگرها نیز می‌بایست در توصیف متد بیان شوند. اقدامات احتیاطی می‌توانند مربوط به سمیت، اشتعال‌پذیری، پایداری حرارتی، پایداری در برابر هوا و نور، واکنش‌پذیری در برابر دیگر مواد شیمیایی، واکنش‌پذیری نسبت به ظرف‌های خاص، و دیگر مخاطرات باشند. واکنشگرها و RM‌های تهیه شده در آزمایشگاه می‌بایست دارای برچسب هویت ماده نظیر نام ماده، غلظت، حلال (آب یا غیر آب) و اقدامات احتیاطی خاص یا مخاطرات، محدودیت‌های استفاده و تاریخ تهیه و انقضای آن باشند. شخص مسئول تهیه می‌بایست از روی برچسب یا دیگر اسناد قابل شناسایی باشد.

۱.۱۴ کیفیت واکنشگرها و سایر مواد مصرفی می‌بایست برای هدف مورد استفاده مناسب باشند. لازم است تا ملاحظات خاص مربوط به انتخاب، خرید، دریافت و نگهداری واکنشگرها در نظر گرفته شود.

۲.۱۴ تأمین‌کننده‌های واکنشگرهای بحرانی و مواد مصرفی می‌بایست ارزیابی و تأیید شوند، اسناد و سوابق مربوطه می‌بایست نگهداری شوند. هدف این ارزیابی برآورده نمودن الزامات و جلوگیری از انحراف‌های احتمالی از کیفیت مورد انتظار نتایج اندازه‌گیری است که ممکن است ناشی از نقص بحرانی مربوط به منبع تهیه باشد، ارزیابی خطر واکنشگرها و مواد خریداری شده نیز می‌بایست در فرایند دیده شود. سؤال‌های کلیدی که می‌بایست پرسیده شوند عبارتند از:

- چه اتفاقی ممکن است بیفتد و چرا یک محصول خاص نمی‌تواند با مشخصات مربوطه مطابق باشد؟
- پیامدهای مربوط به کار آزمایشگاهی چه خواهد بود؟
- احتمال وقوع این نقص چقدر است؟
- آیا عواملی وجود دارند که احتمال نقص یا پیامدهای آن را کاهش دهند؟

راهنمای بیشتر درباره ارزیابی خطر و مدیریت آن در مستندات ISO ارائه شده است [38-40].

۳.۱۴ مستندات ارجاع خرید واکنشگرها و اقلامی که بر کیفیت عملیات‌های آزمایشگاهی تأثیر می‌گذارند می‌بایست حاوی شرح کافی از نحوه سفارش خرید باشند. در سفارش می‌بایست مشخصات مورد نیاز و هدفی که واکنشگر به خاطر آن خریداری می‌شود، به طور آشکار بیان شود. مستندات می‌بایست بازنگری شده و قبل از صدور برگه‌ی خرید مناسب بودن آنها تأیید شوند.

۱۵. قابلیت ردیابی اندازه‌شناسی

مقدار اندازه‌دهه از یک مدل اندازه‌گیری (یا معادله) به دست می‌آیند که شامل مقادیر دیگر کمیت‌ها نظیر جرم، حجم، غلظت استانداردهای اندازه‌گیری و غیره است. برای اینکه نتیجه اندازه‌گیری مورد نظر قابل ردیابی باشد، تمام مقادیر کمی موجود در معادله نیز باید قابل ردیابی باشند. دیگر کمیت‌هایی که در معادله اندازه‌گیری وجود ندارند، نظیر pH، دما و غیره نیز ممکن است به طور معناداری نتیجه را تحت تأثیر قرار دهند. هر جا که این وضعیت حاکم باشد، نتایج اندازه‌گیری‌هایی که برای کنترل این کمیت‌ها استفاده شده‌اند نیز می‌بایست قابل ردیابی به مراجع مناسب باشند. برای دیگر اندازه‌گیری‌ها (نظیر درصد چربی در غذا)، مقایسه‌پذیری نتایج اندازه‌گیری تنها براساس متدهای توافقی استفاده شده امکان‌پذیر است. در چنین مواردی، اندازه‌دهه براساس متد تعریف شده و ردیابی نیز براساس توضیحات ارائه شده بخش ۵.۱۵ ایجاد خواهد شد.

۳.۱۵ ایجاد ردیابی کمیت‌های فیزیکی نظیر جرم، حجم و غیره در سطح عدم قطعیت لازم برای اندازه‌گیری‌های آنالیزی از طریق کالیبراسیون و براساس روش‌های اجرایی مربوط به دستگاه مورد نظر و استانداردهای اندازه‌گیری به راحتی قابل دسترسی است. قسمت مشکل کار برای تجزیه‌گرها معمولاً کالیبراسیون و صحت‌گذاری متد است. کالیبراسیون معمولاً براساس اندازه‌گیری‌های تکراری کالیبران‌های مناسب دارای مقادیر با ردیابی مشخص (برای مثال، مواد خالص یا محلول‌های مواد خالص) انجام می‌شود. ماهیت و خلوص RM‌های انتخابی جزء مسائل مهم هستند، بحث ماهیت، بیشتر در شیمی آلی مشکل‌آفرین است که اغلب لازم است تا سطوح بالاتر جزئیات ساختاری مشخص شود، چرا که اشتباه شدن ماده مربوطه با سازنده‌های مشابه می‌تواند به سادگی رخ دهد. عدم قطعیت خلوص ماده استفاده شده به عنوان RM، همین‌طور سهم عدم قطعیت‌های حاصل از تهیه یک مجموعه استاندارد همراه با عدم قطعیت خود کالیبراسیون، بخشی از بودجه عدم قطعیت نتایج اندازه‌گیری را تشکیل می‌دهند (راهنمای یوراکم/ ستیک [13] را برای جزئیات بیشتر نگاه کنید). با این حال، تنها در مورد بعضی از مواد آلی که خلوص و مشکلات پایداری در آنها بحرانی هستند و یا جایی که به عدم قطعیت پایین نیاز باشد، خلوص می‌تواند به صورت یک مشکل جدی مطرح شود. مسأله اصلی در آنالیز شیمیایی رفتار تجزیه‌ای مختلف اتم‌ها و مولکول‌ها نسبت به محیط احاطه‌کننده آنها

۱.۱۵ تعریف رسمی ردیابی اندازه‌شناسی در بخش ۱۵.۳ ارائه شده است. راهنمای عملی آن از سوی یوراکم/ ستیک [14] و آیوپاک [41] تدوین شده است. رسیدن به قابلیت ردیابی ضروری است، چرا که از طریق آن ارتباطی ایجاد شده و اطمینان حاصل خواهد شد که نتایج اندازه‌گیری به دست آمده در آزمایشگاه‌ها یا زمان‌های مختلف قابل مقایسه با یکدیگر می‌باشند. برای رسیدن به این حالت، لازم است تا تمام نتایج اندازه‌گیری‌های منفرد به یک نقطه مرجع مشترک و پایدار متصل شوند. نقاط مرجع می‌توانند واحد اندازه‌گیری (ترجیحاً واحدهای مرسوم شناخته شده بین‌المللی، SI)، روش اجرایی اندازه‌گیری (برای مثال، متد استاندارد) یا ماده مرجع باشند. زنجیر ردیابی کامل از طریق سلسله مراتب کالیبراسیون، شامل استانداردهای اندازه‌گیری اولیه (یا دیگر استانداردهای اندازه‌گیری سطح بالا) که برای ایجاد استانداردهای اندازه‌گیری ثانویه که آنها نیز به نوبه خود برای کالیبراسیون استانداردهای کاری و سیستم‌های اندازه‌گیری مرتبط استفاده می‌شوند، به دست می‌آید. آزمایشگاه‌ها معمولاً استانداردهای اندازه‌گیری‌شان را از تولیدکنندگان تجاری خریداری می‌کنند. همراه این استانداردها گواهی‌هایی نیز وجود دارند که ردیابی آنها را به استانداردهای اندازه‌گیری سطح بالاتر نشان می‌دهند. سند ILAC، P10 [42] خط مشی ILAC را در رابطه با الزامات ردیابی اندازه‌شناسی ISO 17025 و ISO 15189 [2,3]، توصیف نموده که در آن راهنمای چگونگی بررسی مسائل ردیابی مطرح شده است. می‌بایست به این نکته توجه شود که هر گام در زنجیر ردیابی خود عدم قطعیت جدیدی را به سیستم ردیابی اضافه می‌کند. هر وقت امکان داشته باشد، برای مقایسه‌پذیری نتایج اندازه‌گیری در زمان‌ها و مکان‌های مختلف، ردیابی به واحدهای SI می‌بایست از طریق استانداردهای اندازه‌گیری مناسب مستندسازی شود. گفته می‌شود که بعضی از نتایج اندازه‌گیری (برای مثال، pH، غلظت‌های بعضی از مواد بیولوژیکی، سختی) دارای واحد SI نمی‌باشند، اما با این حال می‌توان آنها را تعریف کرد. این نتایج اندازه‌گیری می‌بایست قابل ردیابی به مراجع توافقی بین‌المللی (برای مثال، مقیاس pH، مواد مرجع WHO یا مقیاس Mohs) باشند. با این حال، اگرچه ردیابی به SI حالت ایده‌آل است، اما این تنها گزینه ممکن برای شروع زنجیر ردیابی اندازه‌شناسی نیست.

۲.۱۵ نتایج اندازه‌گیری‌های شیمیایی معمولاً با محاسبه

ذرات متصل شده و در نتیجه به راحتی قابل استخراج نباشد. مشکلاتی نیز ممکن است در شرایط خاصی با مایعات یا حتی نمونه‌های هضم شده به وجود آیند. برای مثال، در نمونه‌های زیستی، ارتباط با بیومولکول‌های ناقل ممکن است مسئول کاهش در مقدار ماده استخراجی در مقایسه با استخراج همان آنالیت نشان‌دار شده درون نمونه باشد. این نکته مهم است که در صورت به کارگیری فاکتورهای بازیابی، آنها می‌بایست بخشی از مدل اندازه‌گیری را تشکیل دهند که در این صورت همیشه در عدم قطعیت اندازه‌گیری نتیجه اندازه‌گیری نهایی نیز سهم خواهند داشت.

در سایر موارد، محدودیت در رسیدن به ردیابی SI، از مشکل مربوط به ارزیابی بایاس و عدم قطعیت آن، نظیر بازیابی آنالیت‌ها از ماتریکس‌های پیچیده ناشی می‌شود. یک گزینه مناسب در این زمینه، تعریف اندازه‌دهه براساس متد و ایجاد قابلیت ردیابی، همانند نکات توضیح داده شده در قسمت ۵.۱۵ می‌باشد. این اندازه‌گیری‌ها از «سطح پایین‌تر» ردیابی برخوردار هستند، هر چند که نسبت به مراجع بیان شده عدم قطعیت اندازه‌گیری کمتری دارند. در حالت دیگر، بایاس می‌تواند تخمین زده شده و تصحیح شود، در این صورت، می‌بایست عدم قطعیت ناشی از بایاس تخمین زده شده و در ارزیابی عدم قطعیت کل گنجانده شود. در بسیاری موارد، بایاس به شکل تصحیح نشده باقی مانده، اما در تخمین عدم قطعیت اندازه‌گیری لحاظ می‌شود [43].

۵.۱۵ بسیاری از نتایج اندازه‌گیری آنالیزهای شیمیایی در اصل می‌توانند به واحد مول قابل ردیابی باشند. با این حال، وقتی که اندازه‌دهه براساس روش‌های عملیاتی تعریف شود، نظیر چربی قابل استخراج یا پروتئین بر مبنای تعیین نیتروژن، در این صورت، ایجاد قابلیت ردیابی این نتایج اندازه‌گیری به مول امکان‌پذیر نخواهد شد. در این موارد، اندازه‌دهه براساس متد تعریف شده و تغییرات در پروتوکل (برای مثال، حلال متفاوت، یا فاکتور تبدیل متفاوت) به اندازه‌دهه متفاوت منجر خواهد شد. هنگام استفاده از این متدها، قابلیت ردیابی، متد توافقی (برای مثال، متد استاندارد) است که باید دقیقاً مو به مو اجرا شده و برای محاسبه نتایج نیز می‌بایست از واحدهای SI متناظر، برای مثال، جرم، حجم و مقادیر ایجاد شده با متد و یا مقادیر RMها، استفاده شود. به این متدها، متدهای تجربی می‌گویند.

است، بدین معنی که یک ماده در آب خالص نسبت به حضور همان ماده در نمونه غذا، فاضلاب یا خون رفتار متفاوتی از خود نشان می‌دهد. به این حالت «اثر ماتریکس» گفته می‌شود. لذا، ردیابی نتایج اندازه‌گیری در علوم تجزیه علاوه بر کالیبراسیون دستگاه اندازه‌گیری، به صحت‌گذاری نیز متکی است، یعنی باید نشان داده شود که متد در واقع آنچه که قرار است اندازه‌گیری شود (برای مثال، کسر جرمی متیل جیوه در ماهی)، را اندازه‌گیری کرده و همچنین تأیید شود که معادله اندازه‌گیری استفاده شده برای محاسبه نتایج، فاکتورهای «بازیابی» مناسب را نیز شامل شده و معتبر می‌باشد. به علاوه، صحت‌گذاری اطلاعات مهمی را در رابطه با عملکرد متد فراهم می‌کند که می‌تواند برای تخمین عدم قطعیت نتایج اندازه‌گیری نیز استفاده شود [13,43]. جزئیات بیشتر صحت‌گذاری متد در بخش ۱۸ ارائه شده است.

۴.۱۵ برای بسیاری از آنالیزهای شیمیایی که معمولاً در آنها به استخراج، هضم، مشتق‌سازی و یا تشکیل صابون نیاز می‌باشد، مشکل اصلی داشتن دانش کافی از مقدار آنالیت در نمونه اصلی نسبت به نمونه‌ای است که به فرایند اندازه‌گیری پایانی معرفی می‌شود. در اینجا به خاطر بازیابی ناقص آنالیت از ماتریکس نمونه، آفت‌های حین فرآوری و آلودگی یا مزاحمت‌ها ممکن است در نتایج اندازه‌گیری بایاس ایجاد شود. توصیف جامع این مشکل در راهنمای آیوپاک [44] ارائه شده است. راهکارهای موجود برای بررسی بایاس متد عبارتند از:

- استفاده از متدهای اولیه یا مرجع با بایاس کوچک معلوم
- مقایسه CRMهای با ماتریکس تقریباً نزدیک به نمونه اصلی
- اندازه‌گیری بلانک‌ها و نمونه‌های نشان‌دار
- مطالعه آفت‌ها، آلودگی‌ها، مزاحمت‌ها و اثرات ماتریکس
- مطالعات جمعی براساس ISO 5725 [45-50]

در ایجاد قابلیت ردیابی برای نتایج اندازه‌گیری نمونه‌هایی که متحمل پیش‌تیمار گسترده می‌شوند، برقراری ارتباط بین بایاس اندازه‌گیری و مراجع مناسب، نظیر مقادیر مربوط به RMهای با ماتریکس تقریباً مشابه ضروری است. می‌بایست به این نکته توجه شود که اندازه‌گیری بازیابی نمونه‌های نشان‌دار، الزاماً به طور کامل استخراج آنالیت طبیعی از نمونه‌ها را شبیه‌سازی نمی‌کند. نوعاً مشکلات می‌توانند در استخراج جامدات رخ دهند. برای مثال، آنالیت نشان‌دار ممکن است به طور آزاد در سطح ذرات نمونه در دسترس باشد، در حالی که آنالیت طبیعی ممکن است محکم درون

۱۶. عدم قطعیت اندازه گیری

۴.۱۶ عوامل زیادی بر نتیجه اندازه گیری تجزیه ای تأثیر می گذارند. برای مثال، اثرات دما بر ظروف و تجهیزات حجم سنجی، انعکاس نور و نور هرز در دستگاه های طیف سنجی، تغییرات در ولتاژ منبع الکتریکی، تفسیر تجزیه گر از متد و استخراج ناقص آنالیت، همگی این عوامل به طور بالقوه می توانند نتیجه را تحت تأثیر قرار دهند. تا آنجا که به طور منطقی امکان پذیر باشد، این خطاها می بایست از طریق کنترل خارجی به حداقل مقدار ممکن کاهش یافته و یا با به کار بردن یک فاکتور تصحیح مناسب تصحیح شوند. بررسی اثر دقیق این عوامل بر روی نتیجه اندازه گیری تک، غیرممکن است. به خاطر آنکه عوامل مختلف از یک اندازه گیری تا اندازه گیری بعدی تغییر کرده و اثر هر عامل روی نتیجه هیچ وقت به طور دقیق معلوم نخواهد شد. لذا گستره ای احتمالی انحراف می بایست تخمین زده شوند.

۵.۱۶ هر گام از فرایند اندازه گیری - نظیر تهیه نمونه، استخراج، پاکیزه سازی، غلیظ سازی یا رقیق سازی، کالیبراسیون دستگاه (شامل تهیه RM)، آنالیز دستگاهی و پردازش داده های خام - در عدم قطعیت اندازه گیری سهم خواهد داشت. کار اولیه در رسیدن به تخمین عدم قطعیت نتیجه اندازه گیری شناسایی منابع مرتبط عدم قطعیت و تعیین یک مقدار برای هر سهم معنادار است. سپس برای رسیدن به مقدار کل، سهم های جداگانه می بایست به طور مناسب با یکدیگر ترکیب شوند (برای راهنمایی مرجع [13] را ببینید). می بایست سندی از منابع منفرد عدم قطعیت شناسایی شده، مقدار هر سهم و منبع مقدار (برای مثال، اندازه گیری های تکراری، مرجع مقالات، داده های CRM) ایجاد و نگهداری شود.

۶.۱۶ مؤلفه های عدم قطعیت می توانند به صورت منفرد یا در گروه های ساده ارزیابی شوند [43,53]. برای مثال، داده های حاصل از مطالعه دقت، هنگام صحنه گذاری متد می توانند تخمینی از سهم کل تغییر پذیری تصادفی ناشی از چند مرحله فرایند اندازه گیری را فراهم کنند. به طور مشابه، تخمین بایاس کل و عدم قطعیت آن را می توان از آنالیز CRM های با ماتریکس جور و مطالعات نشانه گذاری به دست آورد.

۷.۱۶ جایی که سهم های عدم قطعیت به صورت گروهی تخمین زده می شوند، ثبت منابع عدم قطعیتی که در هر گروه گنجانده شده اند مهم است، به همین ترتیب، هر جا که

۱.۱۶ عدم قطعیت اندازه گیری به شکل رسمی در قسمت ۳.۱۶ تعریف می شود. عملیات مناسب ارزیابی عدم قطعیت اندازه گیری در یک راهنمای بین المللی توصیف شده [51] و پیشنهادات مربوط به هماهنگ سازی ارزیابی های عدم قطعیت نیز توسط EA [52] ارائه شده اند. تفسیر اندازه گیری های تجزیه همراه با چند مثال کار شده در راهنمای یوراکم/ سیتک [13] آمده است. عدم قطعیت اندازه گیری، گستره ای از مقادیر قابل استناد به اندازه ده را با سطح اطمینان مشخص، تعیین می کند. هر نتیجه اندازه گیری عدم قطعیت مرتبط با خودش را دارد که از خطاهای ناشی از مراحل مختلف نمونه برداری و آنالیز، همینطور دانش ناقص از عوامل تأثیرگذار بر نتیجه ایجاد می شود. برای اینکه نتایج اندازه گیری از ارزش عملی برخوردار باشند، لازم است دانش عدم قطعیت آنها تا حدی در دسترس باشد. بیان عدم قطعیت مرتبط با نتیجه در واقع «کیفیت» نتیجه را به مشتری انتقال می دهد.

۲.۱۶ براساس استاندارد ISO/IEC 17025، لازم است تا آزمایشگاه ها عدم قطعیت اندازه گیری نتایجشان را ارزیابی کنند. گزارش عدم قطعیت اندازه گیری نیز تحت شرایط خاصی، برای مثال، جایی که تفسیر نتیجه آزمایش مطرح باشد (که اغلب موارد این حالت وجود دارد) و یا در درخواست مشتری قید شده باشد، الزامی خواهد شد.

۳.۱۶ تخمین عدم قطعیت اندازه گیری مزیت های زیادی برای آزمایشگاه های تأیید صلاحیت و یا آزمایشگاه های فاقد تأیید صلاحیت به همراه دارد، که عبارتند از:

- دانش بهبود یافته از عواملی که نتیجه اندازه گیری (کل یا منفرد) را تحت تأثیر قرار می دهند. در این حالت، اطلاعات کلیدی لازم برای بهبود/ بهینه سازی متد و شناسایی اقدامات اصلاحی مؤثر و مقرون به صرفه از لحاظ اقتصادی نیز فراهم خواهد شد.
- یک بیان کمی و آشکار از کیفیت نتایج اندازه گیری در دست خواهد بود.
- مزیت رقابتی ارزش افزوده که تخمین عدم قطعیت می تواند برای مشتری ها فراهم کند، به خصوص وقتی که ارزیابی انطباق با مشخصات مطرح باشد.
- کنترل سختگیرانه کمتر، روی کمیت های تأثیرگذاری (برای مثال، دمای محیط، مقدار pH نمونه) که نشان داده شده در ارزیابی عدم قطعیت سهم ناچیزی بر عدم قطعیت کل نتیجه اندازه گیری دارند.

۱۱.۱۶ اغلب ضرورتی ندارد که عدم قطعیت‌ها برای هر آزمایش و هر نمونه به طور جداگانه ارزیابی شوند. معمولاً بررسی عدم قطعیت در دامنه کاربردی متد کافی بوده و هنگام استفاده روتین نیز می‌توان از همان اطلاعات برای تخمین عدم قطعیت نتایج به دست آمده از همان متد استفاده کرد.

۱۲.۱۶ عدم قطعیت نتیجه اندازه‌گیری می‌بایست طوری گزارش شود که مشتری‌ها بتوانند بدون ابهام نتایج را با لحاظ کردن سطح اطمینان مربوطه تفسیر کنند. لذا نتیجه اندازه‌گیری معمولاً به شکل $y \pm U$ ، همراه با فاکتور پوششی (k) استفاده شده و سطح اطمینان مورد انتظار و توصیف یا ارجاع‌دهی به روش اجرایی به کار رفته برای ارزیابی عدم قطعیت بیان می‌شود.

۱۳.۱۶ ارقام با معنی استفاده شده در گزارش نتیجه اندازه‌گیری و عدم قطعیت آن می‌بایست با توانایی اندازه‌گیری مطابق باشند. بنابراین، در اکثر اندازه‌گیری‌های تجزیه، مقادیر عدم قطعیت بسط‌یافته نمی‌بایست بیشتر از ۲ رقم با معنی گزارش شوند. نتیجه اندازه‌گیری نیز می‌بایست گرد شده تا مطابق با عدم قطعیت بیان شده باشد [55]. برای مثال، در نتیجه 215.342mgkg^{-1} با عدم قطعیت استاندارد مرکب تخمینی 5.12mgkg^{-1} که برابر با عدم قطعیت بسط‌یافته 10.24mgkg^{-1} است، نتیجه گزارش شده می‌بایست به شکل $215 \text{mgkg}^{-1} \pm 10 \text{mgkg}^{-1}$ (سطح اطمینان ۹۵٪ و $k=2$) باشد.

امکان داشته باشد، ثبت مقادیر مؤلفه عدم قطعیت منفرد برای بازبینی سهم گروه نیز مهم است.

۸.۱۶ اگر از اطلاعات آزمون‌های بین‌آزمایشگاهی استفاده شود، لحاظ کردن عدم قطعیت‌هایی که ممکن است بر اثر کار کردن در خارج از دامنه کاربرد چنین مطالعاتی ناشی شوند نیز ضروری است. راهنمایی بیشتر در این زمینه در ISO 21748 ارائه شده است [54].

۹.۱۶ سهم‌های عدم قطعیت هر منبع می‌بایست همگی به صورت انحراف استاندارد یا انحراف استانداردهای نسبی بیان شوند [51]. در بعضی موارد ممکن است نیاز به تبدیل داده‌ها باشد. عدم قطعیت بیان شده به شکل انحراف استاندارد، به عنوان «عدم قطعیت استاندارد» بیان شده و با حرف u نشان داده می‌شود. جزئیات چگونگی محاسبه عدم قطعیت‌های استاندارد از انواع مختلف داده‌ها در راهنمای یوراکم/ ستیک [13] آمده است. نحوه جمع کردن مؤلفه‌ها برای رسیدن به عدم قطعیت استاندارد مرکب نیز در این راهنما آورده شده است.

۱۰.۱۶ برای بیان عدم قطعیت یک نتیجه با سطح خاص اطمینان، عدم قطعیت کل می‌بایست به صورت ضربی از عدم قطعیت استاندارد مرکب محاسبه شده (این ضریب با عنوان عدم قطعیت بسط‌یافته، U شناخته می‌شود) بیان شود. ضریب پیشنهادی (فاکتور پوششی k) ۲ است، که در این صورت عدم قطعیت بسط‌یافته برابر با $2u$ خواهد شد. در اینجا، سهم‌ها از خطاهای با توزیع نرمال حاصل شده‌اند، این مقدار تقریباً برابر با ۹۵٪ بازه اطمینان است.

۱۷. متدها / روش‌های اجرایی کالیبراسیون‌ها و آزمون‌ها

آورده شده است. متدهای مستند آزمایشگاهی می‌توانند برای سادگی فرمت متداول ISO 78-2 [57] را داشته باشند که مدل مفیدی را فراهم می‌کند. مستندسازی متدها در راهنمای صحنه‌گذاری متد یوراکم بحث شده‌اند [12]. در همین رابطه نیز پیشنهادهایی از سایر منابع نظیر نهادهای استانداردسازی و تأیید صلاحیت مطرح شده‌اند.

۶.۱۷ برای ایجاد توسعه در روش‌شناسی و تکنیک‌ها به متدهایی نیاز است که از زمانی به زمان دیگر قابل تغییر باشند. اصلاح متد ممکن است در نتیجه بررسی و ملاحظه عملکرد ضعیف در آزمون‌های مهارت یا برآورده نشدن معیارهای کنترل کیفیت داخلی ضروری باشد. بنابراین، مستندسازی متد می‌بایست در معرض کنترل کافی مستندات باشد. هر کپی از متد می‌بایست دارای شماره صدور، تاریخ، مقام صادرکننده و شماره کپی باشد. می‌بایست تعیین به‌روزترین نسخه هر متد از روی سوابقی که دارای مجوز استفاده می‌باشند، امکان‌پذیر باشد.

۷.۱۷ متدهای منسوخ می‌بایست از رده خارج و با برچسب آشکار منسوخ در بایگانی نگه داشته شوند. تفاوت عملکرد بین متدهای تجدیدنظر شده و منسوخ می‌بایست تعیین شود، بدین ترتیب امکان مقایسه داده‌های قدیمی و جدید فراهم خواهد شد.

۸.۱۷ هنگام اصلاح متد این نکته می‌بایست لحاظ شود که آیا لازم است صحنه‌گذاری هم به‌روزرسانی شود یا خیر. این تصمیم به میزان و اهمیت صحنه‌گذاری وابسته است. اصلاح ممکن است خیلی جزئی مثل استفاده از اندازه‌های نمونه متفاوت، واکنشگرهای متفاوت و غیره باشد. بعضی مواقع هم اصلاح ممکن است شامل تغییرات خیلی عمده مثل، استفاده از تکنولوژی یا روش‌شناسی متفاوت باشد. بعد از اعمال تغییرات اساسی در خود متد یا دستگاه‌وری لازم است تا صحنه‌گذاری مجدد نیز انجام شود. میزان صحنه‌گذاری مجدد به طبیعت تغییر بستگی خواهد داشت. آزمایشگاه با لحاظ کردن طبیعت آزمایش‌هایش می‌بایست قوانینی را برای میزان صحنه‌گذاری مجدد وضع کند.

۹.۱۷ برای کسب اطمینان از اینکه آیا متدها همچنان برآورده هدف هستند یا خیر می‌بایست بازنگری منظم عملکرد (گرچه لازم نیست که دفعات آن زیاد باشد) نیز انجام شود. این کار می‌تواند با بازنگری کلی خروجی‌های روش‌های اجرایی برای تضمین کیفیت نتایج آزمایشگاهی، نظیر نتایج به دست آمده از کنترل کیفیت داخلی و داده‌های PT انجام شود.

۱.۱۷ مسئولیت آزمایشگاه استفاده از متدهای مناسب برای کاربرد مورد نظر است. آزمایشگاه ممکن است از قضاوت خود در این زمینه استفاده کند، یا ممکن است ضمن مشورت با مشتری، متد را انتخاب کند و یا ممکن است متد در مقررات و یا توسط خود مشتری تعیین شده باشد. اگر متدها از سوی مشتری فراهم شده باشند، آزمایشگاه باید از ظرفیت خود در انجام آنها اطمینان حاصل کرده و بتواند الزامات کیفیتی را که قبلاً با مشتری توافق کرده برآورده سازد.

۲.۱۷ استانداردهای کیفیت هر جا که امکان داشته باشد اغلب بر استفاده از متدهای آزمایش شده جمعی یا استاندارد تأکید دارند. این حالت معمولاً برای وضعیت‌هایی که به طور گسترده از متد استفاده شده یا متد در مقررات تعریف شده، مطلوب است، اما بعضی اوقات آزمایشگاه ممکن است متد مناسب‌تر خود را در این زمینه داشته باشد. در اینجا مهمترین ملاحظات عبارتند از اینکه متد، مناسب هدف مورد نظر بوده و به اندازه کافی صحنه‌گذاری و مستندسازی شده باشد، طوری که نتایج آن با سطح مناسب عدم قطعیت، قابل ردیابی به مراجع بیان شده باشند.

۳.۱۷ صحنه‌گذاری متدهای استاندارد و متدهای آزمایشی جمعی نباید مسلم فرض شود. آزمایشگاه باید اطمینان حاصل کند که صحنه‌گذاری متد برای هدف مورد نظر کافی بوده و پرسنل آزمایشگاه می‌توانند به معیار عملکردی بیان شده برسند. راهنمای لازم در رابطه با موضوع تصدیق عملکرد یک متد استاندارد در ISO 21748 ارائه شده است [54].

۴.۱۷ متدهای توسعه‌یافته درون‌سازمانی نیز می‌بایست به اندازه کافی صحنه‌گذاری شده، مستندسازی شده و مجوز آنها قبل از استفاده صادر شود. تخمین عدم قطعیت می‌بایست بخشی از فرایند صحنه‌گذاری باشد. پیشنهاد لازم در رابطه با صحنه‌گذاری و عدم قطعیت اندازه‌گیری به ترتیب در بخش ۱۸ و ۱۶ ارائه شده است.

۵.۱۷ مستندسازی متد باید شامل موارد زیر باشد:

- اطلاعات مربوط به دامنه کاربرد متد و محدودیت‌های آن
- مقادیر مشخصات عملکردی اصلی نظیر تکرارپذیری، بایاس و حد تشخیص
- روش‌های اجرایی کالیبراسیون و QC

اطلاعات مربوط به نحوه گزارش‌دهی نتایج، نظیر بیان عدم قطعیت همراه با دستوراتی مبنی بر نحوه برخورد با نقص‌ها یا نتایج آزمایش خارج از حدود مشخصات نیز می‌بایست در متد گنجانده شوند. راهنمای بررسی و گزارش‌دهی نتایج خارج از حدود مشخصات در راهنمای آیوپاک/ سیتک [56]

۱۸. صحه‌گذاری متد

۲.۱۸ سطح و میزان صحه‌گذاری می‌بایست در متد مستند شده به طور آشکار بیان شود، طوری که کاربرها بتوانند مناسب بودن متد برای نیازهای خاص خودشان را ارزیابی کنند. این کار را می‌توان با ارائه خلاصه‌ای از نتایج و ارجاع آن به گزارش صحه‌گذاری جداگانه انجام داد.

۳.۱۸ متدهای استاندارد معمولاً به صورت جمعی و توسط گروهی از متخصصین توسعه داده شده و صحه‌گذاری شده‌اند [45-50]. در این توسعه می‌بایست ملاحظات مربوط به تمامی جنبه‌های ضروری صحه‌گذاری و عدم قطعیت مرتبط لحاظ شده باشند. با این حال، تشخیص این موضوع و کسب اطمینان از اینکه صحه‌گذاری مستند شده در متد برای برآورده نمودن نیازهای آنها کامل است یا خیر بر عهده‌ی کاربر می‌باشد. این بدان معنی است که می‌بایست تمام فاکتورهای احتمالی که در دامنه‌ی کاربردی متد بر نتایج اندازه‌گیری تأثیر می‌گذارند لحاظ شوند و چنانچه این فاکتورها در مطالعه جمعی به طور کافی بررسی نشده باشند، می‌بایست براساس سهم آنها در صحه‌گذاری و به خصوص سهم آنها در تخمین عدم قطعیت اندازه‌گیری شناسایی و ارزیابی شوند. حتی اگر صحه‌گذاری کامل باشد، لازم است تا کاربر مشخصه‌های عملکردی مستند شده (برای مثال، درستی و دقت) را بررسی کرده و ملاحظه کند که آیا این مشخصه‌های عملکردی می‌توانند در آزمایشگاه خودشان برآورده شده و برازنده هدف باشند یا خیر.

۴.۱۸ همانطور که در بالا بدان اشاره شد نظرات متفاوتی درباره‌ی واژه‌شناسی و فرایند صحه‌گذاری متد وجود دارد. برای اطلاعات بیشتر در رابطه با واژه‌شناسی، VIM [10] و راهنمای یوراکم [11] را ببینید. توضیحاتی که در زیر می‌آیند، مکمل بخش‌های دیگر این راهنما بوده و هدف، بیشتر ارائه یک راهنما است تا ارائه یک نگاه جامع به این مقوله. پارامترهای زیر اغلب به متدهای کمی مرتبط هستند، هر چند که ملاحظات اضافی مربوط به متدهای کیفی را نیز می‌توان در بخش ۱۰.۱۸ ملاحظه کرد.

۵.۱۸ **گزینش‌پذیری** متد به میزانی که متد می‌تواند برای تعیین آنالیت‌های خاص در مخلوط ماتریکس‌ها، بدون مزاحمت از سوی سایر سازنده‌های با خواص مشابه استفاده شود، برمی‌گردد. کاربردپذیری متد می‌بایست با استفاده از نمونه‌های مختلف، از استانداردهای اندازه‌گیری خالص گرفته تا مخلوط‌هایی که ماتریکس‌های پیچیده دارند مطالعه شود. در هر حالت بازایی آنالیت(ها)ی مورد نظر می‌بایست تعیین

۱.۱۸ لازم است قبل از استفاده روتین از متد، برای کسب اطمینان از اینکه آیا مشخصه‌های عملکردی متد خوب درک شده یا خیر بررسی‌هایی روی آن انجام شده و نشان داده شود که متد از لحاظ علمی تحت شرایطی که به کار می‌رود کاملاً سالم و بدون نقص است. به این بررسی‌ها روی هم رفته صحه‌گذاری می‌گویند. صحه‌گذاری متد از طریق مطالعات آزمایشگاهی نظام‌مند، نشان می‌دهد که آیا متد برازنده هدف است یا خیر، یعنی آیا مشخصه‌های عملکردی متد طوری است که بتواند نتایجی مطابق با نیازهای مشتری تولید کند یا خیر. مطالعه صحه‌گذاری متد با توصیف آشکار و صریح از جزئیات متد و اندازه‌دهه آغاز می‌شود. راهنمایی لازم در این باره در راهنمای یوراکم [11,12] ارائه شده است. گام بعدی، بیان معیارهایی است که می‌بایست براساس عملکرد آنالیزی تعریف شده و برآورده شوند. در بعضی موارد ممکن است این معیارها در قوانین بیان شده باشند (برای مثال، مقررات کمیسیون 333/2007 [22] (EC))، اما معمولاً این وظیفه آزمایشگاه است که بتواند نیازهای مشتری را به الزامات تجزیه‌ای برگرداند. مهمترین مشخصه‌های عملکردی در مطالعه صحه‌گذاری عبارتند از:

- گزینش‌پذیری (بررسی مزاحمت‌های احتمالی)
- گستره کاری و خطی بودن
- حد تشخیص / حد تعیین کمی
- دقت (آزمایشگاه تک، تکرارپذیری، دقت میانی)
- درستی (بررسی بایاس، بازایی و مسائل مربوط به قابلیت‌ردیابی)
- استواری
- عدم قطعیت اندازه‌گیری

مشخصه‌های عملکردی بالا با یکدیگر ارتباط دارند، بسیاری از آنها در عدم قطعیت اندازه‌گیری کل سهم دارند. برای کاربردهای روتین، داده‌های تولید شده در یک مطالعه صحه‌گذاری با برنامه‌ریزی مناسب، جامع‌ترین اطلاعات برای ارزیابی قابل اعتماد عدم قطعیت اندازه‌گیری را فراهم می‌کنند (بخش ۱۶ را ببینید).

عملیات شایسته در صحه‌گذاری متد در راهنمای یوراکم [12] توضیح داده شده و خواننده می‌تواند برای راهنمایی لازم و توصیف کامل درباره این موضوع به آن مراجعه کند. توجه داشته باشید که توافق جامع درباره تفسیر بعضی از اصطلاح‌های بالا و قراردادهای استفاده شده در تعیین آنها وجود ندارد. بنابراین هنگام گزارش داده‌های صحه‌گذاری پیشنهاد می‌شود که قراردادهای استفاده شده بیان شوند.

انتظار می‌رود نشان‌دهنده‌ی کوچکترین تغییرات در نتایج باشد. تکرارپذیری، معیار تغییرپذیری در نتایج است، هنگامی که اندازه‌گیری‌ها روی ماده یکسان توسط تجزیه‌گر تک با استفاده از متد و تجهیزات یکسان طی دوره زمانی کوتاه انجام شوند. دقت میانی، تخمینی از تغییرپذیری در نتایج است، هنگامی که اندازه‌گیری‌ها روی ماده یکسان و در یک آزمایشگاه تک با استفاده از متد یکسان طی دوره زمانی طولانی‌مدت انجام شوند، لذا در اینجا شرایط متغیرتر از شرایط تکرارپذیری است. دیگر پارامترها نیز می‌توانند طی دوره مطالعاتی (برای مثال، تجزیه‌گر، واکنشگرها، تجهیزات) تغییر داده شوند. مستندسازی تغییر شرایط نیز باید انجام شود. تجدیدپذیری که انتظار می‌رود بیانگر بیشترین تغییرات در نتایج باشد، معیار تغییرپذیری نتایج است، هنگامی که اندازه‌گیری‌ها در آزمایشگاه‌های مختلف انجام شوند. دقت، یکی از مؤلفه‌های سازنده عدم قطعیت اندازه‌گیری است (بخش ۱۶ را ببینید). توجه داشته باشید که در دقت اندازه‌گیری‌های کیفی ملاحظات خاصی در نظر گرفته می‌شوند (بخش ۱۰.۱۸ را ببینید).

۱۰.۱۸ تعریف‌های دقت ارائه شده در بخش ۹.۱۸ مربوط به آنالیز کمی است. نحوه برخورد با آنالیز کیفی اندکی متفاوت از آنالیز کمی است. آنالیز کیفی نوعی اندازه‌گیری است که برای مقدار آنالیت در آستانه مشخص به طور مؤثر پاسخ بله یا خیر فراهم می‌کند. برای متدهای کیفی، دقت نمی‌تواند به شکل انحراف استاندارد یا انحراف استاندارد نسبی بیان شود، بلکه به شکل نرخ‌های مثبت و منفی غلط و درست بیان می‌شود. این نرخ‌ها می‌بایست در چند غلظت پایین و بالای سطح آستانه تعیین شوند. چنانچه متد مناسبی در دسترس باشد، می‌بایست از داده‌های متد تأییدی استفاده شود. اگر چنین متدی در دسترس نباشد می‌توان از نمونه‌های بلانک نشان‌دار و فاقد نشانه استفاده کرد. اطلاعات بیشتر درباره ایجاد عملکرد متدهای کیفی را می‌توان در راهنمای یوراکم [12] پیدا کرد.

۱۱.۱۸ در آزمایش تأیید هویت و جایی که تکنیک‌ها بر پایه اصول فیزیکوشیمیایی متفاوت عمل می‌کنند، لازم است اندازه‌گیری با بیش از یک تکنیک انجام شود. آزمایش تأییدی اطمینان ما را از نتایج به دست آمده زیاد می‌کند. در بعضی از کاربردها، برای مثال، آنالیز ترکیبات آلی مجهول توسط کروماتوگرافی گازی استفاده از تکنیک‌های تأییدی ضروری است.

۱۲.۱۸ **درستی** متد عموماً به شکل بایاس، یعنی خطای سیستماتیک تخمین زده می‌شود. رویکردهایی که معمولاً

شده و اثرات مزاحمت‌های مشکوک به طور مناسب بیان شوند. هر گونه محدودیت در رابطه با کاربردپذیری متد می‌بایست در مستندسازی متد ثبت شود.

۶.۱۸ **گستره کاری و خطی بودن:** برای آنالیز کمی، گستره کاری متد با بررسی نمونه‌های آزمایشگاهی با غلظت‌های آنالیت مختلف و تعیین گستره غلظتی که برای آن عدم قطعیت قابل قبول است، تعیین می‌شود. پیش‌نیاز اجرای تعیین کمی، ایجاد یک تابع کالیبراسیون برای دستگاه اندازه‌گیری نهایی است. به این دلیل، ممکن است بررسی گستره کاری متد و گستره کاری دستگاه به طور جداگانه لازم باشد. در هر دو حالت گستره کاری عموماً وسیع‌تر از گستره خطی است که توسط آنالیز چند نمونه با غلظت‌های آنالیت مختلف و محاسبه آماره رگرسیون از نتایج (معمولاً استفاده از روش حداقل مربعات) تعیین می‌شود. جهت استفاده مؤثر از متد لازم نیست که ارتباط پاسخ آنالیت به غلظت برای گستره کاری دستگاه کاملاً خطی باشد. هر جا که خطی بودن برای یک روش اجرایی خاص غیرقابل دسترس باشد، یک الگوریتم مناسب برای کالیبراسیون می‌بایست تعیین شود. لازم است تا گستره کاری برای هر ماتریکس مطرح شده در دامنه کاری متد ایجاد شود.

۷.۱۸ **حد تشخیص (LOD):** کمترین مقدار آنالیت است که در سطح مشخصی از اطمینان توسط متد قابل تشخیص می‌باشد. احتمالاً مقدار آن برای انواع نمونه‌های مختلف، متفاوت خواهد شد. LOD پارامتر پیچیده‌ای است که به خصوص در آنالیز مقادیر آثار مهم است. برای توصیف جامع و راهنمایی بیشتر به راهنمای یوراکم [12] مراجعه کنید.

۸.۱۸ **حد تعیین کمی (LOQ):** کمترین غلظت آنالیت است که می‌تواند با سطح قابل قبول عدم قطعیت تعیین شود، لذا به طور اختیاری و بر مبنای انتهای پایین گستره کاری متد تنظیم می‌شود. برای توصیف جامع و راهنمایی بیشتر به راهنمای یوراکم [12] مراجعه کنید.

۹.۱۸ **دقت،** معیار نزدیکی توافق بین نتایج اندازه‌گیری مستقل از یکدیگر است که تحت شرایط خاص به دست آمده‌اند. دقت معمولاً بر اساس پارامتر آماری بیان می‌شود که پراکندگی نتایج را توصیف می‌کند، برای مثال انحراف استاندارد. دقت به طور کلی به غلظت آنالیت وابسته است و این وابستگی می‌بایست تعیین شده و مستندسازی شود. تصمیم‌گیری درباره «شرایط خاص»، جنبه مهم ارزیابی دقت اندازه‌گیری است. تکرارپذیری نوعی دقت است که

فاکتورها اثر ناچیزی خواهند داشت، لذا در عمل تغییر چند فاکتور به طور همزمان امکان پذیر خواهد بود، به خصوص اگر از ابزارهای طراحی آزمایش استفاده شود. یک رویکرد کاربردی متداول در AOAC توصیف شده [58] و یک مثال عملی از کاربرد آن در زمینه آزمایش باقیمانده‌های دارو در غذاهای با منشأ حیوانی در شورای تصمیم‌گیری کمیسیون غذایی 657/2002/EC ارائه شده است [59]. مطالعه استواری می‌بایست برای متدهای توسعه‌یافته سازمانی انجام شود. با این حال، عموماً لازم نیست که یک آزمایشگاه منفرد، آزمون استواری را هنگام به کارگیری متد استاندارد که در دامنه کاری‌اش استفاده می‌شود، اجرا کند، چرا که قبل از انتشار متد مطالعات استواری آن انجام شده است.

هنگام صحت‌گذاری برای تعیین بایاس استفاده می‌شوند عبارتند از: (a) آنالیز RMها، (b) آزمایش‌های بازیابی با استفاده از نمونه‌های نشان‌دار و (c) مقایسه با نتایج به دست آمده از متد دیگر. مسائل مربوط به تخمین بایاس و بازیابی در بخش ۴.۱۵ بررسی می‌شوند.

۱۳.۱۸ **استحکام** (بعضی اوقات به آن **استواری** هم می‌گویند) شاخص اطمینان‌پذیری متد هنگام استفاده نرمال را فراهم می‌کند. مطالعه استواری، ظرفیت تأثیرپذیری متد را ضمن اعمال تغییرات کوچک در پارامترهای متد ارزیابی می‌کند. در اینجا آگاهانه تغییرات کوچکی در متد ایجاد شده و پیامدهای آن بررسی می‌شود. معمولاً لازم است فاکتورهای زیادی لحاظ شوند، اما از آنجا که اکثر این

۱۹. کالیبراسیون

متدهای کالیبراسیون و کنترل ترازوها در راهنمای یوراکم [62] ارائه شده‌اند، روش‌های اجرایی کالیبراسیون ابزارهای حجم‌سنجی نظیر پیت‌های پیستونی و بورت‌ها نیز در ISO 8655 [63-69] ارائه شده‌اند. از سوی دیگر، کالیبراسیون ابزارهای اندازه‌گیری استفاده شده برای تعیین خلوص یا غلظت تمام استانداردهای شیمیایی نیز می‌بایست لحاظ شوند.

۲.۳.۱۹ جایی که آزمایش برای اندازه‌گیری خواص تجربی نمونه نظیر نقطه‌ی اشتعال استفاده می‌شود، تجهیز مورد نظر اغلب بر مبنای متد استاندارد ملی یا بین‌المللی تعریف شده و هر جا که امکان داشته باشد برای کالیبراسیون می‌بایست از RMهای قابل ردیابی نیز استفاده شود. هر دستگاه جدید نیز می‌بایست قبل از استفاده جهت کسب اطمینان از انطباق آن با طرح و ابعاد خاص و الزامات عملکردی از سوی آزمایشگاه بررسی شود.

۳.۳.۱۹ دستگاه‌هایی که به عنوان بخشی از عملکرد نرمال خود به کالیبراسیون نیاز دارند نظیر طیف‌سنج‌ها یا دستگاه‌های کروماتوگرافی نیز می‌بایست با استفاده از RMهای با ترکیب معلوم (معمولاً محلول‌های مواد شیمیایی خالص) کالیبره شوند.

۴.۳.۱۹ در بعضی موارد، کالیبراسیون تمام فرایندهای تجزیه‌ای را می‌توان با مقایسه خروجی اندازه‌گیری از یک نمونه با خروجی تولید شده با یک RM مناسب به عنوان نمونه‌ای که در معرض همان فرایند تجزیه‌ای کامل قرار گرفته، انجام داد. RM ممکن است مخلوط سنتزی تهیه شده در آزمایشگاه با استفاده از مواد با خلوص معلوم (و ترجیحاً دارای گواهی) و یا RM ماتریکس گواهی‌دار خریداری شده باشد. با این حال، در چنین مواردی، بر اساس طبیعت ماتریکس و غلظت آنالیت، می‌بایست از مشابهت بین نمونه آزمایشی و RM ماتریکس اطمینان حاصل شود. راهنمای ISO 33، اطلاعات لازم درباره استفاده از RMها را فراهم می‌کند [70].

۴.۱۹ در بسیاری موارد، کالیبراسیون تنها بر روی مرحله اندازه‌گیری نهایی انجام می‌شود. برای مثال، کالیبراسیون یک کروماتوگراف گازی ممکن است با استفاده از مجموعه استانداردهای اندازه‌گیری که محلول‌های سنتزی آنالیت مورد نظر در غلظت‌های مختلف هستند، انجام شود. در این

۱.۱۹ کالیبراسیون به شکل عملیاتی تعریف می‌شود که تحت شرایط خاص، در اولین گام، رابطه‌ای بین مقادیر کمی همراه با عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری فراهم شده توسط استانداردهای اندازه‌گیری و شاخص‌های متناظر با عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری مرتبط ایجاد کرده و در گام دوم از این اطلاعات برای ایجاد یک رابطه برای به دست آوردن نتیجه اندازه‌گیری از یک شاخص استفاده می‌کند [10]. توصیف کامل مفهوم کالیبراسیون را می‌توان در راهنمای یوراکم [11] به دست آورد. روش معمول اجرای کالیبراسیون، معرفی مقادیر کمی معلوم (برای مثال، استفاده از استاندارد اندازه‌گیری) به فرایند اندازه‌گیری و پایش پاسخ اندازه‌گیری در گستره کاری مورد انتظار می‌باشد. اطلاعات جامع درباره RMها در بخش ۲۰ ارائه شده است. راهنمای لازم درباره کالیبراسیون با استفاده از RMها در ISO 11095 ارائه شده است [60].

۲.۱۹ برنامه کلی کالیبراسیون در آزمایشگاه شیمی می‌بایست طراحی شده تا اطمینان حاصل شود که تمام اندازه‌گیری‌هایی که اثر معناداری بر آزمایش یا نتایج کالیبراسیون دارند قابل ردیابی به استاندارد اندازه‌گیری و ترجیحاً استاندارد اندازه‌گیری ملی یا بین‌المللی نظیر CRM می‌باشند (بخش ۱۵ را ببینید). هر جا که مناسبت داشته و عملی باشد می‌بایست از CRMها استفاده شود. جایی که استانداردهای اندازه‌گیری رسمی در دسترس نباشند، می‌بایست ماده‌ای با خصوصیات مناسب، نظیر همگنی و پایداری از سوی آزمایشگاه انتخاب یا تهیه شده و به عنوان استاندارد اندازه‌گیری آزمایشگاهی استفاده شود. ویژگی‌های مورد نظر این ماده می‌بایست با تکرار آزمایش و ترجیحاً در بیش از یک آزمایشگاه و با استفاده از انواع متدهای صحه‌گذاری شده (راهنمای ISO 35 را ببینید [61]) مشخص شود.

۳.۱۹ آزمایش‌های تجزیه را می‌توان بسته به نوع کالیبراسیون مورد نیاز به کلاس‌های عمومی زیر تقسیم‌بندی کرد.

۱.۳.۱۹ بعضی از آزمایش‌های تجزیه‌ای به طور بحرانی به اندازه‌گیری خواص فیزیکی نظیر اندازه‌گیری وزن در وزن‌سنجی و اندازه‌گیری حجم در تیتراسیون حجم‌سنجی بستگی دارند. از آنجا که این اندازه‌گیری‌ها اثر معناداری بر نتایج آزمایش دارند، برنامه کالیبراسیون مناسب برای این کمیت‌ها ضروری است. الزامات و

۶.۱۹ روش‌های اجرایی کالیبراسیون‌ها نیز می‌بایست به شکل بخشی از متد آنالیزی خاص یا به شکل سند کالیبراسیون عمومی به اندازه کافی مستندسازی شوند. مستندسازی می‌بایست چگونگی اجرای کالیبراسیون و بازبینی‌های میانی وضعیت کالیبراسیون، چگونگی تعیین عدم قطعیت کالیبراسیون، تعداد دفعات کالیبراسیون و بازبینی‌های لازم و اقدامات انجام شده هنگام نقص کالیبراسیون را شامل شود. توصیفی از چگونگی تخمین عدم قطعیت‌های مرتبط با منحنی کالیبراسیون خطی حداقل مربعات در راهنمای یوراکم/ ستیک [13] ارائه شده است. به تعداد دفعات و دوره‌های زمانی کالیبراسیون استانداردهای اندازه‌گیری فیزیکی نیز می‌بایست اشاره شده و هر جا که عملی باشد، روش‌های اجرایی و برنامه‌های بازبینی‌های میانی وضعیت کالیبراسیون نیز می‌بایست بیان شوند.

۷.۱۹ کالیبراسیون ظروف شیشه‌ای حجم‌سنجی عمدتاً به شکل غیرمستقیم و به کمک تعیین جرم حجم مشخصی از آب با دانسیته معلوم در دمای معین انجام می‌شود [72]. اگر از مایعی در ظرف شیشه‌ای استفاده شود که خواص متفاوت از خواص آب دارد (نظیر ویژگی‌های ترشوندگی، کشش سطحی و غیره)، انتظار می‌رود که عدم قطعیت حجم اندازه‌گیری شده نیز افزایش یابد. این وضع به خصوص برای ظروف شیشه‌ای حجم‌سنجی که جهت تحویل حجم معینی کالیبره می‌شوند، مهم است. برای متدهایی که رسیدن به نتیجه‌ای با عدم قطعیت کل کم مطرح است، تعیین حجم به شکل غیرمستقیم و از طریق جرم و دانسیته مایع یا مایعات خاص پیشنهاد می‌شود.

کالیبراسیون‌ها، فاکتورهایی چون آلودگی یا آفت ماده که هنگام تهیه نمونه یا در مراحل استخراج و مشتق‌سازی نمونه ایجاد می‌شوند در نظر گرفته نمی‌شوند. بنابراین ضروری است تا هنگام فرایند صحنه‌گذاری متد، مشکلات بالقوه مربوط به آلودگی و آفت ماده با عبور RM‌های ماتریکس یا نمونه‌های نشان‌دار از کل فرایند اندازه‌گیری و طراحی روش‌های اجرایی کالیبراسیون روزانه و بازبینی‌های QC مناسب با جزئیات کامل بررسی شوند (بخش ۴.۱۵ را ببینید).

۵.۱۹ برنامه‌های کالیبراسیون مجزا می‌بایست بسته به الزامات خاص متد تجزیه‌ای ایجاد شوند. بازبینی کالیبراسیون دستگاه بعد از هرگونه توقف کار و بعد از سرویس‌دهی یا هرگونه تعمیر و نگهداری اساسی ممکن است لازم باشد. سطح و تعداد دفعات کالیبراسیون براساس تجربیات قبلی پایه‌گذاری شده و در این زمینه حداقل می‌بایست پیشنهادات سازنده را نیز لحاظ کرد. راهنمایی لازم درباره کالیبراسیون در پیوست B ارائه شده که شامل بازه‌های کالیبراسیون نوعی برای انواع مختلف دستگاه‌های ساده بوده و به پارامترهایی که ممکن است در دستگاه‌های آنالیزی پیچیده‌تر به کالیبراسیون نیاز داشته باشند نیز اشاره می‌کند. تعداد دفعات کالیبراسیون به پایداری سیستم اندازه‌گیری، سطح عدم قطعیت مورد نیاز و بحرانی بودن کار بستگی دارد. دستگاه‌هایی نظیر کروماتوگراف‌ها و طیف‌سنج‌های جرمی که تحت تأثیر رانش قرار می‌گیرند، ممکن است در هر دوره اندازه‌گیری تک به بازبینی‌های رانش و کالیبراسیون مجدد نیاز داشته باشند. راهنمای اضافی دیگر درباره چگونگی ایجاد بازه‌های زمانی کالیبراسیون مناسب در OIML ارائه شده است [71].

۲۰. مواد مرجع

با غلظت معلوم) انجام شود. بعضی از مواد شیمیایی را می‌توان همراه با گواهی سازنده خرید که خلوص ماده در آن ذکر شده است. مواد شیمیایی با خلوص معلوم اما بدون گواهی مربوط به خلوص را نیز می‌توان از تأمین‌کننده‌های معتبر خریداری کرد. به هر حال منبع تهیه این مواد از هر کجا که باشد، این مسئولیت کاربر است که باید نشان دهد آیا کیفیت این مواد برازنده هدف است یا خیر. بعضی مواقع لازم است تا آزمایش‌های اضافی نیز از سوی آزمایشگاه انجام شوند. معمولاً بچ جدید یک ماده شیمیایی می‌بایست در برابر بچ قبلی بازبینی شود. به طور ایده‌آل، تمام مواد شیمیایی استفاده شده به عنوان RM را می‌بایست از تولیدکنندگانی خریداری کرد که دارای سیستم مدیریت کیفیت باشند. با این حال، تنها وجود یک سیستم مدیریت کیفیت (QMS) الزاماً کیفیت محصولات تولیدکننده را تضمین نمی‌کند و آزمایشگاه‌ها خود می‌بایست تمام اقدام‌های منطقی برای تأیید کیفیت مواد بحرانی را به عمل آورند. کنترل ناخالصی‌ها، به خصوص برای آنالیز مقادیر آثار و جایی که امکان مزاحمت‌ها وجود دارند، بسیار مهم است. به پیشنهاد‌های سازنده درباره نحوه انبارش و مدت زمان ماندگاری مواد شیمیایی نیز می‌بایست توجه کرد. به علاوه، همواره می‌بایست در این باره محتاط بود، چرا که تأمین‌کنندگان همیشه اطلاعات لازم درباره تمام ناخالصی‌ها را فراهم نمی‌کنند.

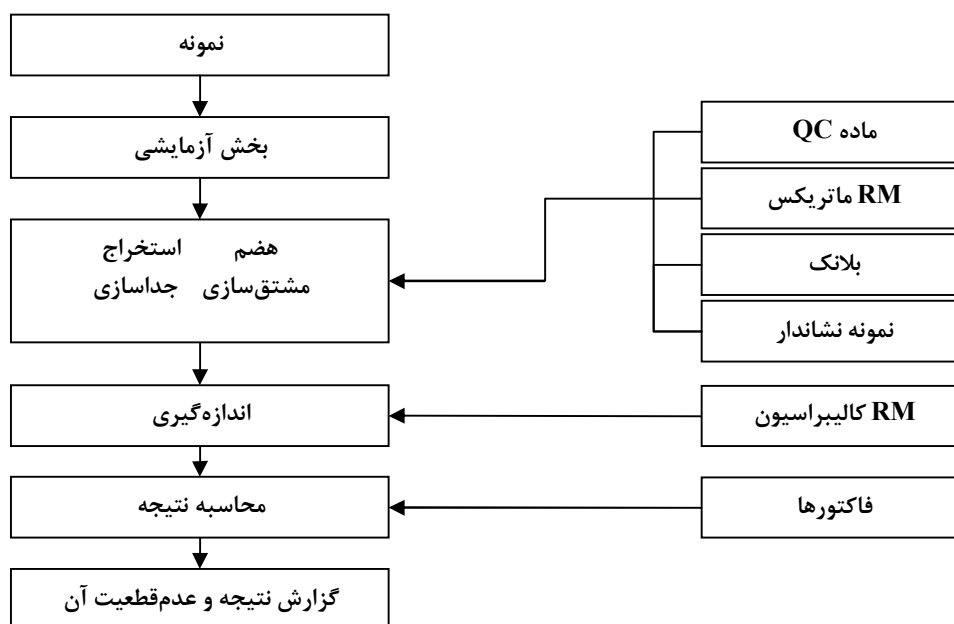
۱.۲۰ سری مستندات ISO مربوط به RMها را نگاه کنید [61,70,73-76].

۲.۲۰ مواد مرجع و مواد مرجع گواهی‌دار در بخش ۳ تعریف می‌شوند. این مواد برای کالیبراسیون، صحت‌گذاری متد، ارزیابی عدم قطعیت اندازه‌گیری، کنترل کیفیت و اهداف آموزشی استفاده می‌شوند. با این حال، یک RM خاص، تنها می‌تواند برای یک هدف خاص در اندازه‌گیری، برای مثال، برای کالیبراسیون یا برای اهداف QA استفاده شود. شکل ۱، فرایند تجزیه‌ای نوعی را نشان می‌دهد و نقش RMها در ارتباط با کالیبراسیون، صحت‌گذاری متد و QC را نیز به تصویر می‌کشد.

۳.۲۰ RMها می‌توانند شکل‌های مختلفی داشته باشند، برای مثال، RMهای مواد خالص، RMهای ماتریکس و محلول‌ها یا مخلوط‌ها. مثال‌هایی از RMها عبارتند از:

- کلرید سدیم خالص ۹۹٪
- محلول آبکی با غلظت جرمی سولفات مس (II) برابر با 10g/l و کلرید منیزیم برابر با 20g/l
- یک پودر پلیمری با گستره توزیع وزن مولکولی خاص
- جامد کریستالی با گستره ذوب 150°C تا 151°C
- پودر شیر خشک دارای مقدار معلوم از ویتامین C

۴.۲۰ برای تعداد زیادی از آنالیزها، کالیبراسیون ممکن است با استفاده از مواد تهیه شده درون آزمایشگاه و به کمک مواد شیمیایی با ترکیب و خلوص معلوم (برای مثال، محلول‌های



شکل ۱- مثالی از یک فرایند تجزیه‌ای نوعی که نقش RMها را نشان می‌دهد.

۵.۲۰ استفاده از RM های مناسب تجزیه‌گرها را قادر می‌سازد تا ردیابی نتایج را از طریق کالیبراسیون دستگاه، صحه‌گذاری متدها و پایش عملکرد متد نشان دهد. RM ها می‌توانند به عنوان استانداردهای (اندازه‌گیری) انتقالی برای مقایسه متدها استفاده شوند. استفاده از آنها هر جا که مناسب باشد، قویاً پیشنهاد می‌شود.

۶.۲۰ لازم است عدم قطعیت خلوص بیان شده CRM ماده خالص در ارتباط با عدم قطعیت دیگر جنبه‌های متد نیز لحاظ شود. به طور ایده‌آل، عدم قطعیت مرتبط با مقدار ویژگی یک RM که برای اهداف کالیبراسیون استفاده می‌شود، نباید سهمی بیش از مقدار یک‌سوم در عدم قطعیت اندازه‌گیری کل داشته باشد.

۷.۲۰ فاکتور مهم در انتخاب RM ها، جانشین‌پذیری آنهاست. این ویژگی RM نشان می‌دهد که آیا رفتار آن شبیه نمونه‌های آزمایشی تحت شرایط اندازه‌گیری، یکسان است یا خیر. این مفهوم در VIM [10] تعریف شده و در راهنمای یوراکم [11] باز هم بیشتر درباره آن بحث می‌شود. دستورالعمل‌های خاص برای RM های استفاده شده در آزمایشگاه تشخیص طبی توسط GLSI منتشر شده است [77]. به طور کلی، ترکیب RM می‌بایست تا آنجا که ممکن است به ترکیب نمونه‌ها نزدیک باشد. جایی که مزاحمت‌های بالقوه وجود دارند، به طور ایده‌آل، متد می‌بایست با استفاده از RM ماتریکس جور و دارای گواهی به شیوه قابل اعتماد صحه‌گذاری شود. اگر چنین ماده‌ای در دسترس نباشد، استفاده از نمونه نشان‌دار شده با RM قابل قبول است.

۸.۲۰ تمام CRM های استفاده شده می‌بایست از طریق روش‌های معتبر فنی تولید و ویژگی‌های آنها تعیین شده باشند. کاربران CRM ها می‌بایست آگاه باشند که تمام مواد تولیدی با سطح یکسان سختگیری تولید نمی‌شوند. معمولاً جزئیات همگن بودن و مطالعات پایداری، متدهای استفاده شده در گواهی و عدم قطعیت‌ها و تغییرات در مقادیر آنالیت بیان شده از سوی سازنده در دسترس بوده و برای قضاوت درباره اعتمادپذیری CRM ها می‌توان از آنها استفاده کرد. تخمین عدم قطعیت مرتبط با مقدار گواهی‌دار می‌بایست در گواهی ماده بیان شده باشد. ایزو 17034 [75]، معیارهای شایستگی تولیدکنندگان RM ها بیان می‌کند.

۹.۲۰ برچسب‌زنی RM ها و CRM ها می‌بایست آشکار بوده تا شناسایی صریح آنها امکان‌پذیر شده و مرجع گواهی‌های همراه یا سایر مستندات نیز باید مشخص باشد. اطلاعات در دسترس می‌بایست به مدت زمان ماندگاری، شرایط نگهداری، کاربردپذیری و محدودیت‌های استفاده اشاره داشته باشند. با RM های تهیه شده در آزمایشگاه، برای مثال، محلول‌ها نیز می‌بایست به شکل واکنشگرایی با اهداف برچسب‌گذاری رفتار شود (بخش ۶.۱۴ را ببینید).

۱۰.۲۰ در دستکاری و مدیریت استانداردهای اندازه‌گیری نیز نکات ایمنی مربوط به بروز آلودگی یا تخریب می‌بایست در نظر گرفته شوند. روش‌های اجرایی آموزشی پرسنل می‌بایست انعکاس‌دهنده‌ی این الزامات باشند.

۲۱. کنترل کیفیت و آزمون مهارت

استفاده کرد. نمونه‌های QC آنالیز شده در فاصله‌های زمانی در بچ نمونه، به رانش درون سیستم و انواع مختلف بلانک، به سهم سیگنال ناشی از منابعی به غیر از آنالیت و آنالیزهای دوبار تکرار نمونه‌های آزمایش روتین، به بازبینی تکرارپذیری اشاره دارند.

۲.۳.۲۱ نمونه‌های QC. نمونه‌های نوعی هستند که به اندازه کافی پایدار و همگن بوده و در مقادیر کافی برای تکرار آنالیز در طی زمان در دسترس می‌باشند. تا وقتی که نتیجه نمونه QC قابل قبول باشد، به احتمال زیاد نتایج نمونه‌های بچ یکسان نیز همانند نمونه QC قابل اعتماد خواهند بود. برای ارزیابی سریع اینکه آیا نتیجه به دست آمده از نمونه QC قابل قبول است یا خیر، نتایج معمولاً به شکل نمودار چارت کنترلی ترسیم می‌شوند. چارت کنترلی که اغلب استفاده می‌شود (X - چارت یا چارت شیوه‌ها) شامل یک خط مرکزی بیانگر مقدار میانگین برای نمونه QC و دو خط دیگر به نام‌های حدود هشدار و حدود عمل می‌باشد. این خطوط به ترتیب در مقدار $\pm 2s$ و $\pm 3s$ اطراف مقدار میانگین تنظیم می‌شوند (در اینجا s تخمین انحراف استاندارد است که به شکل آزمایشگاهی به دست آمده یا یک انحراف استاندارد هدف بر پایه یک الزام است). داشتن جزئیات معیارهای ارزیابی برای نتایج QC در برابر حدود نیز ضروری است، چون تنها در این حالت است که آزمایشگاه قادر خواهد بود به بهترین نحو از نتایج QC استفاده کرده و هنگام نیاز، اقدامات مناسب را انجام دهد [79,80,82]. برای تنظیم حدود واقع‌بینانه روی چارت کنترلی، اندازه‌گیری‌های اولیه انجام شده روی نمونه QC برای تخمین انحراف استاندارد می‌بایست منعکس‌کننده متد آنالیز روزانه باشد. اگر این کار انجام نشود، آنگاه انحراف استاندارد آزمایشی به شکل غیرواقع‌بینانه‌ای کوچک بوده و به حدود تنظیمی روی چارت منجر خواهد شد که ممکن است با استفاده متد در حالت نرمال مطابقت نداشته باشد. از آنجا که تخمین اولیه s اغلب بر پایه مجموعه داده‌های نسبتاً کوچک بدست می‌آید، معمولاً توصیه می‌شود که بعد از گذشت حدود یک سال و یا وقتی نتایج کافی جمع‌آوری شد دوباره ارزیابی شوند [80]. در طی این دوره، انحراف استاندارد به دست آمده از نتایج نمونه QC تخمین قابل اعتمادتری از دقت میانی متد را فراهم خواهد کرد.

۲.۳.۲۱ استفاده از انواع مختلف بلانک‌ها، تجزیه‌گر را قادر می‌سازد تا مطمئن شود که نتایج به دست آمده برای نمونه‌های آزمایشی می‌توانند به طور مناسب برای حذف

۱.۲۱ معنی اصطلاح‌های «کنترل کیفیت» (QC) و «تضمین کیفیت» (QA) اغلب بسته به زمینه مورد نظر تغییر می‌کنند. براساس ISO 9000 [9]، QA بررسی فعالیت‌های انجام شده از سوی آزمایشگاه جهت کسب اطمینان از برآورده شدن الزامات کیفیتی است، در حالی که QC به توصیف اقدامات جداگانه‌ای می‌پردازد که در عمل برای برآورده نمودن الزامات استفاده می‌شوند (بخش ۶.۳ و ۷.۳ را ببینید).

۲.۲۱ بعد از آنکه معیارهای عملکردی متد تنظیم شدند و صحت‌گذاری متد نیز به طور موفقیت‌آمیزی انجام شد، به عنوان بخشی از برنامه QMS آزمایشگاه و تصدیق اینکه متد هنگام استفاده روتین تحت کنترل باقی مانده و عملکرد آن همچنان برازنده هدف می‌باشد، لازم است تا کنترل‌هایی برای متد به کار گرفته شوند. در مرحله صحت‌گذاری، متد به طور عمده برای نمونه‌های با مقدار معلوم به کار می‌رود. بعد از آنکه متد برای استفاده روتین مطرح شد، برای نمونه‌های با مقدار مجهول نیز به کار گرفته خواهد شد. لذا برای پایش مداوم روزبه‌روز و بچ‌به‌بچ عملکرد آنالیزی می‌بایست QC مناسب برنامه‌ریزی شده و به کار گرفته شود. سطح و نوع QC به کار رفته به طبیعت، بحرانی بودن و تعداد دفعات آنالیز، اندازه بچ، درجه اتوماسیون و سختی آزمایش، همینطور درس‌هایی که هنگام فرایندهای توسعه و صحت‌گذاری متد آموخته می‌شوند، بستگی خواهد داشت. QC می‌تواند شکل‌های مختلفی داشته باشد، مثل QC درون آزمایشگاهی (داخلی) و QC بین آزمایشگاه مورد نظر و سایر آزمایشگاه‌ها (خارجی).

۳.۲۱ QC داخلی به روش‌های اجرایی برمی‌گردد که از سوی پرسنل آزمایشگاه برای پایش پیوسته عملیات‌ها و نتایج اندازه‌گیری جهت تصمیم‌گیری درباره اینکه آیا نتایج گزارش به اندازه کافی قابل اعتماد هستند یا خیر، اجرا می‌شوند [78-80]. این روش‌ها شامل آنالیز تکراری نمونه‌های آزمایشی پایدار، بلانک‌ها، محلول‌ها یا مواد استاندارد شبیه مواد استفاده شده برای کالیبراسیون، نمونه‌های نشان‌دار، نمونه‌های کور و نمونه‌های QC می‌باشند. استفاده از چارت‌های کنترلی به خصوص برای پایش نتایج به دست آمده از آنالیز نمونه‌های QC پیشنهاد می‌شود [81-85].

۱.۳.۲۱ سطح QC پذیرفته شده می‌بایست تا آن اندازه باشد که بتواند اعتبار نتایج را تضمین کند. از انواع مختلف QC می‌توان برای پایش انواع مختلف تغییر درون فرایند

معروف است، یک روش شناخته شده برای آزمایشگاه جهت پایش عملکرد در برابر الزامات خود آزمایشگاه و معیارهای آزمایشگاه‌های نظیر و همکار است. PT، تغییرات بین‌آزمایشگاهی (تجدیدپذیری) و در بعضی شرایط، خطاهای سیستماتیک (بایاس) را برجسته می‌کند. طرح‌های PT و انواع مقایسه‌های بین‌آزمایشگاهی به عنوان ابزارهای مهم پایش میزان هم ارزی نتایج اندازه‌گیری در سطوح ملی و بین‌المللی پذیرفته شده‌اند.

۵.۲۱. نهادهای تأیید صلاحیت، سودمندی این طرح‌ها را به رسمیت شناخته و قویاً آزمایشگاه‌ها را تشویق می‌کنند تا به عنوان بخشی از مدیریت کیفیت در PT/EQA شرکت کنند. پایش نتایج PT مهم بوده و در صورت نیاز اقدامات ضروری نیز می‌بایست انجام شوند. در شرایط خاصی، نهادهای تأیید صلاحیت ممکن است خود، شرکت در طرح PT خاصی را به عنوان یک الزام برای تأیید صلاحیت تعیین کنند. ارزش PT به اندازه شایستگی خود طرح‌هاست. الزامات مربوط به شایستگی برگزارکنندگان PT در استاندارد ISO/IEC 17043 توضیح داده شده است [88]. جنبه‌های آماري طرح‌های PT در ISO 13528 توصیف شده است [89]. اطلاعات عملی درباره چگونگی انتخاب، استفاده و تفسیر طرح‌های PT در راهنمای یوراکم آمده است [90]. اطلاعات لازم درباره تعداد زیاد طرح‌ها را نیز می‌توان در پایگاه داده‌های EPTIS (www.eptis.bam.de) بدست آورد. با این حال، برای زمینه‌های نوظهور آنالیز یا کاربردهای نادر موارد خاص، هنوز طرحی که به طور کامل مناسب باشد در دسترس نیست. این نکات و دیگر محدودیت‌ها در سند راهنمای EA در رابطه با سطح و تعداد دفعات شرکت در PT [91] لحاظ شده‌اند، راهنمای آیوپاک/ستیک نیز در رابطه با انتخاب و استفاده از طرح‌های آزمون مهارت برای تعداد محدود مشارکت‌کنندگان در دسترس می‌باشد [92].

۶.۲۱. ISO 17025 بیان می‌کند که چنانچه داده‌های کنترل کیفیت خارج از معیارهای از قبل تعریف شده قرار گیرند، می‌بایست تجزیه و تحلیل شده و اقدامات لازم برای حل مشکل و جلوگیری از گزارش نتایج غلط برنامه‌ریزی شوند. بنابراین، داده‌های به دست آمده از فعالیت‌های QC و مشارکت در PT می‌بایست بلافاصله در برابر حدود ازپیش‌تعیین‌شده بازبینی و تفسیر شوند. به علاوه، پیشنهاد می‌شود که نمودار نتایج رسم شده و روندهای ایجاد شده در داده‌های به دست آمده از QC/PT بازبینی شوند. سیستم QMS آزمایشگاه می‌بایست دارای روش یا روش‌های اجرایی برای شناسایی کار نامنطبق در ارتباط با نتایج QC و PT باشد و خط مشی‌هایی را نیز برای شناسایی و پیاده کردن اقدامات اصلاحی مناسب داشته باشد.

سهم‌های مربوط به پاسخی که قابل استناد به آنالیت نیست، تصحیح شوند.

۴.۳.۲۱ آنالیزهای تکراری نمونه‌های آزمایشی روتین، ابزاری را برای بازبینی تغییرات دقت فرایند آنالیزی فراهم می‌کنند که می‌توانند به طور ناخواسته نتیجه را تحت تأثیر قرار دهند [86]. تکرارها می‌توانند برای بازبینی تکرارپذیری نزدیک بچ باشند. آنالیز نمونه‌های کور نیز شکلی از آنالیز تکراری است که ابزاری را برای بررسی دقت فراهم می‌کند. آنالیز نمونه‌های کور، شامل بخش‌های آزمایشی تکراری است که معمولاً از سوی سرپرست آزمایشگاه در بچ آنالیزی قرار داده می‌شود و به خاطر این کور نامیده می‌شود که معمولاً تجزیه‌گر از هویت بخش‌های آزمایشی و یا تکراری بودن آنها آگاه نیست. بنابراین تجزیه‌گر هیچ تصور قبلی نسبت به این موضوع که نتایج خاصی می‌بایست به آن مرتبط باشند، ندارد. به کمک استانداردها یا مواد مشابهی که در کالیبراسیون استفاده شده و در بازه‌های زمانی مشخص در بچ آنالیزی قرار داده می‌شوند، امکان بررسی اینکه آیا پاسخ فرایند آنالیزی به آنالیت پایدار است یا خیر نیز میسر خواهد شد.

۵.۳.۲۱ این مسئولیت مدیریت آزمایشگاه است که سطح مناسبی از QC را بر پایه ارزیابی خطر و لحاظ کردن قابلیت اطمینان‌پذیری متد، بحرانی بودن کار و عملی بودن تکرار آنالیز، چنانچه نتیجه نمونه QC غیرقابل قبول باشد، تنظیم و آن را توجیه کند. سطح QC داخلی ۵٪ برای آنالیز روتین کافی است، یعنی به ازای هر ۲۰ نمونه آنالیزی، می‌بایست یک نمونه QC وجود داشته باشد. با این حال، برای متدهای روتین محکم با ظرفیت نمونه بالا، سطح پایین‌تر QC می‌تواند معقول باشد. برای روش اجرایی پیچیده‌تر سطح ۲۰٪ معمول است و گاهی ممکن است سطح ۵۰٪ نیز لازم باشد. در بعضی بخش‌ها، برای مثال، در زمینه آنالیز آب، درباره سطح QC مورد نیاز یک راهنما در دسترس می‌باشد [87]. برای آنالیزهایی که به تعداد دفعات کم اجرا می‌شوند، می‌بایست در هر فرصت یک سیستم صحت‌گذاری کامل اجرا شود. این کار نوعاً شامل استفاده از RM دارای گواهی یا با غلظت معلوم از آنالیت و آنالیزهای تکراری نمونه و نمونه نشان‌دار (نمونه‌ای که مقدار معلوم از آنالیت آگاهانه به آن اضافه شده است) است. آنالیزهایی که به تعداد دفعات زیاد انجام می‌شوند باید در معرض روش‌های اجرایی QC نظام‌مندی باشند که چارت‌های کنترلی و نمونه‌های بازبینی را با هم ترکیب می‌کنند.

۴.۲۱ آزمون مهارت (ارزیابی کیفیت خارجی): مشارکت منظم در PT که به نام ارزیابی کیفیت خارجی (EQA) نیز

۲۲. کامپیوترها و سیستم‌های کنترل شده با کامپیوتر

حرارت، رطوبت و میدان‌های مغناطیسی، احتیاط‌های خاص می‌بایست لحاظ شوند.

۴.۲۲ بازبینی اولیه می‌بایست بسیاری از جنبه‌های عملیات کامپیوتر را تا آنجا که می‌تواند تصدیق کند. چنانچه کاربری کامپیوتر تغییر کند و پس از هرگونه عملیات حفظ و نگهداری یا بازبینی نرم‌افزار، لازم است دوباره بازبینی‌های مشابه نیز انجام شوند. جایی که از کامپیوتر برای جمع‌آوری و پردازش داده‌های مرتبط با آزمون شیمیایی استفاده می‌شود، برای صحت‌گذاری عملکرد، چنانچه کامپیوتر پاسخ‌های مورد انتظار را هنگام ارائه پارامترهای معلوم، ایجاد کند، معمولاً فرض عملکرد صحیح کامپیوتر کافی می‌باشد. برنامه‌های کامپیوتری اجراکننده محاسبات می‌توانند ضمن مقایسه با نتایج ایجاد شده دستی صحت‌گذاری شوند. می‌بایست به این نکته توجه شود که بعضی نقص‌ها تنها هنگامی به وقوع خواهند پیوست که ورودی، یک مجموعه خاص از پارامترها باشد. به همین دلیل لازم است اطمینان حاصل شود که مجموعه داده‌های استفاده شده برای صحت‌گذاری، تمام متغیرهایی را که ممکن است هنگام استفاده مورد انتظار واقع شوند را فراهم کنند. حداقل سه مجموعه داده برای اعتباربخشی لازم است. اگر از نرم‌افزارهای تجاری استفاده شود اعتباربخشی می‌تواند با گواهی فراهم شده از سوی سازنده جایگزین شود. در همه موارد، نرم‌افزار می‌بایست قبل از استفاده تصدیق شود. در آزمون‌های شیمیایی، بازبینی‌های مناسب بر روی جمع‌آوری داده‌ها و دست‌کاری توابع با استفاده از یک ماده مرجع گواهی‌دار برای صحت‌گذاری اولیه و یک استاندارد اندازه‌گیری ثانویه نظیر نمونه کنترل کیفیت استفاده شده برای بازبینی‌های تکراری منظم، می‌تواند انجام شود. هر پیشنهاد ارائه شده از سوی سازنده می‌بایست لحاظ شود. روش اجرایی صحت‌گذاری استفاده شده برای یک سیستم خاص و تمام داده‌های ثبت شده حین صحت‌گذاری نیز می‌بایست مستندسازی شوند. ممکن است صحت‌گذاری این سیستم‌ها به شکل جدا از دستگاه آنالیزی که سیگنال اصلی را تولید می‌کند، مشکل باشد. معمولاً کل سیستم در یک اجرا و با استفاده از استانداردهای اندازه‌گیری شیمیایی یا مواد مرجع صحت‌گذاری می‌شود. یک چنین صحت‌گذاری معمولاً قابل قبول است. صحت‌گذاری لازم در موارد خاص در بخش‌های ۱.۴.۲۲ و ۶.۴.۲۲ بحث شده‌اند.

۱.۴.۲۲ **بسته‌های واژه‌پردازی**، به طور گسترده در

۱.۲۲ کامپیوترها در آزمایشگاه‌های آزمون شیمیایی به دلایل مختلف زیادی استفاده می‌شوند، که می‌توان به موارد زیر اشاره کرد:

- کنترل شرایط محیطی بحرانی
- پایش و کنترل فهرست موجودی‌ها
- کالیبراسیون و برنامه‌های حفظ و نگهداری
- کنترل موجودی واکنشگرها و استانداردهای اندازه‌گیری
- طراحی آزمایش‌ها
- آنالیز آماری داده‌ها
- زمان‌بندی نمونه‌ها و پایش ظرفیت پذیرش کار
- ایجاد چارت کنترلی
- پایش روش‌های اجرایی آزمایش
- کنترل دستگاه‌های اتوماتیک
- ذخیره، نگهداری، بازیابی و پردازش داده‌ها به شکل دستی یا اتوماتیک
- انتقال داده‌ها
- پردازش داده‌های دستگاهی در کامپیوتر همراه دستگاه
- جورسازی نمونه و داده‌های کتابخانه (برای مثال مقایسه طیف‌های جرمی)
- ردیابی نمونه
- ایجاد گزارش‌های آزمون
- واژه‌پردازی
- ارتباط
- سیستم‌های مدیریت کیفیت آزمایشگاه (LIMS)

راهنمایی درباره مدیریت کامپیوترها و نرم‌افزارها در آزمایشگاه‌های تایید صلاحیت ISO 17025 توسط یورولب تولید شده است [۹۳].

۲.۲۲ کابل‌ها و سطوح مشترک، اتصالات فیزیکی بین بخش‌های مختلف کامپیوتر یا بین کامپیوترهای مختلف را فراهم می‌کنند. مهم است که سطوح مشترک و کابل‌ها طوری انتخاب شوند که مناسب کاربرد خاص باشند، چرا که آنها می‌توانند به طور جدی سرعت و کیفیت انتقال داده‌ها را تحت تأثیر قرار دهند.

۳.۲۲ محیط آزمایش شیمیایی، خطرات خاصی را برای عملیات کامپیوترها و ذخیره محیط کامپیوتر ایجاد می‌کند. پیشنهادهای لازم در این رابطه معمولاً در کاتالوگ‌های عملیاتی وجود دارد، با این حال برای اجتناب از آسیب ناشی از مواد شیمیایی، میکروبیولوژیکی یا آلودگی گرد و غبار،

۴.۴.۲۲ کار با داده‌ها یا سیستم‌های پردازش، سیستم‌های انتگراسیون. خروجی ناشی از دستگاه آنالیزی معمولاً قبل از پردازش می‌بایست با استفاده از یک مبدل آنالوگ/دیجیتال به یک سیگنال دیجیتال تبدیل شود. سپس داده‌های دیجیتالیزه از طریق الگوریتم نرم‌افزار به یک سیگنال قابل شناسایی (اعداد، پیک‌ها، طیف‌ها، بسته به نوع سیستم) برگردانده می‌شوند. الگوریتم، بر اساس دستورات برنامه‌ریزی شده، تصمیم‌های متنوعی (نظیر تصمیم‌گیری در مورد اینکه کجا پیک‌ها شروع شده و پایان یابند و یا یک عدد می‌بایست به سمت پایین گرد شود یا نه) می‌گیرد. الگوریتم یک منبع مشترک از عملکرد غیرمنتظره بوده و صحت‌گذاری می‌بایست منطق پشت تصمیم‌های اتخاذ شده از سوی الگوریتم را بیازماید.

۵.۴.۲۲ سیستم اتوماتیک کنترل شده توسط کامپیوتر. این سیستم ممکن است یک یا تعداد بیشتری از مثال‌های ذکر شده قبلی را که به صورت همزمان یا در توالی زمانی کنترل شده خاص اجرا می‌شوند را شامل شود. چنین سیستم‌هایی به طور نرمال، ضمن بازبینی عملیات رضایت‌بخش (شامل عملکرد تحت شرایط اکستریم) و تعیین قابلیت اطمینان سیستم قبل از آنکه سیستم بدون مراقبت اجرا شود، صحت‌گذاری خواهند شد. صحت‌گذاری می‌بایست شامل صحت‌گذاری مؤلفه‌های منفرد به علاوه بازبینی کلی دیالوگ بین مؤلفه‌های منفرد و کامپیوتر کنترل‌کننده باشد. ارزیابی نیز می‌بایست از علت‌های محتمل نقص عملکرد سیستم انجام شود. یک ملاحظه‌ی مهم این است که کامپیوتر، سطوح مشترک و کابل اتصالاتی از ظرفیت کافی برای کارهای مورد نیاز برخوردار باشد. اگر هر بخش از سیستم بیش از حد بارگذاری شده باشد، عملیات آن کند شده و احتمالاً داده‌ها از دست خواهند رفت. این وضع، در جایی که عملیات‌ها شامل کارهای روتین با توالی زمانی باشند، پیامدهای جدی در پی خواهد داشت. هر جا که امکان داشته باشد، نرم‌افزار کنترل می‌بایست متناسب با نیاز طراحی شده تا هرگونه نقص عملکردی را شناسایی و داده‌های مرتبط را برچسب‌گذاری کند. استفاده از نمونه‌های کنترل کیفی و استانداردها در فاصله‌های زمانی در بچ‌های نمونه، می‌بایست برای پایش عملکرد صحیح روزانه کافی باشند. روتین‌های محاسباتی می‌توانند از طریق آزمایش با مقادیر پارامتر معلوم بازبینی شوند. جهت کسب اطمینان از اینکه هیچگونه

آزمایشگاه‌ها جهت تولید انواع زیادی از مستندات استفاده می‌شوند. آزمایشگاه می‌بایست مطمئن شود که استفاده از بسته‌های واژه‌پردازی جهت جلوگیری از تولید گزارش‌های بدون مجوز یا دیگر مستندات به طور کافی تحت کنترل می‌باشد. در ساده‌ترین حالت‌ها، یعنی جایی که کامپیوتر نقش ماشین تحریر الکترونیکی را بازی می‌کند، صحت‌گذاری به شکل بازبینی دستی و تایید نسخه‌های سخت یا نرم انجام می‌شود. سیستم‌های پیچیده‌تر برای تولید اتوماتیک گزارش‌ها در فرمت‌های از قبل تعیین شده، داده‌ها را خوانده و پردازش می‌کنند. چنین سیستم‌هایی به بازبینی‌های اضافی نیاز خواهند داشت.

۲.۴.۲۲ بسته‌های صفحه گسترده معمولاً در آزمایشگاه‌ها برای ذخیره، تلفیق، خلاصه‌سازی و نمایش داده‌ها، محاسبه نتایج اندازه‌گیری از خروجی‌های دستگاه، رسم نمودارها و اجرای آنالیزهای آماری استفاده می‌شوند. برای کاربردهای خاص (به خصوص آنالیز آماری) توابع درونی وجود دارند که به جای وارد کردن دستی معادلات می‌توان از آنها استفاده کرد. در هر حالت صفحات گسترده برای تایید اینکه تمام معادلات درونی استفاده شده مقدار صحیح را می‌دهند باید صحت‌گذاری شوند. در این رابطه، بخصوص مشخص کردن داده‌های ورودی صحیح در حال مرجع‌دهی مهم می‌باشند. صفحات گسترده را می‌توان با استفاده از مجموعه داده‌های آزمایشی و مقایسه نتایج با محاسبات دستی صحت‌گذاری کرد. می‌بایست روش‌های اجرایی جهت به حداقل رساندن خطر ورود یا انتقال داده‌های غلط وجود داشته و اطمینان حاصل شود که هیچ محاسبه‌ای بعد از صحت‌گذاری ویرایش نخواهد شد. (به صورت عمدی یا تصادفی)

۳.۴.۲۲ دستگاه‌های کنترل شده توسط ریزپردازنده، به طور نرمال دارای برنامه خودبازبینی هستند که هنگام سوئیچ - آن شدن دستگاه فعال شده و به بازبینی و شناسایی تمام تجهیزات پیرامونی اقدام خواهد کرد. نرم‌افزار اغلب در دسترس نیست، در اکثر شرایط، صحت‌گذاری می‌تواند با آزمایش جنبه‌های گوناگون تابع دستگاهی و استفاده از پارامترهای معلوم، برای مثال، ضمن آزمایش مواد مرجع، استانداردهای اندازه‌گیری فیزیکی یا شیمیایی یا نمونه‌های کنترل کیفیت انجام شود.

مودم یا پست الکترونیکی ارسال شوند. به طور مشابه، اطلاعات می‌توانند روی یک ابزار ذخیره خارجی نیز دانلود شوند. جایی که داده‌های یک سیستم کنار داده‌های دیگر قرار می‌گیرند، احتمال خطر خراب شدن داده‌ها از طریق ناسازگاری سیستم یا نیاز به فرمت اطلاعات وجود خواهد داشت. یک سیستم با طراحی خوب، امکان رسیدن به سطح بالای QA را درست از نقطه ورود نمونه تا تولید گزارش نهایی برآورده می‌سازد. الزامات صحنه‌گذاری خاص شامل مدیریت دسترسی به عملکردهای مختلف، پیگیری‌های ممیزی برای تغییرات کاتالوگ و مدیریت فایل می‌باشند. جایی که داده‌ها به شکل الکترونیکی منتقل می‌شوند، بازبینی‌های ایمنی برای محافظت در برابر تخریب داده‌ها و دسترسی غیرمجاز لازم می‌باشند.

۵.۲۲ ISO ۱۷۰۲۵ الزامات خاصی را در رابطه با کنترل مستندات و سوابق مطرح می‌کند. هر سیستم الکترونیکی استفاده شده برای ایجاد و مدیریت مستندات و سوابق می‌بایست این الزامات را برآورده کند. در بسیاری از جنبه‌ها، سیستم‌های الکترونیکی می‌توانند مدیریت و کنترل مستندات را ساده کنند. با این حال جنبه‌های کلیدی زیادی وجود دارند که می‌بایست لحاظ شوند، برای مثال:

- دسترس پذیری
- امنیت و کنترل‌های خاص برای جلوگیری از اصلاح‌های غیرمجاز
- بازیابی اطلاعات - بدین معنا که آیا مستندات و سوابق می‌توانند پس از ارتقای سیستم سخت‌افزار و نرم‌افزار باز هم در دسترس باشند؟ یا خیر؟

تحریفی هنگام انتقال داده‌ها رخ نمی‌دهد، انتقال الکترونیکی داده‌ها می‌بایست بازبینی شده و اطمینان حاصل شود که هنگام انتقال داده‌ها نقصی ایجاد نشده است. این کار را می‌توان روی کامپیوتر و با استفاده از «فایل‌های تصدیق» انجام داد، اما هر جا که عملی باشد انتقال می‌بایست از طریق یک نسخه‌ی سخت از داده‌ها پشتیبانی شود.

۶.۴.۲۲ سیستم‌های مدیریت اطلاعات آزمایشگاه (LIMS)، به‌طور گسترده برای مدیریت فعالیت‌های آزمایشگاه استفاده می‌شوند. LIMS یک سیستم بر پایه کامپیوتر همراه با نرم‌افزار است که اغلب تلفیق، محاسبه و انتشار داده‌هایی را که مستقیماً از دستگاه‌های تجزیه‌ای دریافت شده را انجام می‌دهد. این سیستم، واژه‌پردازی، پایگاه داده‌ها، صفحه‌گسترده و قابلیت‌های پردازش داده‌ها را در هم ادغام کرده و می‌تواند انواع عملکردها مثل: ثبت نمونه و ردیابی، تعیین و تخصیص آزمون، ایجاد کاربرگ، پردازش داده‌های اخذ شده، کنترل کیفیت، کنترل مالی و ایجاد گزارش، را شامل شود. عملیات LIMS ممکن است به خود آزمایشگاه محدود شده و یا ممکن است بخشی از یک سیستم کامپیوتر گسترده شرکت را تشکیل دهد. اطلاعات ممکن است به صورت دستی یا دانلود شده به شکل مستقیم از دستگاه تجزیه‌ای یا دیگر قطعات الکترونیکی نظیر خوانشگر بارکد وارد سیستم شود. اطلاعات می‌توانند به شکل الکترونیکی یا کپی‌های سخت خارج شوند. خروجی‌های الکترونیکی می‌توانند شامل داده‌های خام یا پردازش شده و نوشته شده برای دیگر کامپیوترهای درون سازمان یا دور از سازمان باشند که در این حالت ممکن است از طریق یک

۲۳. ممیزی آزمایشگاه و بازرنگری

می‌شوند. البته این وضع در جایی که تعداد پرسنل اندک است، میسر نمی‌باشد. بعضی مواقع لازم است تا از یک شخص خارجی یا شخص دارای صلاحیت درخواست شود تا ممیزی و بازرنگری مدیریت را به تنهایی یا همراه با شخص دارای صلاحیت در آن زمینه انجام دهند.

۴.۲۳ ممیزی‌ها به دو روش پایه انجام می‌شوند.

- ۱) در ممیزی افقی، ممیز تک‌تک جنبه‌های سیستم کیفیت برای مثال، کالیبراسیون، روش‌های آموزش، سوابق یا گزارش‌ها را با جزئیات کامل بررسی می‌کند.
- ۲) در ممیزی عمودی، ممیز یک نمونه را انتخاب کرده و پیشرفت آن را از دریافت نمونه تا گزارش نتیجه یا نتایج و دورریزی دنبال و در این بین تمام جنبه‌های سیستم مدیریت کیفیت مرتبط (کالیبراسیون، نتایج مشارکت در PT، کنترل کیفیت، کنترل دستگاه‌ها و...) به آن آزمون را بررسی خواهد کرد.

ISO 17025 بیان می‌کند که دوره‌ی ممیزی‌های داخلی به طور معمول می‌بایست در بازه‌ی زمانی یک‌ساله انجام شوند.

۵.۲۳ جنبه‌های مختلف آزمایشگاه شیمی که می‌بایست هنگام ممیزی داخلی بررسی شوند، در قالب یک چک‌لیست جداگانه در پیوست A گنجانده شده است. این الزام وجود دارد که تمام نکات مربوط به استاندارد ISO در دوره ممیزی داخلی پوشش داده شده و کنترل شوند. بعد از آن لازم است تا گزارش مستندی از عدم انطباق‌ها و نقص‌های موجود تهیه شده و دوره زمانی لازم برای رفع مشکلات و بهبودهای سیستم مدیریت کیفیت در آن مشخص شود. لازم است که این نکات در زمان مشخص خود پیگیری و نتیجه نهایی اعلام شود. آزمایشگاه می‌بایست همچنین کارآمدی اقدامات انجام شده را پایش کند.

۶.۲۳ بازرنگری مدیریت در دوره‌های زمانی منظم می‌بایست انجام شود. معمولاً سالی یک‌بار کافی است، گرچه برای آزمایشگاه‌های با دامنه مطالعاتی گسترده از تأیید صلاحیت، گاهاً لازم است تا بازرنگری به واحدهای مجزا از هم تفکیک شود، که در این مورد هر یک از واحدها در جریان یک سال می‌بایست بررسی شوند. آزمایشگاه می‌بایست روش اجرایی برنامه‌ریزی، اجرا و گزارش بازرنگری‌های مدیریت همین‌طور پیگیری آن - شامل دستور جلسه معین، که دربرگیرنده موارد ذکر شده در بند ۲.۲۳ است را دارا باشد.

۱.۲۳ برای واژه‌شناسی بخش‌های ۸.۳ و ۹.۳ را ببینید.

۲.۲۳ جنبه مهم مدیریت کیفیت، بررسی دوره‌ای سیستم کیفیت از سوی خود مدیریت آزمایشگاه می‌باشد. به طور کلی، تمام جنبه‌های سیستم کیفیت می‌بایست حداقل یک‌بار در سال بررسی شوند. سیستم می‌بایست به دو روش بررسی شود.

- ۱) بررسی جهت کسب اطمینان از اینکه آیا مستندات کافی بوده و می‌توانند اجرای کامل و منسجم روش‌ها را تضمین کنند و آیا پرسنل واقعاً سیستم توصیف شده را دنبال می‌کنند یا خیر. به این بررسی معمولاً ممیزی داخلی (برعکس ارزیابی خارجی انجام شده از سوی مجموعه‌های تأیید صلاحیت) گفته می‌شود.
- ۲) می‌بایست بررسی شود که آیا سیستم مدیریت آزمایشگاه، الزامات آزمایشگاه، الزامات مشتریان و استاندارد مدیریت کیفیت را برآورده می‌سازد یا نه. طی یک دوره زمانی نیازهای آزمایشگاه و مشتریانش تغییر کرده و سیستم مدیریت کیفیت می‌بایست همراه با این تغییرات به طور دائمی تکامل یافته تا بتواند اهداف مربوطه را برآورده سازد.

نوع دوم بررسی معمولاً بازرنگری مدیریت نامیده می‌شود و حداقل سالی یک‌بار می‌بایست انجام شود. این بررسی از سوی مدیریت آزمایشگاه انجام شده و اطلاعات مربوطه از منابع مختلف زیادی مثل نتایج ممیزی‌های داخلی، ارزیابی‌های خارجی، عملکرد در طرح‌های آزمون مهارت، مطالعات کنترل کیفیت داخلی، گرایش‌های بازار، شکایات‌ها و تعریف‌های مشتری و غیره به‌دست می‌آید. ISO 19011 راهنمای لازم درباره ممیزی سیستم‌های مدیریت را ارائه می‌کند. [۹۴]

۳.۲۳ برنامه ممیزی‌های داخلی و بازرنگری مدیریت معمولاً از سوی مدیر کیفیت آزمایشگاه هماهنگ می‌شود. او مسئولیت دارد که از آموزش و دانش فنی صحیح ممیزان، همین‌طور مجوز لازم آنها برای انجام کار اطمینان حاصل کند. هر سال می‌بایست برنامه زمانی ممیزی داخلی برای موارد خاص آزمایشگاهی طرح‌ریزی شود و در آن معیارهای ممیزی و پرسنل درگیر در ممیزی مشخص شوند. سپس نتایج می‌بایست به بازرنگری مدیریت گزارش شوند. ممیزی‌های داخلی معمولاً از سوی مدیر کیفیت یا دیگر پرسنل آزمایشگاهی که خارج از ناحیه ممیزی کار می‌کنند، انجام

پیوست A

ممیزی کیفیت: موارد با اهمیت خاص برای آزمایشگاه شیمی

A.1 پرسنل

- (i) پرسنلی که عملیات خاص دستگاهی، آزمایش‌ها و یا کالیبراسیون‌ها را اجرا می‌کنند، نتایج را ارزیابی می‌کنند، گزارش‌های آزمون و گواهی‌های کالیبراسیون را امضا می‌کنند و یا نظر یا تفسیر شخصی خود را بیان می‌کنند، از صلاحیت و تحصیلات دانشگاهی، آموزش، تجربه و مهارت کافی و مناسب برخوردار می‌باشند.
- (ii) آموزش حین کار در برابر معیارهای تعیین شده‌ای که به وظایف فعلی و پیش‌بینی شده آزمایشگاهی مرتبط است، انجام می‌شود. اثربخشی آموزش ارزیابی می‌شود. سوابق به‌روز آموزش پرسنل نگهداری می‌شود.
- (iii) آزمایش‌ها و کالیبراسیون‌ها تنها از سوی تجزیه‌گرهای مجاز انجام می‌شوند. پرسنل تحت آموزش از نظارت مناسب برخوردار می‌باشند.
- (iv) عملکرد پرسنل اجراکننده آنالیزها توسط ممیز مشاهده می‌شود.
- (v) عملکرد پرسنل مجاز به طور پیوسته پایش می‌شود.

A.2 محل کار و شرایط محیطی

- (i) محیط آزمایشگاه برای انجام کار مناسب است.
- (ii) سرویس‌ها و امکانات آزمایشگاهی برای انجام کار کافی هستند.
- (iii) بین کارهایی که بالقوه ممکن است با یکدیگر تداخل کنند، جداسازی فضایی کافی وجود دارد.
- (iv) قسمت‌های مختلف آزمایشگاه به اندازه کافی تمیز و مرتب هستند تا از کیفیت کار انجام شده اطمینان حاصل شود.
- (v) بین محل دریافت نمونه، تهیه نمونه، پاکیزه‌سازی و اندازه‌گیری، جدایی فضایی یا فاصله کافی وجود دارد تا از کیفیت کار انجام شده اطمینان حاصل شود. درباره آزمایشگاه‌های کوچک که مدیریت فضای آزمایشگاه عملی نیست، مدیریت زمان (یعنی برنامه‌ریزی مؤثر برای جنبه‌های مختلف کار) لازم است.
- (vi) پایبندی به مقررات ایمنی و سلامتی با الزامات QMS مطابقت دارد.
- (vii) شرایط محیطی پایش می‌شوند و هر وقت در متدها و یا روش‌های اجرایی مشخص شده و یا هر جا که بر کیفیت نتایج تأثیرگذار باشند، پایش و ثبت می‌شوند. هنگامی که شرایط محیطی نتایج آزمایش‌ها و یا کالیبراسیون‌ها را به خطر می‌اندازند، آزمون‌ها و کالیبراسیون‌ها متوقف می‌شوند.
- (viii) دسترسی و استفاده از مکان‌هایی که بر کیفیت نتایج و یا کالیبراسیون تأثیر می‌گذارند تحت شرایط مناسب حفظ و کنترل می‌شوند.
- (ix) اقدامات لازم برای اطمینان از نظافت شایسته آزمایشگاه انجام می‌شوند. روش‌های اجرایی خاص، برای مثال وقتی که لازم باشد پروتکل‌های پاکیزه‌سازی خاص برای تضمین کیفیت نتایج به کار روند، استفاده می‌شوند.

A.3 تجهیزات

- (i) آزمایشگاه به تمام تجهیزات لازم برای اجرای صحیح آزمون‌ها و یا کالیبراسیون‌ها مجهز می‌باشد. تجهیزات مورد استفاده (و نرم‌افزارهای مرتبط) برای هدف مربوطه مناسب هستند.
- (ii) دستورالعمل‌های مناسب برای استفاده و حفظ و نگهداری تجهیزات (شامل کاتالوگ‌ها) در دسترس می‌باشند.
- (iii) تجهیزات از سوی پرسنل مجاز استفاده می‌شوند.
- (iv) دستگاه‌های اصلی به طور صحیح نگهداری شده و سوابق حفظ و نگهداری آنها نیز بایگانی می‌شود.

- (v) تجهیزات قبل از استفاده کالیبره شده و بازبینی می‌شوند.
- (vi) برنامه‌هایی برای کنترل اندازه‌شناسی دستگاه‌ها ایجاد شده‌اند.
- (vii) تجهیزات بحرانی (نظیر ترازوها، ترمومترها، ظروف شیشه‌ای، زمان‌سنج‌ها، پیپت‌ها) به طور منحصر به فردی قابل شناسایی بوده و به طور مناسب کالیبره (با ردیابی مناسب) شده‌اند. گواهی‌های متناظر یا دیگر سوابق نشان‌دهنده قابلیت ردیابی به استانداردهای اندازه‌گیری ملی در دسترس هستند.
- (viii) تجهیزات کالیبره شده به طور مناسب برچسب‌گذاری شده و به شکلی قابل شناسایی هستند که امکان اشتباه شدن آنها با تجهیزات کالیبره نشده وجود ندارد و وضعیت کالیبراسیون (شامل تاریخ آخرین کالیبراسیون و تاریخ یا معیارهای پایان کالیبراسیون هنگام سررسید تاریخ کالیبراسیون بعدی) برای کاربر آشکار است.
- (ix) روش‌های اجرایی کالیبراسیون دستگاه و بازبینی‌های عملکرد مستندسازی شده و در دسترس کاربران می‌باشند. این روش‌های اجرایی، حتی وقتی که کنترل اندازه‌شناسی برون‌سپاری شده باشد، می‌بایست شامل معیارهای پذیرش باشند.
- (x) بازبینی‌های عملکرد دستگاه و روش‌های اجرایی کالیبراسیون در بازه‌های زمانی مشخص انجام شده و نشان می‌دهند که وضعیت کالیبراسیون حفظ شده و عملکرد روزانه قابل قبول است. اقدام اصلاحی مناسب نیز در صورت لزوم انجام می‌شود.
- (xi) در بازبینی‌های میانی، از وضعیت کالیبراسیون تجهیزاتی که براساس روش‌های اجرایی تعریف شده کالیبره می‌شوند، اطمینان وجود دارد.
- (xii) تجهیزات آزمایش و کالیبراسیون، شامل سخت‌افزار و نرم‌افزار در برابر تنظیم‌هایی که ممکن است اعتبار نتایج کالیبراسیون یا آزمایش را زیر سؤال ببرند، ایمن هستند.
- (xiii) جایی که کالیبراسیون‌ها به مجموعه‌ای از فاکتورهای تصحیح منجر می‌شوند، آزمایشگاه برای اطمینان از اینکه کپی‌ها به طور صحیح به‌روز رسانی شده‌اند دارای روش‌های اجرایی است (برای مثال، در نرم‌افزار دستگاه/ صفحه‌گسترده‌ها).
- (xiv) سوابق کالیبراسیون، بازبینی‌های عملکرد و اقدامات اصلاحی نگه داشته می‌شوند.

A.4 متدهای آزمایش و صحه‌گذاری متد

- (i) متدهای توسعه داده شده از سوی آزمایشگاه برای هدف مورد نظر مناسب بوده، به طور کامل مستندسازی شده و به طور مناسب صحه‌گذاری شده و برای استفاده تأیید شده‌اند.
- (ii) ورود متدهای کالیبراسیون و آزمون توسعه داده شده از سوی آزمایشگاه در فعالیت برنامه‌ریزی‌شده، انجام و به پرسنل دارای صلاحیت واگذار می‌شود.
- (iii) آزمایشگاه نشان می‌دهد که متدهای استاندارد (منتشر شده و رسمی) برازنده هدف بوده و رسیدن به سطوح عملکردی منتشر شده امکان‌پذیر است.
- (iv) مستندسازی اعمال تغییرات در متدها انجام می‌شود، از نظر تکنیکی توجیه شده و از سوی مشتری نیز تأیید و پذیرفته شده است.
- (v) کپی‌های مجاز متدهای منتشر شده و رسمی در دسترس هستند.
- (vi) به‌روزترین نسخه‌ی متد در دسترس تجزیه‌گر است.
- (vii) تجزیه‌گرها متدهای تعیین شده را انجام داده و بر کار آنها نظارت می‌شود.
- (viii) متدهای توسعه‌یافته آزمایشگاهی حداقل شامل اطلاعات زیر می‌باشند:
- شناسایی مناسب
 - دامنه کاربرد
 - توصیف نوع آیتیم آزمایشی یا کالیبره شده

- (d) پارامترها یا کمیت‌ها و گستره‌هایی که باید تعیین شوند
- (e) تجهیزات و دستگاه‌ها، شامل الزامات عملکرد فنی
- (f) مواد شیمیایی، استانداردهای اندازه‌گیری (شامل RMها) لازم همراه با مشخصات خلوص
- (g) شرایط محیطی لازم و هر گونه دوره پایداری/ تعادل لازم
- (h) توصیف روش اجرایی شامل:
- ضمیمه نمودن علائم شناسایی، دستکاری، انتقال، نگهداری و تهیه اقلام آزمون
 - بازبینی های لازم قبل از شروع کار
 - بازبینی عملکرد صحیح دستگاه و در صورت نیاز کالیبراسیون و تنظیم تجهیز قبل از استفاده
 - مدت ثبت مشاهدات و نتایج
 - هر اقدام ایمنی مشاهده شده
 - (i) معیارها و یا الزامات رد یا تأیید
 - (j) ثبت داده‌ها و متد آنالیز و نمایش آن
 - (k) عدم قطعیت یا روش اجرایی تخمین عدم قطعیت
- (ix) متدهای شامل مقیاس زمانی معین برای بازنگری

A.5 واکنشگرها و استانداردهای اندازه‌گیری (شامل مواد مرجع)

- (i) آزمایشگاه دارای برنامه و روش‌های اجرایی برای کالیبراسیون استانداردهای اندازه‌گیری است. روش‌های اجرایی باید شامل معیارهای پذیرش باشند.
- (ii) استانداردهای اندازه‌گیری توسط نهادی که می‌تواند قابلیت ردیابی را فراهم کند، کالیبره می‌شوند.
- (iii) یک استاندارد اندازه‌گیری تنها برای یک هدف استفاده می‌شود (برای مثال، کالیبراسیون یا بازبینی عملکرد).
- (iv) استانداردهای اندازه‌گیری قبل و بعد از هر تنظیم کالیبره می‌شوند.
- (v) بازبینی‌های حفظ اطمینان از وضعیت کالیبراسیون استانداردهای مرجع، اولیه، انتقالی یا کاری و RMها باید براساس روش‌های اجرایی و برنامه‌های تعریف شده انجام شوند.
- (vi) استانداردهای اندازه‌گیری لازم برای آزمایش‌ها به راحتی در دسترس هستند.
- (vii) استانداردهای اندازه‌گیری دارای گواهی بوده و یا «بهترین» استاندارد موجود می‌باشند.
- (viii) تهیه استانداردهای اندازه‌گیری کاری و واکنشگرها مستندسازی شده است.
- (ix) مقادیر ویژگی RMها هر جا که امکان داشته باشد قابل ردیابی به واحدهای اندازه‌گیری سیستم SI یا به مقادیر ویژگی CRMهای مناسب می‌باشند. RMهای تهیه شده در سازمان تا آنجا که از لحاظ فنی و اقتصادی عملی است بازبینی می‌شوند.
- (x) استانداردهای اندازه‌گیری، RMها و واکنشگرها برچسب داشته و به طور صحیح نگهداری می‌شوند.
- (xi) بچ‌های جدید استانداردهای اندازه‌گیری و واکنشگرهای بحرانی عملکرد متد، در برابر بچ‌های قدیمی و قبل از استفاده مقایسه می‌شوند.
- (xii) گرید صحیح مواد استفاده شده در آزمایش‌ها مشخص است.
- (xiii) هر جا که استانداردهای اندازه‌گیری دارای گواهی باشند، کپی‌های گواهی‌ها برای بازرسی در دسترس هستند.

A.6 کنترل کیفیت

- (i) سطح مناسبی از QC برای هر متد وجود دارد.
- (ii) نمونه‌های بازبینی QC توسط روش‌های اجرایی معین و تعداد دفعات مشخص تست شده و سابقه به روز نتایج و اقدامات انجام شده در جایی که نتایج از حدود عمل فراتر رفته‌اند وجود دارد.
- (iii) جایی که از چارت‌های کنترل استفاده می‌شود، عملکرد درون معیارهای پذیرش حفظ شده است.
- (iv) نتایج حاصل از آنالیز مجدد و تصادفی نمونه‌ها، معیار قابل قبول توافق با آنالیزهای اصلی را نشان می‌دهد.
- (v) هر جا که داده‌های QC آنالیز شده خارج از معیار از قبل تعریف شده قرار گیرند، اقدام برنامه‌ریزی شده جهت تصحیح مشکل و جلوگیری از گزارش نتایج غلط وجود دارد.
- (vi) عملکرد در طرح‌های PT و یا مقایسه‌های بین آزمایشگاهی رضایت‌بخش است و نکته برجسته‌ای که به مشکلات بالقوه اشاره کند مشاهده نمی‌شود.
- (vii) سیستم کارآمد مناسبی برای ایجاد ارتباط بین عملکرد PT و QC روزانه وجود دارد.

A.7 دستکاری اقلام آزمایشی

- (i) یک سیستم مستند کارآمد برای دریافت اقلام آزمون، شناسایی اقلام آزمون در برابر آنالیزهای درخواستی، پیشرفت آنالیز، صدور گزارش‌ها و ردیابی سرنوشت اقلام آزمون وجود دارد.
- (ii) اقلام آزمون به طور صحیح برچسب گذاری شده و نگهداری می‌شوند.
- (iii) هنگام دریافت، سوابق مربوط به غیر نرمال بودن حالت نمونه یا فاصله گرفتن آن از شرایط نرمال یا شرایط خاص، بر اساس متد آزمون نگهداری می‌شوند.
- (iv) آزمایشگاه دارای روش‌های اجرایی و امکانات مناسب برای جلوگیری از خطر خراب‌شدگی، آفت یا آسیب به اقلام آزمون هنگام انبارش، جابجایی و تهیه نمونه است.
- (v) شرایط نگهداری اقلام آزمون پایش و ثبت می‌شوند.

A.8 سوابق

- (i) برگه‌های کاری یا دفترچه‌ها یا سایر یادداشت‌هایی که تاریخ آزمون، نام تجزیه‌گر، آنالیت(ها)، جزئیات نمونه، مشاهدات آزمایش، QC، تمامی محاسبات خام و خروجی دستگاهی مرتبط (برای مثال کروماتوگرام‌ها)، داده‌های خام و داده‌های کالیبراسیون مرتبط را نشان می‌دهند، وجود دارند.
- (ii) برگه‌های کاری یا دفترچه‌ها پاک نشده و بجای پاک کردن یا امحای خطاها روی آنها خط کشیده شده و سوابق توسط تجزیه‌گرها امضا می‌شوند.
- (iii) جایی که اشتباه تصحیح می‌شود، تغییر انجام شده قابل ردیابی به شخص تصحیح‌کننده است.
- (iv) آزمایشگاه دارای روش‌های اجرایی برای بازبینی انتقال داده‌ها و محاسبات و استفاده از آنها است.
- (v) مشاهدات، داده‌ها و محاسبات هنگام اندازه‌گیری ثبت می‌شوند.
- (vi) در مورد سوابقی که به شکل الکترونیکی ذخیره می‌شوند، آزمایشگاه دارای اقدامات کافی برای اجتناب از دستکاری یا تغییر یا از دست رفتن داده‌های اولیه است.

A.9 گزارش‌های آزمون

- (i) گزارش آزمون که اطلاعاتی را درباره نتیجه یا نتایج آزمون فراهم می‌کند، روشن، دقیق و صریح بوده و ابهامی ندارد.
- (ii) اطلاعات ارائه شده در گزارش‌ها مطابق با الزامات استاندارد و مشتری بوده و تمام شرایط ذکر شده در متد مستند را برآورده می‌کنند.

(iii) گزارش آزمون شامل موارد زیر است:

- (a) عنوان
- (b) نام و آدرس آزمایشگاه
- (c) شناسایی منحصر به فرد گزارش آزمون در هر صفحه و شناسایی آشکار پایان گزارش آزمون یا گواهی کالیبراسیون
- (d) نام و آدرس مشتری
- (e) شناسایی متد استفاده شده و هر جا که مناسبت داشته باشد ارجاع به یک استاندارد بین‌المللی
- (f) توصیف شرایط و شناسایی بدون ابهام اقلام آزمایشی یا کالیبره شده
- (g) تاریخ دریافت اقلام آزمون و تاریخ اجرای آزمون
- (h) ارجاع به برنامه نمونه‌برداری یا روش اجرایی نمونه‌برداری و توصیف دقیق اینکه آیا نمونه‌برداری از سوی آزمایشگاه یا نهاد دیگر انجام شده یا خیر
- (i) نتایج آزمون با تعداد صحیح ارقام با معنی و هر جا که مناسبت داشته باشد واحدهای اندازه‌گیری
- (j) نام، سمت، امضا و یا دیگر روش‌های شناسایی معادل مربوط به اشخاص مجاز صادرکننده گزارش آزمون یا گواهی کالیبراسیون
- (k) هر جا که مناسبت داشته باشد، بیان این واقعیت که نتایج تنها به اقلام آزمایشی یا کالیبره شده مربوط می‌باشند
- (iv) هر جا که کاربردی باشد، گزارش آزمون می‌بایست شامل بیان تخمین عدم قطعیت نتایج و ارائه دیدگاه‌ها و تفسیرها و اطلاعات اضافی دیگری باشد که ممکن است در متدهای خاص یا از سوی مشتری‌ها یا گروهی از مشتری‌ها درخواست شده باشد.
- (v) وقتی گزارش آزمون شامل نتایج آزمایش‌های اجرا شده توسط پیمانکاران فرعی باشد، نتایج باید به طور شفاف قابل شناسایی باشند.
- (vi) وقتی گزارش آزمون شامل نتایج بدست آمده از متدهای تایید صلاحیت شده باشد، علامت تایید صلاحیت مناسب می‌بایست گنجانده شود. می‌بایست به طور آشکار اشاره شود که آیا نتایج از متدهای تایید صلاحیت شده و یا تایید صلاحیت نشده بدست آمده‌اند یا خیر.

A.10 موارد متفرقه

- (i) روش‌های اجرایی مستند برای مدیریت درخواست‌ها، شکایت‌ها و نقص‌های سیستم وجود دارند.
- (ii) دلایل کافی برای انجام اقدام اصلاحی (در حالت بروز نقص در سیستم) و اقدامات پیشگیرانه وجود دارد. اثر بخشی هر دو حالت نیز ارزیابی می‌شود.
- (iii) نظامنامه کیفیت آزمایشگاه به روز بوده و در دسترس پرسنل مرتبط می‌باشد.
- (iv) روش‌های اجرایی مستند برای کارهای برون‌سپاری شده و تصدیق صلاحیت پیمانکاران فرعی وجود دارند.
- (v) ممیزی‌های عمودی بر روی نمونه‌های تصادفی (یعنی بازبینی‌های انجام شده روی نمونه، بررسی تمام روش‌های اجرایی مرتبط با آزمون از زمان گرفتن نمونه تا صدور گزارش، نگهداری نمونه و دفع آن) مشکلات خاصی را نشان نمی‌دهند.

پیوست B

کالیبراسیون دستگاهی و بازبینی‌های عملکرد

B.1 هدف کالیبراسیون دوره‌ای

- (i) بهبود تخمین انحراف، بین مقدار مرجع و مقدار بدست آمده با استفاده از دستگاه اندازه‌گیری (تصحیح)
- (ii) بهبود عدم قطعیت این انحراف در زمان استفاده از دستگاه
- (iii) و تایید اینکه در این دوره تغییری در دستگاه اندازه‌گیری وجود نداشته که درباره نتایج بدست آمده شک و تردید ایجاد کند.

B.1.1 آزمایشگاه قبل از ایجاد دوره‌های کالیبراسیون باید نسبت به نکات زیر آگاهی داشته باشد:

- (i) ماکسیمم خطای مجاز (mpe) که دستگاه می‌تواند اندازه‌گیری‌ها را اجرا کند.
- (ii) فاکتورهای مرتبط با دستگاه، رانش و خرابی احتمالی و پیشنهادهای سازنده.
- (iii) میزان استفاده از دستگاه اندازه‌گیری، شدت شرایط محیطی (رطوبت، دما) و سطح تخصص پرسنل استفاده‌کننده از دستگاه اندازه‌گیری.
- (iv) روند داده‌های بدست آمده از سوابق کالیبراسیون قبلی.
- (v) نسبت هزینه/سود

B.1.2 در جدول B.1 راهنمای کالیبراسیون تجهیزاتی که به طور معمول در آزمایشگاه‌های تجزیه استفاده می‌شوند همینطور کالیبراسیون دستگاه‌های وابسته به آنها ارائه شده است. جدول B.2 راهنمای صحت‌گذاری تجهیزات و تصدیق عملکرد را ارائه می‌کند. پیشنهادات جامع‌تر در نوشته‌های علمی [۷۱] و دفترچه راهنمای تجهیزات در دسترس می‌باشند.

جدول B.1 راهنمای کالیبراسیون و بازبینی‌های کالیبراسیون تجهیزات آزمایشگاهی

اطلاعات صرفاً جهت راهنمایی بوده و تعداد دفعات می‌تواند بر مبنای نیاز، نوع و عملکرد قبلی دستگاه برنامه‌ریزی شود.

نوع تجهیز	الزام	دفعات پیشنهادی
ترازوها	کالیبراسیون با قابلیت ردیابی کامل	در ۳ سال اول، سالانه، و بعدها بر مبنای رضایت عملکرد با تعداد دفعات کمتر
وزنه‌های کالیبراسیون	کالیبراسیون با قابلیت ردیابی کامل	هر ۵ سال
وزنه(های) بازبینی	بازبینی در برابر وزنه کالیبره یا بازبینی روی ترازو بلافاصله بعد از کالیبراسیون قابل ردیابی	هر ۲ سال
ظروف شیشه‌ای حجم‌سنجی	کالیبراسیون وزن‌سنجی تا تولرانس مورد نیاز	سالانه
پیتورها / پیپت‌ها	کالیبراسیون با قابلیت ردیابی کامل	سالانه
هیدرومترهای کاری	کالیبراسیون تک‌نقطه‌ای در برابر هیدرومتر مرجع	سالانه
هیدرومترهای مرجع	کالیبراسیون تک‌نقطه‌ای با استفاده از استاندارد اندازه‌گیری با وزن مخصوص معلوم	۵ سال
بارومترها	تک‌نقطه‌ای	۵ سال
ترمومترهای مرجع (مایع در شیشه)	کالیبراسیون مجدد با قابلیت ردیابی کامل تک‌نقطه (برای مثال، بازبینی نقطه یخ)	هر ۵ سال سالانه
ترموکوپل‌های مرجع	کالیبراسیون مجدد با قابلیت ردیابی کامل	هر ۳ سال
ترمومترهای کاری و ترموکوپل‌ها	بازبینی در برابر ترمومتر مرجع در گستره دمایی کاری یا در نقطه یخ	سالانه

نکته: بعضی از دستگاه‌ها به طور نرمال در آزمایشگاه کالیبراسیون دارای تایید صلاحیت کالیبره شده و حداقل می‌بایست نتایج قابل ردیابی به استانداردهای اندازه‌گیری ملی تولید کنند.

جدول B.2 راهنمای صحت‌گذاری تجهیزات و تصدیق عملکرد

اطلاعات صرفاً جهت راهنمایی بوده و تعداد دفعات می‌تواند بر مبنای نیاز، نوع و عملکرد قبلی دستگاه برنامه‌ریزی شود.

دفعات پیشنهادی	الزام	نوع تجهیز
روزانه / هر بار استفاده	بازبینی صفر، خواندن در برابر بازبینی	ترازوها
به طور منظم (که می‌تواند بر اساس تعداد دفعات و طبیعت استفاده تعریف شود)	بازبینی صحت و دقت حجم تحویلی با روش وزن‌سنجی	پیتورها / پیت‌ها
الف) در آغاز، به صورت دوره‌ای، در تعداد دفعات مستندشده و پس از تعمیر / اصلاح ب) روزانه / هر بار استفاده	الف) ایجاد دمای پایدار و یکنواخت ب) پایش دما	تجهیزات کنترل دما
سالانه	بازبینی در برابر سیگنال زمانی ملی	زمان‌سنج‌ها
روزانه / هر بار استفاده	تنظیم با استفاده از حداقل دو بافر با کیفیت مناسب	pH مترها

B.2. جنبه‌های مختلف دستگاهی که در ادامه می‌آیند، ممکن است بسته به متد، نیاز به بازبینی داشته باشند:

B.2.1 تجهیزات کروماتوگرافی:

- (i) بازبینی‌های کلی سیستم، دقت تزریق‌های تکراری نمونه، اثرات آلودگی احتمالی منتقل شده
- (ii) عملکرد ستون (ظرفیت، تفکیک‌پذیری، زمان بازداری)
- (iii) عملکرد دکتور (خروجی، پاسخ، نویز، رانش، گزینش‌پذیری، خطی بودن)
- (iv) سیستم حرارتی و ترموستات (درستی، دقت، پایداری، ویژگی‌های تابع شیب (رمپ))
- (v) اتوسمپلر (درستی و دقت روتین‌های زمانی).

B.2.2 کروماتوگراف‌های یونی و مایع:

- (i) ترکیب فاز متحرک
- (ii) سیستم تحویل فاز متحرک (فشار، دقت، درستی، فاقد پالس)

B.2.3 سیستم‌های الکترودی نظیر هدایت سنج، pH متر و الکترودهای یون‌گزین:

- (i) رانش الکتروود یا کاهش پاسخ
- (ii) بازبینی‌های شیب و نقطه ثابت با استفاده از استانداردهای اندازه‌گیری شیمیایی.

B.2.4 ابزارهای گرمایشی/سرمايشی مثل فریز درایرها، فریزرها، کوره‌ها، استریلایزر هوای داغ، انکوباتورها، ابزارهای نقطه ذوب و جوش، حمام‌های روغن، آون‌ها، استریلایزرهای بخار و حمام‌های آب

- (i) کالیبراسیون دوره‌ای سیستم‌های حسگر دما با استفاده از ترمومتر کالیبره شده مناسب یا پیروپروب
- (ii) پایداری حرارتی
- (iii) نرخ‌ها و سیکل‌های حرارتی/سرمايشی
- (iv) گرادبان‌های دمایی آون‌ها و کوره‌ها
- (v) قابلیت دسترسی و حفظ فشار یا خلا.

B.2.5 اسپکترومترها و اسپکتروفوتومترها نظیر جذب اتمی، فلوریمتری، نشر نوری پلاسمای کوپل شده القایی، مادون قرمز، لومینسانس، جرمی، رزنانس مغناطیسی هسته‌ای، مرئی/ماوراء بنفش و فلورسانس پرتو X:

- (i) درستی، دقت و پایداری طول موج انتخابی
- (ii) پایداری منبع
- (iii) عملکرد دتکتور (تفکیک‌پذیری، گزینش‌پذیری، پایداری، خطی بودن، درستی، دقت)
- (iv) نسبت سیگنال به نویز
- (v) کالیبراسیون دتکتور (جرم، طول موج، فرکانس، جذب، عبور، پهنای باند، شدت و...)
- (vi) اندیکاتورها و کنترلرهای دمای داخلی، هر جا که کاربرد داشته باشد.

B.2.6 میکروسکوپ‌ها:

- (i) قدرت تفکیک
- (ii) عملکرد تحت شرایط نوری متفاوت (فلورسانس، پلاریزاسیون و غیره)
- (iii) کالیبراسیون شطرنجی (برای اندازه‌گیری طول).

B.2.7 اتوسمپلرها:

- (i) درستی و دقت سیستم‌های زمان‌بندی
- (ii) قابلیت اطمینان برنامه‌های تعیین ترتیب
- (iii) درستی و دقت سیستم‌های تحویل نمونه.

کتاب‌شناسی

برای مشاهده مراجع مرتبط با کیفیت در اندازه‌گیری تجزیه لطفاً به فهرست مطالب خواندنی Reading List تحت آیت‌م منوی Publications در وبسایت یوراکم به آدرس www.eurachem.org مراجعه کنید.

1. Eurachem/CITAC Guide CG2: Quality assurance for research and development and non-routine analysis (1998). Available from www.eurachem.org.
2. ISO/IEC 17025:2005, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories, ISO, Geneva (2005).
3. ISO 15189:2012, Medical laboratories – Requirements for quality and competence, ISO, Geneva (2012).
4. ISO 15195:2003, Laboratory medicine – Requirements for reference measurement laboratories, ISO, Geneva (2003).
5. ISO 9001:2015, Quality management systems – Requirements, ISO, Geneva (2015).
6. Directive 2004/10/EC of the European Parliament and of the Council of 11 February 2004 on the harmonisation of laws, regulations and administrative provisions relating to the application of the principles of good laboratory practice and the verification of their applications for tests on chemical substances (codified version), Official Journal of the European Union, L 50/44, 20.2.2004.
7. Commission Directive 2003/94/EC of 8 October 2003 laying down the principles and guidelines of good manufacturing practice in respect of medicinal products for human use and investigational medicinal products for human use, Official Journal of the European Union, L 262/22, 14.10.2003.
8. ISO/IEC 17000:2004, Conformity assessment – Vocabulary and general principles, ISO, Geneva (2004).
9. ISO 9000:2015, Quality management systems – Fundamentals and vocabulary, ISO, Geneva (2015).
10. International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM), (JCGM 200:2012, www.bipm.org. A previous version is published as ISO/IEC Guide 99:2007, ISO, Geneva (2007).
11. V. J. Barwick and E. Prichard (eds.) Eurachem Guide: Terminology in analytical measurement – Introduction to VIM 3 (2011). ISBN 978-0-948926-29-7. Available from www.eurachem.org.
12. B. Magnusson and U. Örnemark (eds.) Eurachem Guide: The fitness for purpose of analytical methods – A laboratory guide to method validation and related topics (2nd ed. 2014). ISBN 978-91-87461-59-0. Available from www.eurachem.org.
13. S. L. R. Ellison, A. Williams (eds.), Eurachem/CITAC Guide CG4: Quantifying uncertainty in analytical measurement, (3rd ed. 2012). ISBN 978-0-948926-30-3. Available from www.eurachem.org.
14. S. L. R. Ellison, B. King, M. Rösslein, M. Salit, A. Williams (eds.), Eurachem/CITAC Guide: Traceability in chemical measurement. A guide to achieving comparable results in chemical measurement, (1st ed. 2003). Available from www.eurachem.org.
15. I. Kuselman, F. Pennecchi, IUPAC/CITAC Guide: Classification, modelling and quantification of human errors in a chemical analytical laboratory (IUPAC Technical Report), Pure Appl. Chem., 88(5), 477-515 (2016).
16. Regulation (EC) No 765/2008 of the European Parliament and of the Council of 9 July 2008 setting out the requirements for accreditation and market surveillance relating to the marketing of products and repealing Regulation (EEC) No 339/93, Official Journal of the European Union, L 218/30, 13.8.2008.
17. ISO/IEC 17011:2004, Conformity assessment – General requirements for accreditation

- bodies accrediting conformity assessment bodies, ISO, Geneva (2004).
18. ILAC G18:04/2010, Guideline for the formulation of scopes of accreditation for laboratories, ILAC (2010). Available from www.ilac.org.
 19. LAB 39, UKAS Guidance on the implementation and management of flexible scopes of accreditation within laboratories, UKAS (2004). Available from www.ukas.com.
 20. EA-2/15 M:2008, EA Requirements for the accreditation of flexible scopes, EA (2008). Available from www.european-accreditation.org.
 21. M. H. Ramsey and S. L. R. Ellison (eds.), Eurachem/EUROLAB/CITAC/Nordtest/AMC Guide: Measurement uncertainty arising from sampling: a guide to methods and approaches, Eurachem (2007). ISBN 978-0-948926-26-6. Available from www.eurachem.org.
 22. Commission Regulation (EC) No 333/2007 of 28 March 2007 laying down the methods of sampling and analysis for the official control of the levels of lead, cadmium, mercury, inorganic tin, 3-MCPD and benzo(a)pyrene in foodstuffs, Official Journal of the European Union, L 88/29, 29.3.2007.
 23. W. Horwitz, Nomenclature for sampling in analytical chemistry (IUPAC Recommendations 1990), (Pure Appl. Chem., 62(6), 1193-1208 (1990).
 24. P. de Zorzi, S. Barbizzi, M. Belli, G. Ciceri, A. Fajgelj, D. Moore, U. Sansone, M. van der Perk, Terminology in soil sampling (IUPAC Recommendations 2005), Pure Appl. Chem., 77(5), 827-841 (2005).
 25. ISO 3951-1:2013, Sampling procedures for inspection by variables – Part 1: Specification for single sampling plans indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection for a single quality characteristic and a single AQL, ISO, Geneva (2013).
 26. ISO 3951-2:2013, Sampling procedures for inspection by variables – Part 2: General specification for single sampling plans indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection of independent quality characteristics, ISO, Geneva (2013).
 27. ISO 3951-3:2007, Sampling procedures for inspection by variables – Part 3: Double sampling schemes indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection, ISO, Geneva (2007).
 28. ISO 3951-4:2011, Sampling procedures for inspection by variables – Part 4: Procedures for assessment of declared quality levels, ISO, Geneva (2011).
 29. ISO 3951-5:2006, Sampling procedures for inspection by variables – Part 5: Sequential sampling plans indexed by acceptance quality limit (AQL) for inspection by variables (known standard deviation), ISO, Geneva (2006).
 30. ISO 2859-1:1999, Sampling procedures for inspection by attributes – Part 1: Sampling schemes indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection, ISO, Geneva (1999).
 31. ISO 2859-2:1985, Sampling procedures for inspection by attributes – Part 2: Sampling plans indexed by limiting quality (LQ) for isolated lot inspection, ISO, Geneva (1985).
 32. ISO 2859-3:2005, Sampling procedures for inspection by attributes – Part 3: Skip-lot sampling procedures, ISO, Geneva (2005).
 33. ISO 2859-4:2002, Sampling procedures for inspection by attributes – Part 4: Procedures for assessment of declared quality, ISO, Geneva (2002).
 34. ISO 2859-5:2005, Sampling procedures for inspection by attributes – Part 5: System of sequential sampling plans indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection, ISO, Geneva (2005).
 35. ISO 2859-10:2006, Sampling procedures for inspection by attributes – Part 10: Introduction to the ISO 2859 series of standards for sampling for inspection by attributes, ISO, Geneva (2006).
 36. Official Medicine Control Laboratories (OMCL) Network of the Council of Europe. Qualification of equipment. PA/PH/OMCL (08) 73 2R Core document and Annexes. Available from <https://www.edqm.eu/en/quality-management-guidelines-86.html>.
 37. ISO 10012:2003, Measurement management systems – Requirements for measurement processes and measuring equipment, ISO, Geneva (2003).

38. ISO 31000:2009, Risk management – Principles and guidelines, ISO, Geneva (2009).
39. ISO Guide 73:2009, Risk management – Vocabulary, ISO, Geneva (2009).
40. ISO 31010:2009 Risk management – Risk assessment techniques, ISO, Geneva (2009).
41. P. De Bievre, R. Dybkaer, A. Fajgelj, D. Brynn Hibbert, Metrological traceability of measurement results in chemistry: Concepts and implementation (IUPAC Technical Report), Pure Appl. Chem., (83)10, 1873-1935 (2011).
42. ILAC P10:01/2013, ILAC Policy on the traceability of measurements results, ILAC (2013). Available from www.ilac.org.
43. B. Magnusson, T. Näykki, H. Hovind, M. Krysell, Handbook for calculation of measurement uncertainty in environmental laboratories, Nordtest Report TR 537 (ed. 3.1 2012). Available from www.nordtest.info.
44. M. Thompson, S. Ellison, A. Fajgelj, P. Willetts, R. Wood, Harmonised guidelines for the use of recovery information in analytical measurements, Pure Appl. Chem., 71(2) 337-348 (1999).
45. ISO 5725-1:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 1 :General principles and definitions, ISO, Geneva (1994).
46. ISO 5725-2:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2 :Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method, ISO, Geneva (1994).
47. ISO 5725-3:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 3 :Intermediate measures of the precision of a standard measurement method, ISO, Geneva (1994).
48. ISO 5725-4:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 4 :Basic methods for the determination of the trueness of a standard measurement method, ISO, Geneva (1994).
49. ISO 5725-5:1998, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 5 :Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method, ISO, Geneva (1998).
50. ISO 5725-6:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 6: Use in practice of accuracy values, ISO, Geneva (1994).
51. Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM), JCGM 100:2008 (corrected version 2010), www.bipm.org. Printed as ISO/IEC Guide 98-3:2008, ISO, Geneva (2008).
52. EA-4/16 G:2003, EA guidelines on the expression of uncertainty in quantitative testing, EA (2003). Available from www.european-accreditation.org.
53. Measurement uncertainty revisited, Technical Report 1/2007, Eurolab (2007). Available from www.eurolab.org.
54. ISO 21748:2010, Guide to the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation, ISO, Geneva (2010).
55. ISO 80000-1:2009, Quantities and units – Part 1: General, ISO, Geneva (2009).
56. I. Kuselman, F. Pennechi, C. Burns, A. Fajgelj, P. de Zorzi, IUPAC/CITAC Guide: Investigating out-of-specification test results of chemical composition based on metrological concepts (IUPAC Technical Report), Pure Appl. Chem., 84(9), 1939-1971 (2012).
57. ISO 78-2:1999, Chemistry – Layouts for standards – Part 2: Methods of chemical analysis, ISO, Geneva (1999).
58. W. J. Youden, E. H. Steiner, Statistical Manual of the AOAC, AOAC International (1975). ISBN 0-935584-15-3.
59. Commission Decision of 12 August 2002 implementing Council Directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and the interpretation of results, Official Journal of the European Union, L221/8, 17.8.2002.

60. ISO 11095:1996, Linear calibration using reference materials, ISO, Geneva (1996).
61. ISO Guide 35:2006, Reference materials – General and statistical principles for certification, ISO, Geneva (2006).
62. Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments, EURAMET Calibration Guide No. 18 Version 4.0 (11/2015).
63. ISO 8655-1:2002, Piston-operated volumetric apparatus – Part 1: Terminology, general requirements and user recommendations, ISO, Geneva (2002).
64. ISO 8655-2:2002, Piston-operated volumetric apparatus – Part 2: Piston pipettes, ISO, Geneva (2002).
65. ISO 8655-3:2002, Piston-operated volumetric apparatus – Part 3: Piston burettes, ISO, Geneva (2002).
66. ISO 8655-4:2002, Piston-operated volumetric apparatus – Part 4: Dilutors, ISO, Geneva (2002).
67. ISO 8655-5:2002, Piston-operated volumetric apparatus – Part 5: Dispensers, ISO, Geneva (2002).
68. ISO 8655-6:2002, Piston-operated volumetric apparatus – Part 6: Gravimetric methods for the determination of measurement error, ISO, Geneva (2002).
69. ISO 8655-7:2005, Piston-operated volumetric apparatus – Part 7: Non-gravimetric methods for the assessment of equipment performance, ISO, Geneva (2005).
70. ISO Guide 33:2015, Reference materials – Good Practice in using reference materials, ISO, Geneva (2015).
71. OIML D 10/ILAC-G24, 2007, Guidelines for the determination of calibration intervals of measuring instruments, ILAC (2007). Available from www.ilac.org.
72. ISO 4787:210, Laboratory glassware – Volumetric instruments – Methods for testing of capacity and for use, ISO, Geneva (2010).
73. ISO Guide 30:2015, Reference materials – Selected terms and definitions, ISO, Geneva (2015).
74. ISO Guide 31:2015, Reference materials – Contents of certificates, labels and accompanying documentation, ISO, Geneva (2015).
75. ISO 17034:2016, General requirements for the competence of reference material producers, ISO, Geneva (2016).
76. ISO Guide 80:2014, Guidance for the in-house preparation of quality control materials (QCMs), ISO, Geneva (2014).
77. CLSI. Characterization and qualification of commutable reference materials for laboratory medicine: Approved guideline. CLSI document EP30-A, Clinical and Laboratory Standards Institute (2010). ISBN 1-56238-726-X.
78. Compendium of analytical nomenclature (IUPAC orange book). Available from www.iupac.org.
79. M. Thompson, R. Wood, Harmonised guidelines for internal quality control in analytical chemistry laboratories, (IUPAC technical report), Pure Appl. Chem., 67(4), 649-666 (1995).
80. H. Hovind, B. Magnusson, M. Krysell, U. Lund, and I. Mäkinen, Internal quality control – Handbook for chemical laboratories, Nordtest technical report 569, (4th ed. 2011). Available from www.nordtest.info.
81. ISO 7870-1:2014, Control Charts – Part 1: General guidelines, ISO, Geneva (2014).
82. ISO 7870-2:2013, Control Charts – Part 2: Shewhart control charts, ISO, Geneva (2013).
83. ISO 7870-3:2012, Control Charts – Part 3: Acceptance control charts, ISO, Geneva (2012).
84. ISO 7870-4:2011, Control Charts – Cumulative sum charts, ISO, Geneva (2011).
85. ISO 7870-5:2014, Control Charts – Specialized control charts, ISO, Geneva (2014).
86. AMC technical brief No. 9, Feb 2002, M. Thompson (ed.), A simple fitness-for-purpose control chart based on duplicate results obtained from routine test materials. Available from www.rsc.org.
87. ISO/TS 13530:2009, Water quality – Guidance on analytical quality control for chemical and physicochemical water analysis, ISO, Geneva (2009).
88. ISO/IEC 17043:2010, Conformity assessment – General requirements for proficiency testing, ISO Geneva, (2010).

89. ISO 13528:2015, Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison, ISO, Geneva, 2015.
90. I. Mann, B. Brookman (eds.), Eurachem Guide: Selection, use and interpretation of proficiency testing (PT) schemes by laboratories, (2nd ed. 2011). Available from www.eurachem.org.
91. EA-4/18 INF:2010, Guidance on the level and frequency of proficiency testing participation, EA (2010). Available from www.european-accreditation.org.
92. I. Kuselman, A. Fajgelj, IUPAC/CITAC Guide: Selection and use of proficiency testing schemes for a limited number of participants – chemical analytical laboratories (IUPAC Technical Report), Pure Appl. Chem., 82(5),1099-1135 (2010).
93. Eurolab Technical Report No. 2/2006, Guidance for the management of computers and software in laboratories with reference to ISO/IEC 17025/2005, Eurolab (2006). Available from www.eurolab.org.
94. ISO 19011:2011, Guidelines for auditing management systems, ISO, Geneva (2011).

Guide to Quality in Analytical Chemistry

An Aid to Accreditation

Third Edition - 2016