



שאלת כיול פנימי ואי וודאות הבדיקה במעבדות בדיקה

דריזין

לעקיבות במעבדות בדיקה

מערכות מדידה וערכי חומר הייחוס המשמשים לביצוע בדיקות, טעונים כיול אם הערכים המופקים בעזרתם משפיעים על איכות התוצאות המתקבלות. ריטים אשר אין להם השפעה על איכות התוצאות. בתחומים שונים נעזרות לעתים קרובות במכשירי מדידה אשר מכילים במעבדה עצמה ולא במעבדה חיצונית שנותנת שירותי כיול. לדוגמא, מד גרעיני, פיפטורים ומשורות למדידת נפח. זמינות שירות הכיול, מחיר, הצורך לבצע כיול לעתים קרובות וכו' לעיל אשר מתבצעת במעבדת בדיקה נקראת **כיול פנימי**. אנליטיים ייעודיים כגון MS-GC, GC, HPLC נעשים באמצעות חומרי הייחוס. כיולים אלו נבדקים על-ידי הרשות כחלק משיטות הבדיקה. **לכיול פנימי אינן חלות על הכיולים המתבצעים באמצעות חומרי הייחוס למכשירים אנליטיים**. אשר מבצעות בדיקות ונעזרות במכשירים שעברו כיול פנימי, לצורך ביצוע בדיקות במסגרת ההסמכה, נדרשות לעבור הסמכה לכיול פנימי. הסמכה לכיול פנימי באה בעקבות תקן ISO/IEC 17025 אשר נותן משנה תוקף לנושא עקיבות הכיול. של המעבדה תקיף את נושא הכיולים הפנימיים. מעבדת בדיקה יכולה להיות מוסמכת לחלק מהכיולים להם היא זקוקה. שיש לה מערך כיולים פנימיים ואשר מעוניינת לקבל הסמכה לכך, תגיש בקשה להסמכה/להרחבה בהתאם לנוהלי הרשות הרלבנטיים למעבדות כיול בור הסמכה. ה לכיול פנימי תוכל לשרת את עצמה אך לא תהיה מוסמכת למתן שירותי כיול ללקוחות חוץ. שאין להן הסמכה לכיול פנימי נדרשות לכייל את מכשיריהן, טעוני הכיול, במעבדות המוסמכות לכיול הרלבנטי, על-מנת לעמוד בדרישות הרשות

נדרשת לכל שיטות הכיול הפנימי, כמו גם לכל שיטות הבדיקה, כאשר ישם. יכותרות, כאשר לא מתקבלת תוצאה כמותית, לא ניתן לחשב אי וודאות התוצאה, אך ניתן ויש לחשב את סיכוי הגילוי וסיכוי קבלת תוצאת שווא (False (positive and). רש מהמעבדה דיוק גבוה. דרישות הרשות בנושא אי הוודאות מתייחסות לדרך ההערכה ושיטת הדיווח בלבד. המעבדה קובעת לעצמה את רמת אי נ לה הבטחת עקיבות המדידות ולניתוח אי הוודאות של שיטות הבדיקה אותן היא מבצעת. ריכה לערוך ולעגן בנהליה את השיטות לחישוב אי הוודאות לכל הכיולים הפנימיים ולכל הבדיקות שבהיקף ההסמכה, במגבלות האמורות לעיל. תכלול את ערכי אי-הוודאות של הבדיקה בתעודות בדיקה, כאשר מתקיים אחד מהתנאים הבאים:

דאות רלוונטיות כדי להעניק תוקף לתוצאות הבדיקה, חות לקבלת ערכי אי וודאות, ות נדרשים על פי שיטת הבדיקה, משמשות להצהיר הצהרת תאימות.

מור ניתן למצוא באתר הרשות, במדור פרסומים:

עקיבות ואי וודאות בכימיה אנליטית

הרשות בנושא כיול למעבדות הבדיקה", 1-661003

הרשות בנושא עקיבות ואי וודאות במדידה", 1-661002

קייבות - נדבכים חשובים בקבלת החלטות

דריזין

ISO קובע כי על כל מעבדה מוסמכת להעריך את אי הוודאות של הבדיקות אותן היא מבצעת, כאשר הדבר ישם. התקן קובע גם כי גם כאשר אין נת אי הוודאות אין המעבדה פטורה מלנקוב בגורמי אי הוודאות ולנסות להעריך את תרומתם הכוללת. ות הגורמים המביאים לאי וודאות תורמת לשליטת המעבדה בתהליכי הבדיקה אותן היא מבצעת. לא אחת בחינת אי הוודאות גורמת לשינויים בתהליך ISO מחייב את המעבדות המוסמכות החל משנת 2002. יחד עם זאת במקרים רבים, בתחומים שונים, טעונים אנשי המעבדות כי הלקוח אינו מסוגל ר אי הוודאות ולפיכך, אין צורך להעריך אותו.

אומית להסמכת מעבדות התייחסו במבדיקהם לנושא. מדיניות הרשות היתה שלא להעניק הסמכה או הרחבה ללא ערך אי וודאות. השתתפה לאחרונה בצוות חקירה של אירוע שקרה באירופה וממחיש את ההכרח בהערכת אי הוודאות שהוא פועל יוצא מתיקוף שיטת הבדיקה התוצאות.

בחדש ללקיחת סמים לפני משחקים משמעותיים במסגרת תחרויות בינלאומיות או אולימפיות. מזמיני הבדיקות הם הוועד האולימפי, ארגון הכדורגל בינלאומיים לספורט. תבסמוך למשחקים, על ידי אחת מתוך כארבעים מעבדות המוכרות על ידי הוועד האולימפי. כל דגימה מחולקת לשני חלקים. השארית שאיננה נשמרת, חתומה לבדיקה נוספת. הבדיקה הנוספת מבוצעת במקרים בהם מתגלות שאריות סמים בדוגמא הראשונה. הוועד האולימפי עצמו מי שמכיר במעבדות בדיקה אלה. הוועד דרש כתנאי להכרתו, הסמכה על פי תקן ISO/IEC 17025. בשל ריבוי מקרים בהם הם של ספורטאים שטענו כי הוועד האולימפי השעה אותם שלא בדיון, החל לפעול ארגון מדעי (World Anti Doping Agency (WADA אשר מפקח על על ידי הוועד האולימפי. WADA פרסם לאחרונה מסמך דרישות מוגדרות ממעבדות אלה: דרישות ייחודיות המהוות פרשנות לדרישות הכלליות של ISO/IEC 17025. תוף פעולה הדוק בין WADA ל-ILAC. בשנת 2004 נחתם הסכם הבנות בין שני הארגונים. בודקים מקצועיים מארגוני הסמכה ברחבי העולם הודרכו אשר לדרישותיהם הייחודיות.

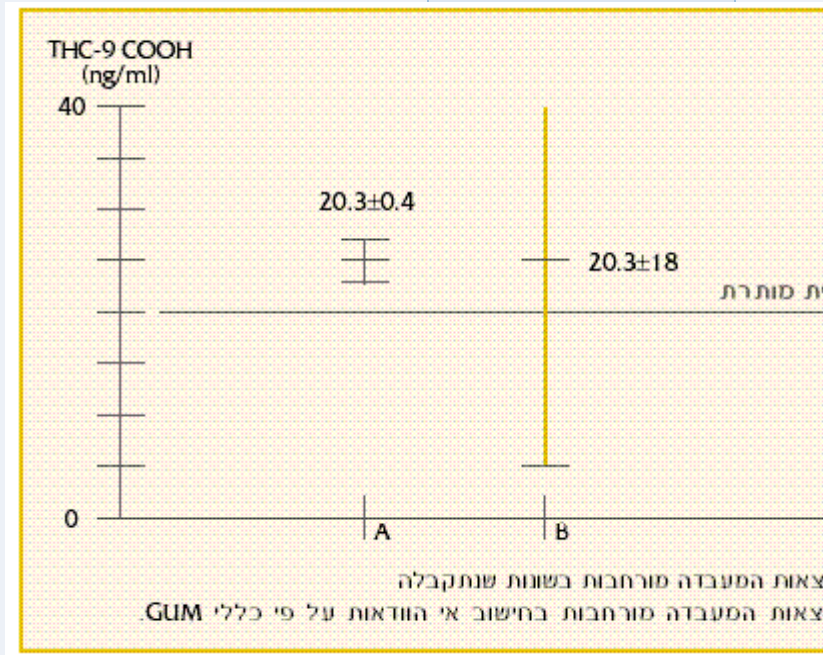
בשנת 2001, דוגמת שתן של ספורטאי אירופי נבדקה ונמצאו בה עקבות של THC (Cannabinoll-9-Carboxylic acid) שהוא תוצר פרוק של קנביס ש או המריחואנה. הסם אינו ממריץ. אם נצרך על ידי הספורטאי היה זה דווקא על מנת להרגיעו לפני המשחק או התחרות. ימפי - הרמה המרבית המותרת לחומר זה בשתן היא 15ng/ml. המעבדה הראשונה שבדקה את דוגמת השתן של הספורטאי, מצאה חומר זה בריכוז גמא הנוספת הובאה למעבדה אחרת ולאחר שהוסרה ממנה החותמת נבדקה במעמד כל הצדדים. במעבדה זו חזרו על הבדיקה 4 פעמים וממוצע ng/ml20 וסטיית התקן של ארבעת התוצאות היתה 0.4. ה על ידי ארגון הספורט אליו הוא שייך למשך שנה.

רטאי

ל החלטת ארגון הספורט, להשעות את הספורטאי, נשכר מומחה למטרולוגיה לבחון את עבודת המעבדה שהוסמכה בסוף שנת 2000 לפי ISO/IEC 17025 פורסם רק בסוף שנת 1999 וחייב את המעבדות המוסמכות החל מינואר 2002. יחד עם זאת הוענקה הסמכה זו, למעבדה האירופית, הוועד האולימפי.

של יועץ הספורטאי היו: י דרישות ISO/IEC 17025 מחויבת המעבדה לעבוד עם חומר ייחוס עקיב ליחידות SI. כאשר קיים חומר ייחוס מאושר (certified reference) להשתמש בו על מנת לספק תוצאות עקיבות ליחידות הבינלאומיות (SI). לאור העובדה שבדיקה זו משמשת בקביעת גורלות חייבים, לטענתו, מנת לקבל תוצאה בעלת ערך לקבלת החלטות. במקרה זה, NIST מוכרת חומר ייחוס מאושר של THC בשתן בארבעה ריכוזים המתאימים לתחום ng/ml, 11.7ng/ml, 24.1ng/ml ו-49.6ng/ml). המעבדה השתמשה בחומר ייחוס בלתי מאושר, רדיואקטיבי, ככיל פנימי (Internal standard). לפיכך, הספורטאי, כי תוצאות הבדיקות אינן עקיבות ליחידות הבינלאומיות כנדרש בתקן. עקיבות התוצאות הכרחית על מנת שניתן יהיה להשוותן לגבולות קיבות זאת מוטל השיפוט על סמך התוצאה בספק.

ISO/IEC 17025 דורש תיקוף של שיטת הבדיקה. לטענת בא כוח הספורטאי לא נמצא תיקוף מתאים ברשות המעבדה. Guide to the) (ISO/IEC 17025 דורש ממעבדה להעריך את אי הוודאות של המדידה. הערכה כזאת יכולה להיעשות באמצעות חישוב (על פי) expression of uncertainty in meas או באופן ניסויי באמצעות תיקוף המדידה. מדובר באי וודאות מורחבת הכוללת את כל מקורות אי הוודאות לים סטטיסטיים לקביעת ההסתברות שהתוצאה תהייה בטווח מסוים. מאידך, המעבדה האמורה חישה את השונות של ארבע החזרות שביצעה אך ון את כל גורמי אי הוודאות. על פי דעת המומחה, חשוב היה במקרה זה לחשב אי וודאות ולקבוע אותה בדרגת ביטחון של 99% (K = 3). לפיכך, על דאות במקרה זה היתה ng/ml18 והתוצאה שהיתה צריכה להינתן היתה ng/ml18±20.3.



יזלת שנת 2002. המעבדה קיבלה הסמכה לפי תקן ISO/IEC 17025 בסוף שנת 2000. באותם ימים דרש הועד האולימפי הסמכה ל- ISO/IEC 25 מוסמכות לפי ISO/IEC Guide 25 לא נדרשו לחשב אי וודאות מורחבת. נושא אי הוודאות הינו אחת מהתוספות החשובות של התקן החדש. ת ולתיקוף קיימות גם בתקן ISO/IEC Guide 25. מעבדות ברחבי העולם נתבקשו למלא אחר דרישות התקן החדש החל מינואר 2002. לפיכך בעת ואמורות ניתן היה לצפות כי התקן החדש יקום במלואו. יחד עם זאת יש לזכור כי הועד האולימפי לא דרש התאמה לתקן החדש. כמו כן לא נקבע על תיחוס לאי הוודאות במתן התוצאות על ידי המעבדה. בכל מקרה מזמין הבדיקה הוא הועד האולימפי ועליו חלה האחריות להבין את התוצאות ולבחון עומד בדרישות ממנו. באשר לנושא התיקוף, נטען על ידי המעבדה הבודקת כי השיטות הינן שיטות תקפות אשר מקורן בתקינה בינלאומית. לפיכך ניתן בתוקף. בנוסף נערך תיקוף לבדיקת סמים אחרים בשיטה דומה ולפיכך לא ביצעה המעבדה נסיונות תיקוף לבדיקה זו במיוחד.

נות בשיטת הבדיקה

כוללות דיגום, מיצוי וטיפול בדוגמא ולאחר מכן אנליזה וחישובים. מ כיל מקורות אי וודאות. כך למשל ניתן לערוך רשימת מקורות לאי וודאות כללית, לפי השלבים הבאים: הדוגמא, דרך הדיגום, שינוע הדוגמא, המיכל בו שומרים את הדוגמא ומצבה הפיזיקלי, הטמפרטורה והלחץ בו נשמרת הדוגמא. יהולים, ערבוב, ריכוז החומר בדוגמא, השפעת הבקר הפנימי על ריכוז החומר אותו מחפשים. אי הוודאות של ערך חומר הייחוס, כיול מכשיר המדידה ודיוקו. קולונת ההפרדה מדגימות קודמות, נקיון חמרי הגלם, הדירות המכשיר, התאמה בין חומר הייחוס לתווך בו נמדדת שארית הסם. ספרים, חישוב ממוצעים והאלגוריתם בו משתמשים לחישוב.

דדים, כאמור, הוא דרך ההערכה של אי הוודאות ורמת הביטחון בה היא נדרשת. ורמי אי הוודאות בידי בעלי מקצוע בתחום, ניתן להצביע מבין הגורמים שנמנו לעיל על אלה שתרומתם מכרעת (אם כי לא הגורמים היחידים

הייחוס המוסף לדוגמא
מר הייחוס לתווך בו נמדדת שארית הסם
זיידה
ערך חומר הייחוס
מר הנמדד לחומרים אחרים בתווך
בבחר לחישוב

כי למעבדה לא היתה הערכה לגורמי אי וודאות אלה. עם הועד האולימפי מה דרישותיו היום לגבי השימוש בערך אי וודאות. בתחילת 2004 פורסמו על WADA (World Anti Doping Agency), בה נוע עבור הועד האולימפי, דרישות מהמעבדות הבודקות. בדרישות אלה הובהר כי על המעבדה לחשב אי וודאות ברמת מובהקות של 95% (ולא 99% ח הספורטאי). אילו חושבה אי הוודאות ברמת מובהקות זו ונלקחה בחשבון בהחלטות הועד האולימפי, גם אז לא ניתן היה לקבוע בוודאות אם מים לפני פעילותו הספורטיבית.

צאות בעלות ערך לצורך קבלת החלטות:
בחומר ייחוס מאושר, בתווך מתאים לדוגמא הנבדקת.
שיטות הבדיקה כפי שמתאים לשימוש בתוצאה.

החלטות יש להעריך את אי הוודאות המורחבת של תוצאות הבדיקה. רמת הדיוק בהערכת אי הוודאות תלויה בשימוש שנעשה בתוצאות.
גליון מס' 19, ניסן תשס"ה, אפריל 2005