



**PLAN
BADANIA BIEGŁOŚCI / PORÓWNANIA
MIĘDZYLABORATORYJNEGO** *(niepotrzebne skreślić)*

NR 21/2013

prowadzonych przez Klub POLLAB – Sekcję

**Sekcja Chemiczna POLLAB-
CHEM/EURACHEM**

Uwaga: Uzupełniając poniższą tabelę należy wypełnić te obszary, które są istotne dla konkretnego PT/ILC lub wpisać „nie dotyczy” w przypadku wyłączenia.

Nazwa i adres organizatora badania biegłości	Klub Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB ul. Kłobucka 23A; 02-699 Warszawa
Imię i nazwisko, organizacja koordynatora i innych osób zaangażowanych w projektowanie i działanie programu badania biegłości	Halina Polkowska-Motrenko- koordynator Instytut Chemii i Techniki Jądrowej Dorodna 16, 03-195 Warszawa
Działania, które będą podzlecane oraz nazwy i adresy podwykonawców włączonych w realizację programu badania biegłości	Sterylizacja radiacyjna próbek zamkniętych szczelnie w pojemnikach PET, jest wykonywana w Stacji Sterylizacji Radiacyjnej ICHTJ. SSR posiada Certyfikat Systemu Zarządzania Jakością wydany przez PCBC, w zakresie projektowania i przeprowadzania procesu napromieniowania zgodnie z normą PN-EN ISO 13485:2005.
Kryteria uczestnictwa, które należy spełnić	Badanie biegłości ma charakter otwarty
Liczba i rodzaj oczekiwanych uczestników programu badania biegłości	8-12 laboratoriów, zajmujących się nieorganiczną analizą śladową
Wybór wielkości mierzonej (-ych) lub właściwości objętych badaniem biegłości, łącznie z informacją co uczestnicy mają identyfikować, mierzyć lub badać	Oznaczenie zawartości As, Cd, Cr, Cu, Hg, Pb, Se i Zn w suszonym materiale roślinnym: grzyby-maślak sitarz
Opis zakresu wartości lub właściwości, lub obydwu, spodziewanych dla obiektów badania biegłości	Zawartości oznaczanych pierwiastków mieszczą się w przedziale: 0,1-999 mg/kg.
Potencjalne główne źródła błędów występujących w odniesieniu do badania biegłości	1) Niejednorodność materiału do badań-eliminacja poprzez homogenizację materiału przez kilkunastogodzinne wymieszanie przed dozowaniem do pojemników 2) Błędy związane z wyznaczeniem wartości odniesienia i procedurami analizy statystycznej – eliminacja: wszystkie obliczenia matematyczne są wykonywane niezależnie przez dwie osoby
Wymagania dotyczące wytwarzania, nadzorowania jakości, magazynowania i dystrybucji obiektów badania biegłości	Próbki do badań są homogeniczne, szczelnie zamknięte. W celu zapewnienia trwałości materiału zostają poddane sterylizacji przez napromienienie wiązką elektronów w akceleratorze liniowym dawką 28 kGy.

Racjonalne środki zapobiegawcze w celu zapobieżenia zмовie pomiędzy uczestnikami lub fałszowaniu wyników oraz procedury, które będą uruchomione jeżeli mieć będzie miejsce podejrzenie zмовy lub fałszowania wyników.	Podczas trwania badania, laboratoria nie są informowane o innych uczestnikach porównania. Laboratoria eksperckie zapewniają niezależne wyznaczenie wartości przypisanych i tym samym zapobiega się zмовie. Ponadto laboratoria eksperckie zapewniają poufność prowadzonych analiz. W przypadku podejrzenia lub wykrycia fałszowania wyników lub zмовy, organizator zapewnia uruchomienie dodatkowych analiz badanego obiektu, które udowodnią, że wartości odniesienia są wyznaczone poprawnie.
Opis informacji, którą należy dostarczyć uczestnikom oraz harmonogram realizacji kolejnych etapów programu	Wzór formularza wysyłanego wraz z próbkami, do uczestników badania biegłości ROŚLINY 13 załączono jako załącznik A.
Częstość lub daty dystrybucji obiektów badań biegłości do uczestników, ostateczne terminy przekazania wyników przez uczestników i, jeżeli zasadne, daty, kiedy uczestnicy powinni wykonać badania lub pomiary	V-VI 2013 - ogłoszenie o badaniu biegłości i zapraszanie laboratoriów do uczestnictwa w programie VII 2013- wysyłanie próbek do uczestników badania 30 IX 2013-ostateczny termin nadsyłania wyników przez uczestników badania X-XI 2013- opracowanie wyników badania, przygotowanie sprawozdań z badań 20-30 XI dostarczenie sprawozdań z badań uczestnikom badania
Wszelkie informacje dotyczące metod lub procedur, potrzebne uczestnikom do przygotowania materiału do badań i przeprowadzenia badań lub pomiarów	Informacje dostarczone uczestnikom: -informacje o badanym materiale: sposób wyznaczenia stałej masy, wielkość odważki, dla której próbka jest homogeniczna -przyjęte kryteria oceny rezultatów -formularz sprawozdawczy, w którym uczestnik podaje wyniki pojedynczych oznaczeń, oszacowaną standardową niepewność złożoną (k=1), zastosowaną metodę analityczną
Procedury dotyczące metod badań lub pomiarów, które będą wykorzystane do badania jednorodności i stabilności obiektów badania biegłości oraz, jeżeli ma zastosowanie, określenie ich żywotności biologicznej	Badanie jednorodności wykonywane jest zgodnie z metodą zalecaną przez normę ISO 13528:2005. Wyznaczano zawartość pierwiastków będących przedmiotem niniejszego badania w 10 losowo wybranych opakowaniach stosując metodę ICP-MS. Z każdego opakowania do analizy pobierana jest próbka, z której przygotowuje się dwie podpróbki o masie 250 mg i wykonuje oznaczenie. Na podstawie uzyskanych wyników wyznacza się dla poszczególnych pierwiastków wartość średniej ogólnej (X_{sr}), odchylenie standardowe średnich (S_x), odchylenie standardowe powtarzalności (S_r) i odchylenie standardowe międzypróbkowe (S_s): $X_{sr} = \sum \acute{s}r / g$ $\acute{s}r = (X_{t,1} + X_{t,2}) / 2$ gdzie $\acute{s}r$ – średnia wyników dla danego opakowania, t – numer opakowania (t= 1, 2, ..., g), g- liczba próbek $S_x = \sqrt{\sum (\acute{s}r - X_{sr})^2 / (g - 1)}$ $S_r = \sqrt{\sum (X_{t,1} - X_{t,2})^2 / (2g)}$ $S_s = \sqrt{S_x^2 - (S_r^2 / 2)}$
Przygotowanie jednolitych form sprawozdań, które będą stosować uczestnicy	Wzór sprawozdania z zakończonych wcześniej badań biegłości Rośliny 13 załączono jako załącznik B.

<p>Dokładny opis analizy statystycznej, która będzie stosowana</p>	<p>Wskaźnik z</p> <p>Wartość wskaźnika z obliczono ze wzoru :</p> $z = \frac{X_{lab} - X_{ref}}{\hat{\sigma}}$ <p>gdzie x_{lab} – wynik laboratorium, x_{ref} – wartość odniesienia, $\hat{\sigma}$ - wartość tarczowa odchylenia standardowego wyznaczona na podstawie zmodyfikowanego równania krzywej Horwitz'a :</p> $\sigma = \begin{cases} 0,22c & \text{dla } c < 1,2 \cdot 10^{-7} \\ 0,02 c^{0,8495} & \text{dla } 1,2 \cdot 10^{-7} \leq c \leq 0,138 \\ 0,01 c^{0,5} & \text{dla } c > 0,138 \end{cases}$ <p>gdzie c – stężenie wyrażone w jednostkach g · g⁻¹.</p> <p>Ocenę wartości wskaźnika z podano w tabeli poniżej. Wartość $z < 3$ została ustalona jako poziom akceptacji wyniku laboratorium w tym badaniu.</p> <table border="1" data-bbox="675 548 1433 678"> <thead> <tr> <th>Wartość z</th> <th>ocena</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>$z \leq 2$</td> <td>Wynik w sposób istotny nie różni się od wartości odniesienia</td> </tr> <tr> <td>$2 < z < 3$</td> <td>Wynik wątpliwy (Nie można stwierdzić, czy wynik istotnie różni się od wartości odniesienia, czy też nie)</td> </tr> <tr> <td>$z \geq 3$</td> <td>Wynik laboratorium istotnie różni się od wartości odniesienia</td> </tr> </tbody> </table> <p>Wskaźnik zeta</p> <p>Wartość wskaźnika <i>zeta</i> obliczono ze wzoru:</p> $zeta = \frac{X_{lab} - X_{ref}}{\sqrt{u_{lab}^2 + u_{ref}^2}}$ <p>gdzie u oznacza niepewności standardowe złożone (k=1) odpowiednio oszacowaną przez laboratorium i wartości odniesienia. Wartości krytyczne wskaźnika <i>zeta</i> są takie same jak wskaźnika z. Wskaźnik <i>zeta</i> powinien być stosowany do oceny wyniku laboratorium razem ze wskaźnikiem z jako element pomocny w ocenie procedury szacowania niepewności przez laboratorium. Jeśli wartość wskaźnika z nie przekracza akceptowanego zakresu tj. $z < 3$, a wartość wskaźnika $zeta > 3$, to laboratorium nie uwzględniło istotnego źródła niepewności w stosowanym przez siebie budżecie niepewności.</p>	Wartość z	ocena	$ z \leq 2$	Wynik w sposób istotny nie różni się od wartości odniesienia	$2 < z < 3$	Wynik wątpliwy (Nie można stwierdzić, czy wynik istotnie różni się od wartości odniesienia, czy też nie)	$ z \geq 3$	Wynik laboratorium istotnie różni się od wartości odniesienia
Wartość z	ocena								
$ z \leq 2$	Wynik w sposób istotny nie różni się od wartości odniesienia								
$2 < z < 3$	Wynik wątpliwy (Nie można stwierdzić, czy wynik istotnie różni się od wartości odniesienia, czy też nie)								
$ z \geq 3$	Wynik laboratorium istotnie różni się od wartości odniesienia								
<p>Źródło, spójność pomiarowa i niepewność pomiaru każdej wartości przypisanej</p>	<p>W celu wyznaczenia wartości odniesienia stężeń dla badanych pierwiastków, wykonuje się analizy próbek materiału do badań w laboratoriach referencyjnych za pomocą różnych technik analitycznych. Za wartości odniesienia przyjmuje się średnie odporne (mocne) wyników analiz wykonanych w dwóch laboratoriach przy zastosowaniu co najmniej dwóch różnych technik analitycznych. Niepewności wartości odniesienia są wyznaczane jako kombinacja niepewności wyników podanych przez laboratoria referencyjne. Średnie i ich niepewności standardowe wyznaczano zgodnie z procedurą polecaną w normie ISO 13528 i protokole IUPAC. W uzasadnionych przypadkach, wyznaczenie wartości odniesienia stężeń wybranych pierwiastków np. Hg przeprowadzone może być w oparciu o wyniki otrzymane od uczestników badania, zgodnie z procedurą opisaną w normie ISO 13528.</p>								
<p>Kryteria oceny rezultatów działania uczestników</p>	<p>Ocenę liczbową wyników laboratorium stosuje się, gdy wynik analizy podany przez laboratorium jest wyższy od granicy detekcji. Do oceny stosuje się wskaźnik z oraz wskaźniki <i>zeta</i> (ζ), przy czym ten drugi sposób tylko wówczas, gdy laboratorium podaje oszacowanie niepewności. Ponadto przyjęto, że wynik laboratorium jest akceptowany, jeśli wartość odniesienia jest niższa od granicy detekcji osiągananej przez laboratorium</p>								
<p>Opis danych, raportów pośrednich lub informacji, które należy przekazać zwrotnie uczestnikom</p>	<p>Poufny kod laboratorium, sprawozdanie z badań, zaświadczenie uczestnictwa w PT/ILC, certyfikat z porównania wyników otrzymanych przez laboratorium z wartościami odniesienia</p>								
<p>Określenie zakresu w jakim zostaną opublikowane wyniki uczestników i wnioski wynikające z programu badania biegłości</p>	<p>Wyniki otrzymane przez laboratoria, oraz ich omówienie zawarte są w sprawozdaniu z badań. Wyniki laboratoriów podawane są w postaci średniej z pojedynczych nadesłanych wyników, wraz z podaną niepewnością standardową oraz stosowaną metodą analityczną. Omówienie wyników zawiera m.in. liczbę wyników zadawalających uzyskanych przez uczestników, wykaz metod stosowanych przez laboratoria, komentarz koordynatora dotyczący przebiegu badania i uzyskanych wyników. Uzyskane przez uczestników wyniki są przedstawione także w postaci graficznej.</p>								

Działania, które należy podjąć w wypadku zaginięcia lub uszkodzenia obiektów badania biegłości	Ilość próbek do badań przygotowana przez organizatora zapewnia dostarczenie uczestnikom badania większej masy próbek (na ich żądanie), w przypadku zaginięcia próbki lub jej uszkodzenia w trakcie transportu- dostarczenie kolejnej.
--	---

Koordynator

Halina Polkowska-Motrenko

Weryfikator

Andrzej Brzyski, 11.05.2013*nie wymaga podpisu*

Przewodniczący/Członek Kolegium Sekcji

Andrzej Brzyski, 11.05.2013*nie wymaga podpisu*

Sekcja Chemiczna POLLAB-

CHEM/EURACHEM

Prezes/Członek Zarządu Klubu POLLAB

Krystyna Krzyśko, 20.05.2013*nie wymaga podpisu*