



# Klub Polskich Laboratoriów Badawczych **POLLAB**

---

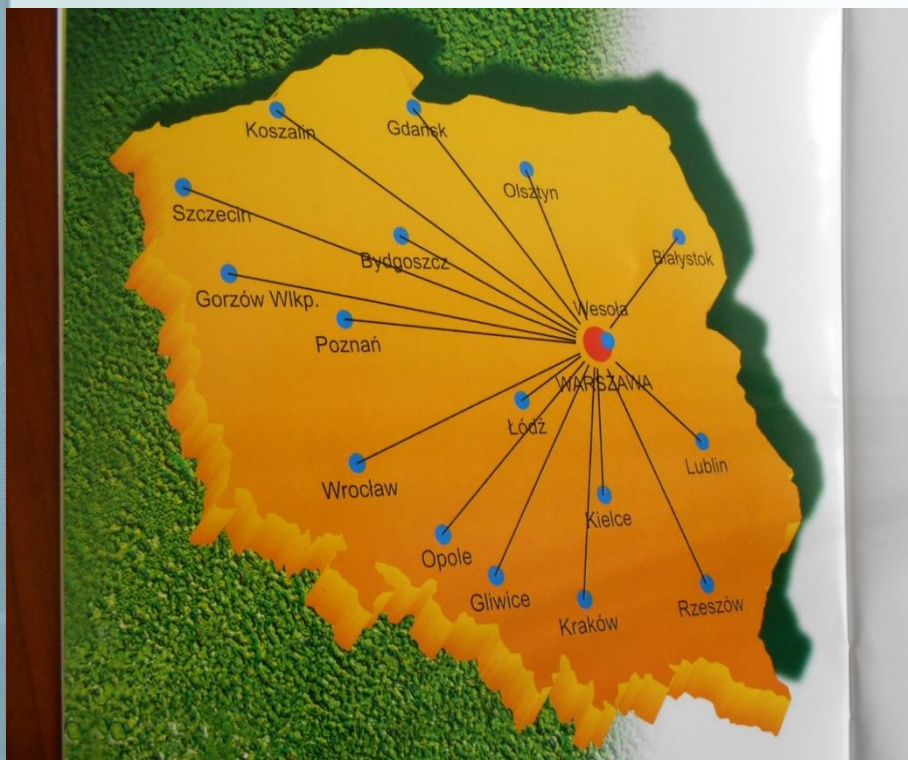
Badania biegłości wg wymagań normy  
**PN-EN ISO/IEC 17043:2011**  
na podstawie doświadczeń akredytowanego  
organizatora

---

*Zofia Sęktas*  
*TARGI EUROLAB, 30 marca 2017r.*



# Krajowa Stacja Chemiczno-Rolnicza w Warszawie



- Krajowa Stacja Chemiczno-Rolnicza w Warszawie i 17 podległych jej Okręgowych Stacji w kraju są państwowymi jednostkami budżetowymi działającymi na podstawie ustawy o nawozach i nawożeniu
- Krajowa Stacja podlega Ministerstwu Rolnictwa i Rozwoju Wsi
- głównym zadaniem Stacji jest agrochemiczna obsługa rolnictwa
- Okręgowe Stacje badają gleby, rośliny, nawozy mineralne i organiczne, osady ściekowe, wody



# Krajowa Stacja Chemiczno-Rolnicza w Warszawie

05-075 Warszawa, ul. Żółkiewskiego 17

[www.schr.gov.pl](http://www.schr.gov.pl)

---

- Organizator badań biegłości PT-SChR
  - posiada akredytację PCA od 2012r.
  - Nr certyfikatu [PT 005](#)
- 
- [Dziedzina badań:](#) badania chemiczne, analityka chemiczna, badania właściwości fizycznych
  - [Przedmiot badań:](#) produkty rolne, woda, gleba, osady, nawozy



PT 005



# DA-05 POLITYKA DOTYCZĄCA UCZESTNICTWA W BADANIACH BIEGŁOŚCI

Wydanie 6 z dnia 22.04.2016 r.

## **3.4. PCA wymaga następującego minimalnego uczestnictwa w programach PT:**

- **przed udzieleniem akredytacji** - laboratorium powinno przedstawić dowody uczestnictwa z pozytywnym wynikiem **przynajmniej w jednym programie PT dla każdej z „poddyscyplin”** zgłoszonych do akredytacji
- **po udzieleniu akredytacji** - laboratorium jest zobowiązane przedstawiać dowody dalszego uczestnictwa **w badaniach biegłości, które są odpowiednie do posiadanego zakresu akredytacji** i zgodne z własną polityką oraz opracowanym planem uczestnictwa, obejmującym bieżący cykl akredytacji.



# DA-05 POLITYKA DOTYCZĄCA UCZESTNICTWA W BADANIACH BIEGŁOŚCI

Wydanie 6 z dnia 22.04.2016 r.

---

**3.6.** PCA nominuje akredytowane laboratoria do uczestnictwa w programach PT organizowanych przez EA lub inne organizacje zrzeszające jednostki akredytujące, w przypadkach uzyskania informacji o takich możliwościach.

**3.7.** PCA może wskazać konkretne programy PT, w których uczestnictwo dla określonych laboratoriów jest obowiązkowe. W takich wypadkach niezbędne informacje są publikowane na stronie internetowej PCA lub podawane poprzez IBOK.

**3.9.** PCA akceptuje wyniki badań biegłości organizowanych przez akredytowanych oraz renomowanych organizatorów PT. Wszyscy organizatorzy badań biegłości powinni postępować zgodnie z wymaganiami normy PN-EN ISO/IEC 17043.



# Trudności w znalezieniu odpowiedniego dostawcy PT *(wymagania DA-05)*

---

## 4.1. Laboratoria przy wyborze konkretnego programu PT powinny uwzględnić:

- **obiekty badań biegłości** - powinny być możliwie najbardziej zbliżone do tych, które laboratorium bada/mierzy w swojej normalnej praktyce;
- **mierzone cechy** - określone do wyznaczenia w badanych/mierzonych próbkach, powinny być możliwie najbardziej zbliżone do tych, które laboratorium bada/mierzy w tego typu próbkach w swojej normalnej praktyce;
- **wartości mierzonych cech** - powinny znajdować się w zakresie, które laboratorium bada/mierzy w tego typu próbkach, w swojej normalnej praktyce;
- **opracowanie statystyczne** - techniki statystyczne wykorzystywane do oceny osiągniętych rezultatów powinny być odpowiednie do mierzonych cech i metod badań objętych programem, a kryteria dotyczące akceptacji osiągniętych rezultatów powinny być jednoznacznie określone.



# Trudności w znalezieniu odpowiedniego dostawcy PT

---

1. Względy ekonomiczne (przy szerokich zakresach akredytacji)
1. Często trudne jest znalezienie odpowiednich PT dla całego zakresu akredytacji, które spełniałyby zalecenia zawarte w polityce DA-05

*Z pomocą przychodzi tutaj podejście PCA, które umożliwia laboratoriom pogrupowanie badań objętych zakresem akredytacji w „poddyscypliny” , dla których należy określić poziom „uczestnictwa” oraz „częstość uczestnictwa” w badaniach biegłości*



# Badania biegłości PT-SChR

---

- Laboratoria Okręgowych Stacji napotykały duże trudności w dostępie do odpowiednich badań biegłości - *dotyczyło to głównie gleb rolniczych i ogrodniczych, w których oznaczane są specyficzne parametry wykorzystywane w doradztwie nawozowym (zawartości przyswajalnych składników pokarmowych, skład granulometryczny)*
- Krajowa Stacja podjęła wyzwanie, aby organizować badania biegłości dla podległych laboratoriów Okręgowych Stacji i akredytować program PT
- przygotowania trwały ok 2 lat
- od lipca 2012r. Krajowa Stacja uzyskała akredytację jako organizator PT, spełniający wymagania normy PN-EN ISO/IEC 17043





## Obiekty badań objęte Programem PT-SChR

Lp	Obiekty badań	Liczba badanych parametrów	Częstotliwość
1	<b>GM – gleby mineralne</b>	<b>31</b>	<b>Co 2 lata</b> <i>(zamiennie z GO)</i>
2	<b>GO- gleby organiczne</b>	<b>26</b>	<b>Co 2 lata</b> <i>(zamiennie z GM)</i>
3	<b>PO – podłoża i gleby ogrodnicze</b>	<b>15</b>	<b>1 raz w roku</b>
4	<b>RM – materiał roślinny suchy</b>	<b>19</b>	<b>1 raz w roku</b>
5	<b>RA- materiał roślinny – azotany</b>	<b>2</b>	<b>Co 2 lata</b>
6	<b>NW – nawozy mineralne i wapna</b>	<b>21</b> <i>(do wyboru)</i>	<b>1 raz w roku</b>
7	<b>NO – nawozy organiczne, naturalne</b>	<b>13</b>	<b>Co 2 lata</b>
8	<b>OS – osady ściekowe suche</b>	<b>13</b>	<b>Co 4 lata</b>
9	<b>OW – osady ściekowe wilgotne</b>	<b>4</b>	<b>Co 4 lata</b>
10	<b>WO - woda</b>	<b>2</b>	<b>Co 2 lata</b>



# Obszary, które stwarzały najwięcej problemów

---

1. Przygotowanie obiektów do badań biegłości (*brak własnego laboratorium*)
2. Organizacja (*schemat organizacyjny pod kątem zachowania bezstronności i poufności*)
3. Dobór metod statystycznych do oceny biegłości uczestników (*ze względu na rodzaj obiektów badanych*)
4. Sposób komunikacji z uczestnikami na etapie przekazywania wyników



# Podział zadań

zgodny z wymaganiami normy PN-EN ISO/IEC 17043

## Organizator

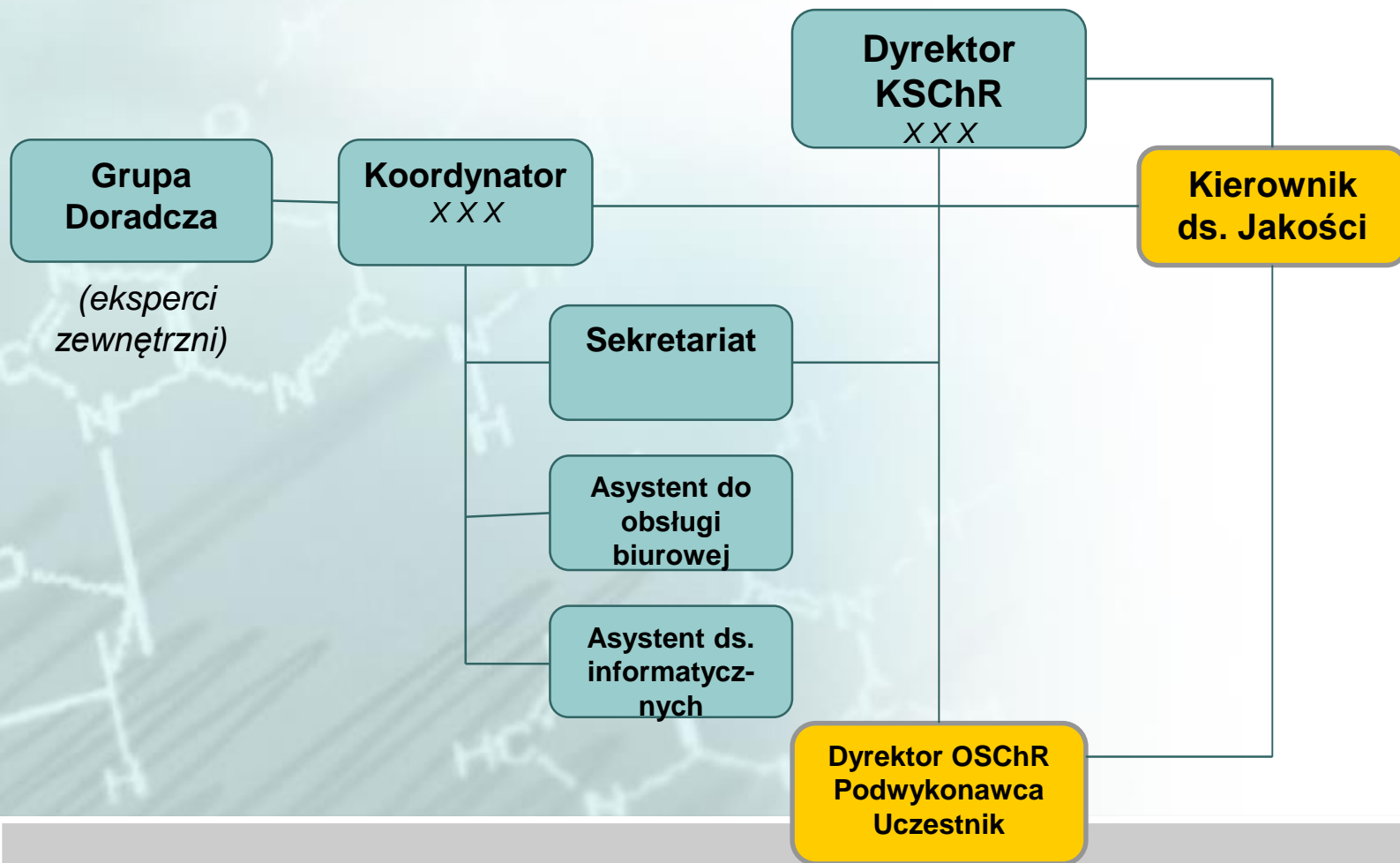
- projektuje program badań biegłości (*wybór obiektów badań, metod, ustalenie częstotliwości badań, terminów realizacji poszczególnych rund*)
- prowadzi program badań biegłości
- dokonuje wyboru podwykonawców
- prowadzi nabór uczestników
- dokonuje wyboru metod statystycznych, zbiera i analizuje wyniki od uczestników
- dokonuje opracowań statystycznych, analizy danych i oceny osiągnięć
- opracowuje sprawozdania z badań (raporty) i przekazuje uczestnikom

## Podwykonawca

- pozyskuje materiał do badań (zgodnie ze wskazaniami organizatora)
- przygotowuje materiał, wykonuje preparatykę (suszenie, mielenie itp.)
- dokonuje homogenizacji materiału
- dokonuje badań jednorodności i stabilności obiektów, zgodnie z instrukcją organizatora
- porcuje, pakuje i etykietuje próbki
- przekazuje organizatorowi próbki do rozestania



# Schemat struktury organizacyjnej





# Zapewnienie bezstronności poprzez:

- *identyfikację potencjalnych konfliktów interesów*
- *ustalenie obszarów ryzyka i sposobu ich minimalizowania*

<b>Obszar ryzyka</b>	<b>Sposób minimalizowania ryzyka</b>
Uprzywilejowanie podwykonawcy, który przygotowuje obiekty badań i jest jednocześnie uczestnikiem badań	<i>imienny wykaz personelu zaangażowanego w realizację podwykonawstwa, z przypisaniem odpowiedzialności, uregulowanie w postaci instrukcji sposobu przyjmowania i przygotowania materiału, rejestracji i kodowania próbek do badań jednorodności, obowiązek sporządzania i przechowywania wszystkich zapisów źródłowych</i>
Funkcję Kierownika ds. Jakości pełni Dyrektor Okręgowej Stacji, która świadczy podwykonawstwo i jest jednocześnie uczestnikiem badań	<i>pisemna deklaracja poufności i szczegółowy zakres obowiązków Kierownika ds. Jakości, przyjęcie zasady że wszystkie dokumenty SZ zatwierdza Dyrektor KSChR, brak możliwości bezpośredniego zaangażowania się w czynności techniczne związane z podwykonawstwem</i>
Organizator badań biegłości jest jednostką nadrzędną w stosunku do licznej grupy uczestników	<i>stosowanie zasad równości w stosunku do wszystkich uczestników, organizator nie wykorzystuje wyników do żadnych własnych celów, nie prowadzi rankingu laboratoriów, program jest otwarty na laboratoria zewnętrzne, informacje zwrotne są anonimowe</i>
Porozumiewanie się podwykonawcy z uczestnikami	<i>korzystanie z usług tylko jednego podwykonawcy, z którym podpisano umowę, ograniczenie liczby osób realizujących podwykonawstwo, deklaracje poufności, szkolenia personelu podwykonawcy, możliwość wypowiedzenia umowy podwykonawcy</i>
Możliwość zmywu i fałszowania wyników	<i>ustanowienie instrukcji zapobiegającej możliwości zmywu</i>



# Dobór metod statystycznych

Podstawowym dokumentem odniesienia w badaniach biegłości, jest norma:

**PN-EN ISO/IEC 17043:2011**

**Ocena zgodności – Ogólne wymagania dotyczące badania biegłości**

która przywołuje normę określającą metody statystyczne zalecane przy opracowywaniu wyników badań biegłości:

**ISO 13528:2015**

**Statistical methods for use in proficiency testing by  
interlaboratory comparison**

*Norma ta uzupełnia normę PN-EN ISO/IEC 17043:2011 i zawiera do niej liczne odwołania i podaje szczegółowe wytyczne na temat stosowania metod statystycznych w badaniach biegłości.*



## Wybór modelu statystycznego obejmuje:

---

1. Sposób wyznaczenia wartości przypisanej
2. Wyznaczanie niepewności wartości przypisanej
3. Obliczenia statystyczne do oceny rezultatów działania laboratoriów



## Przy wyborze modelu statystycznego należy uwzględnić:

---

- Cele programu
- Rodzaj materiałów badanych
- Częstotliwość badań, liczbę obiektów w poszczególnych rundach
- Oczekwaną dokładność i precyzję
- Możliwość zapewnienia spójności pomiarowej przy wyznaczaniu wartości przypisanej i jej niepewności
- Liczbę uczestników
- Oczekiwania i zwyczaje uczestników w zakresie oceny i prezentacji rezultatów działań





## Wyznaczenie wartości przypisanej $X_{pt}$

Sposoby wyznaczania wartości przypisanej wg PN-EN ISO/IEC 17043 zostały utrzymane w znowelizowanej normie ISO 13528:2015 (poczynając od najdokładniejszej):

1. znana wartość (produkcja materiału, rozcieńczenie)
2. certyfikowana wartość odniesienia
3. wartość odniesienia
4. wartość uzgodniona na podstawie wyników laboratoriów eksperckich
5. **wartość uzgodniona na podstawie wyników uczestników (przy użyciu metod statystycznych odpornych)**



# Wartość przypisana $X_{pt}$

---

W przypadku badań biegłości PT-SChR przyjęty został sposób wyznaczenia wartości przypisanej - **z wyników uczestników, z zastosowaniem odpornych metod statystycznych**

## Wady:

- wyniki uczestników mogą być niewystarczająco zgodne
- wartość uzgodniona może zawierać nieznane obciążenie
- wykazanie spójności metrologicznej może być trudne

## Zalety:

- nie trzeba wykonywać żadnych dodatkowych pomiarów
- może to być jedyne podejście, jeśli nie ma innych wiarygodnych metod uzyskania równoważnych wyników



# Ustalenie kryteriów oceny rezultatów działania

---

W metodach ilościowych ocena rezultatów działania i-tego laboratorium opiera się na różnicy między wynikiem pomiaru  $x_i$ , a **wartością przypisaną  $X_{pt}$**

Różnicę ( $x_i - x_{pt}$ ) można porównać:

- bezpośrednio z błędem dopuszczalnym  $\delta_E$
- **z dopuszczalnym błędem pomiaru przy użyciu standaryzowanego wskaźnika**, np.  $z$ ,  $\zeta$ ,  $E_n$



## Standaryzowane wskaźniki do oceny rezultatów uczestników

W badaniach biegłości PT-SChR przyjęto wskaźnik  $z$  jako główne kryterium oceny rezultatów działania

$$z_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sigma_{pt}}$$

oraz dodatkowo wskaźnik zeta  $\zeta$

$$\zeta_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{u^2(x_i) + u^2(x_{pt})}}$$

*który można stosować, w powiązaniu ze wskaźnikiem  $z$ , jako pomoc w doskonaleniu pracy laboratoriów.*



# Odchylenie standardowe do oceny biegłości $\sigma_{pt}$

---

Zalecane w normie ISO 13528:2015 sposoby ustalenia wartości  $\sigma_{pt}$

- jako wartość wymagana (przepisy prawne, opinia ekspertów)
- **na podstawie wyników z poprzednich rund (od roku 2017)**
- na podstawie modelu ogólnego (znane prawidłowości, np wzór Horwitza)
- na podstawie wyników eksperymentu precyzji:  $s_r$  i  $s_R$  z badania zespołowego wg ISO 5725-2
- **na podstawie danych otrzymanych w tej samej rundzie programu badania biegłości (w latach 2012-2016)**



## $\sigma_{pt}$ wyznaczone na podstawie poprzednich rund

---

### Zalety:

- gdy badania długofalowe, uczestnik z góry wie jakie kryteria dotyczące ochylenia standardowego będą obowiązywały przy poszczególnych parametrach badanych
- kryteria ocen nie zmieniają się z rundy na rundę
- oceny bazują na uzasadnionych oczekiwaniach
- organizatorzy PT (gdy jest kilku uznanych w danym obszarze badań) mogą stosować te same kryteria ocen



# Zasady ustalania $\sigma_{pt}$ na podstawie poprzednich rund

*(wskazania normy ISO 13528)*

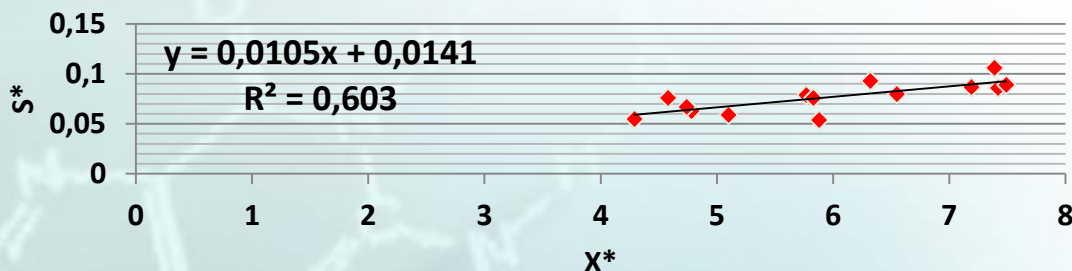
---

- Wartość  $\sigma_{pt}$  wyznacza się na podstawie poprzednich rund PT, w których mierzono tę samą cechę o zbliżonej wartości, przy zastosowaniu tej samej (lub równoważnej) procedury pomiarowej
- Do wyznaczenia  $\sigma_{pt}$  na podstawie poprzednich rund należy stosować odporne, uśrednione estymaty odchylenia standardowego
- Badanie spójności wyników w poprzednich rundach można wykonać subiektywnie lub obiektywnie – obliczając średnią lub stosując regresję liniową
- Jest to przydatny sposób, gdy opinie ekspertów nie są zgodne



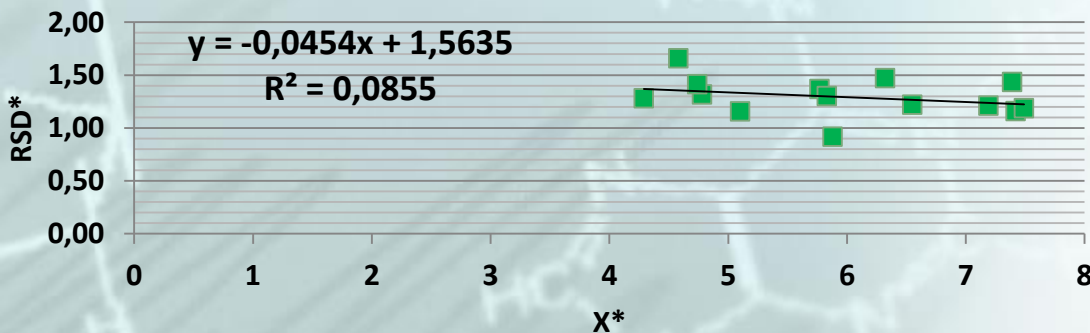
# Przykładowy rozkład wyników dla pH w glebach (z 14 pomiarów)

### Liniowy model regresji $S^*(X^*)$



$R^2$  – współczynnik determinacji – wskazuje jak bliskie rzeczywistym wartościom są wartości szacowane dla linii trendu

### Liniowy model regresji $RSD^*(X^*)$



Linia trendu jest najdokładniejsza gdy wartość  $R^2$  jest najbliższa 1,00





# Sposób komunikacji z uczestnikami na etapie przekazywania wyników

---

- Organizator badań biegłości powinien zapewnić uczestnikom przekazywanie wyników w sposób jednolity, z zachowaniem poufności, bez możliwości ingerencji w przesłane dane
- W badaniach biegłości PT-SChR uczestnicy początkowo przekazywali wyniki pocztą elektroniczną, na opracowanych przez organizatora formularzach, w formacie xls
- Od 2013r. został udostępniony uczestnikom program komputerowy „PT-SChR” do przesyłania danych, który automatycznie dokonuje też obliczeń statystycznych
- Program został opracowany przez firmę zewnętrzną, na zlecenie organizatora. Może pracować na dowolnej ilości stanowisk w ramach sieci lokalnej, jak również zdalnej
- Przed pierwszym uruchomieniem, użytkownik pobiera dostępny na stronie internetowej plik z programem do rejestracji wyników badań wraz ze sterownikiem i instaluje na własnym stanowisku komputerowym
- Po zalogowaniu do programu, uczestnik wybiera arkusz wpisowy i dokonuje wpisu wyników z niepewnością oraz kody metod badawczych





# Przykładowy formularz z kodami metod badawczych

a masa	%				
Kody metod:					
<b>Ekstrakcja / mineralizacja</b>			<b>Detekcja</b>		
DL	mleczan wapnia (met.Egnera Riehms)	P	potencjometryczna		
CaCl2	chlerek wapnia 0,0125 mol-dm <sup>-3</sup> 1:10 m/v	W	wagowa		
HCl-1M	kwas solny 1 mol-dm <sup>-3</sup> 1:10 m/v	M	miareczkowa		
K2SO4	siarczan potasu 1% 1:10 m/v	SF	spektrofotometryczna		
CH3COOH	mieszanina kwasu oct. i octanu amonu 1:2,5 (m/v)	NF	nefelometryczna		
WK	woda królewska	FP	fotometria płomieniowa		
H2SO4	kwas siarkowy z dodatkiem katalizatora	EAS	emisyjna spektrometria atomowa		
S	spopielanie	FAAS	absorpcyjna spektrometria atomowa z atomizacją w płomieniu		
0	bez ekstrakcji / mineralizacji	ETAAS	absorpcyjna spektrometria atomowa z atomizacją elektrottermiczną		
I	inna (podać krótki opis)	HGAAS	absorpcyjna spektrometria atomowa z generacją wodoroków		
		CVAAS	absorpcyjna spektrometria atomowa z generacją zimnych par		
		AAS-AM	absorpcyjna spektrometria atomowa z amalgamacją par rtęci		
		AAS-f.org.	absorpcyjna spektrometria atomowa po zatężeniu do fazy organicznej		
		ICP-OES	atomowa spektrometria emisyjna ze wzbudzeniem w plazmie indukcyjnie sprzężonej		
		ICP-MS	spektrometria mas z jonizacją w plazmie indukcyjnie sprzężonej		
		XRF	fluorescencja rentgenowska		
		IC	chromatografia jonowa		
		LD	dyfrakcja laserowa		
		EA	analiza elementarna		
		I	inna (podać krótki opis)		



## Podsumowanie

---

*W przypadku licznej grupy laboratoriów o podobnym zakresie wykonywanych badań, zwłaszcza gdy są to badania specyficzne, dobrym rozwiązaniem jest opracowanie i zorganizowanie cyklicznego programu badań biegłości oraz jego akredytacja.*

*Dziękuję za uwagę*



# Kontakt:

---

## **Sekretariat Klubu POLLAB**

ul. Kłobucka 23A, p. 707

02-699 Warszawa

tel. 22 46 45 503

kom. 607 525 282, 607 114 307

fax 022 46 45 556

e-mial: [sekretariat@pollab.pl](mailto:sekretariat@pollab.pl)

[www.pollab.pl](http://www.pollab.pl)