

laboratoryjnie.pl

# Walidacja metody pobierania próbek na przykładzie wód podziemnych

Krzysztof Wołowicz

Warszawa, 11-12-2023 r.

# Pobieranie próbek wód podziemnych





# Elementy walidacji

Weryfikacja – zapewnienie obiektywnego dowodu, że dany przedmiot spełnia określone **wymagania**

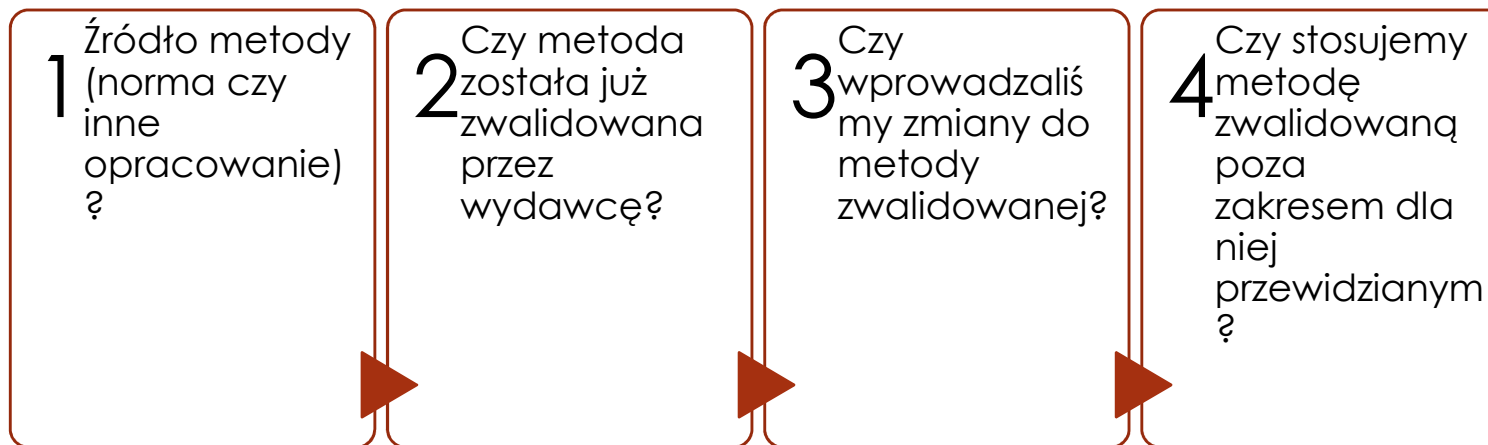
Walidacja – **weryfikacja**, gdzie **określone wymagania** są adekwatne do **zamierzonego zastosowania**

Nie każda weryfikacja jest walidacją

PKN-ISO/IEC Guide 99:2014



# Elementy walidacji



Walidacja czy weryfikacja?



# Elementy walidacji

## Walidacja



- Konieczny plan walidacji
- Konieczność wybrania cech charakterystycznych
- Laboratorium ustala wymagania dla cech charakterystycznych
- Wniosek – stwierdzenie walidacyjne odnoszące się do metody

## Weryfikacja



- Plan nie jest konieczny
- Cechy charakterystyczne są określone
- Wymagania są ustalone
- Wniosek – podsumowanie weryfikacji odnoszące się do możliwości laboratorium

Źródło: PCA, materiały konferencyjne XXVIII Sympozjum Klubu Pollab, 2023



# Elementy walidacji

Co walidujemy?



## Zakres walidacji

Walidacja powinna być na tyle obszerna, na ile jest to konieczne, aby spełnić potrzeby danego zastosowania lub obszaru zastosowania.





# Techniki walidacji

**Techniki walidacji** (ISO 17025, p. 7.2.2.1):

- systematyczna ocena czynników wpływających na wynik,
- badania odporności metody,
- porównanie wyników uzyskanych innymi zwalidowanymi metodami,
- porównania międzylaboratoryjne,
- ocena niepewności.

# Plan walidacji

## Procedura/plan walidacji

### KARTA WALIDACJI/WERYFIKACJI\*

Badany parametr, obiekt.....

Metoda badawcza.....

Parametry charakteryzujące metodę wybrane do procesu walidacji/weryfikacji \*:

Lp.	Elementy** walidacji/weryfikacji*	Przyjęte kryteria ***	Wynik walidacji/weryfikacji *	Ocena	Uwagi
1.					
2.					
3.					
4.					
5.					
6.					
7.					
8.					
9.					
10.	Niepewność pomiaru	u (C)			
		U			
		k			

Zatwierdzenie decyzji o zakresie walidacji/ weryfikacji \*:

.....  
(data, podpis Kierownika Pracowni)

Zatwierdzenie przydatności do stosowania:

.....  
(data, podpis Kierownika Pracowni)

Karta walidacji/ weryfikacji \* zawiera załączniki: .....

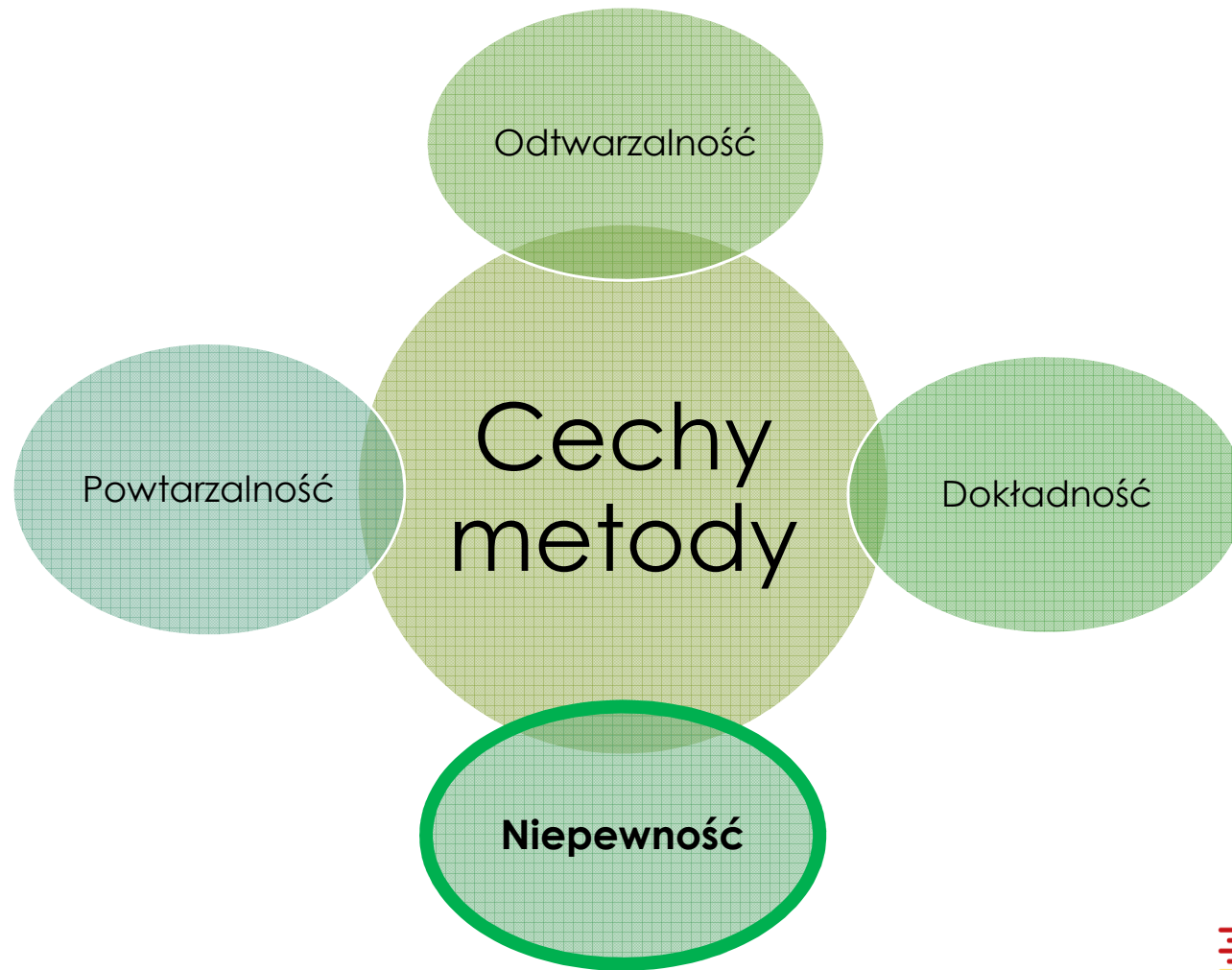
Decyzja o rewalidacji/ponownej weryfikacji \*, przyczyna: .....

.....

Zatwierdzenie decyzji o rewalidacji/ponownej weryfikacji \*:



# Plan walidacji



# Czynniki wpływające na niepewność

- Personel pobierający próbki
- Strategia pobierania próbek
- Transport próbek



# Metody walidacji

## Jeden próbkobiorca, jedna strategia

- Określimy precyzję, nie określimy błędu systematycznego

## Jeden próbkobiorca, wiele strategii

- Określimy precyzję i błąd między strategiami

## Wielu próbkobiorców, jedna strategia

- Określimy precyzję i błąd między próbkobiorcami

## Wielu próbkobiorców, wiele strategii

- Określimy precyzję i błąd między strategiami i próbkobiorcami

# Elementy walidacji

## Powtarzalność

- zgodność pomiędzy niezależnymi wynikami w tych samych warunkach pomiarowych (dane laboratorium, osoba, wyposażenie, czas).

1. W zachowanych warunkach pobierz serię n próbek danego obiektu realizując pełną procedurę pobierania
2. Za każdym razem wykonaj niezbędne pomiary
3. Dostarcz próbki do laboratorium (jeśli ma to zastosowanie)

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - x_{\bar{s}r})^2}{n-1}} \quad s_R (RSD) = s/x_{\bar{s}r} \quad CV = RSD \times 100\%$$

# Elementy walidacji

## Precyzja pośrednia

- długoterminowe odchylenie procesu pomiarowego, do którego wyznaczenia stosuje się odchylenie standardowe serii pomiarów uzyskanych w danym laboratorium w kilkutygodniowym okresie czasu.

1. W zmienianych warunkach pobierz serię próbek danego obiektu realizując pełną procedurę pobierania.
2. Za każdym razem wykonaj niezbędne pomiary.
3. Dostarcz próbki do laboratorium (jeśli ma to zastosowanie).

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - x_{\bar{s}r})^2}{n-1}} \quad s_R (RSD) = s/x_{\bar{s}r} \quad CV = RSD \times 100\%$$



# Elementy walidacji

## **Poprawność**

- stopień zgodności z wyników z wartością prawdziwą (lub uznaną za wartość odniesienia)

1. Określenie na podstawie wyników porównań międzylaboratoryjnych.



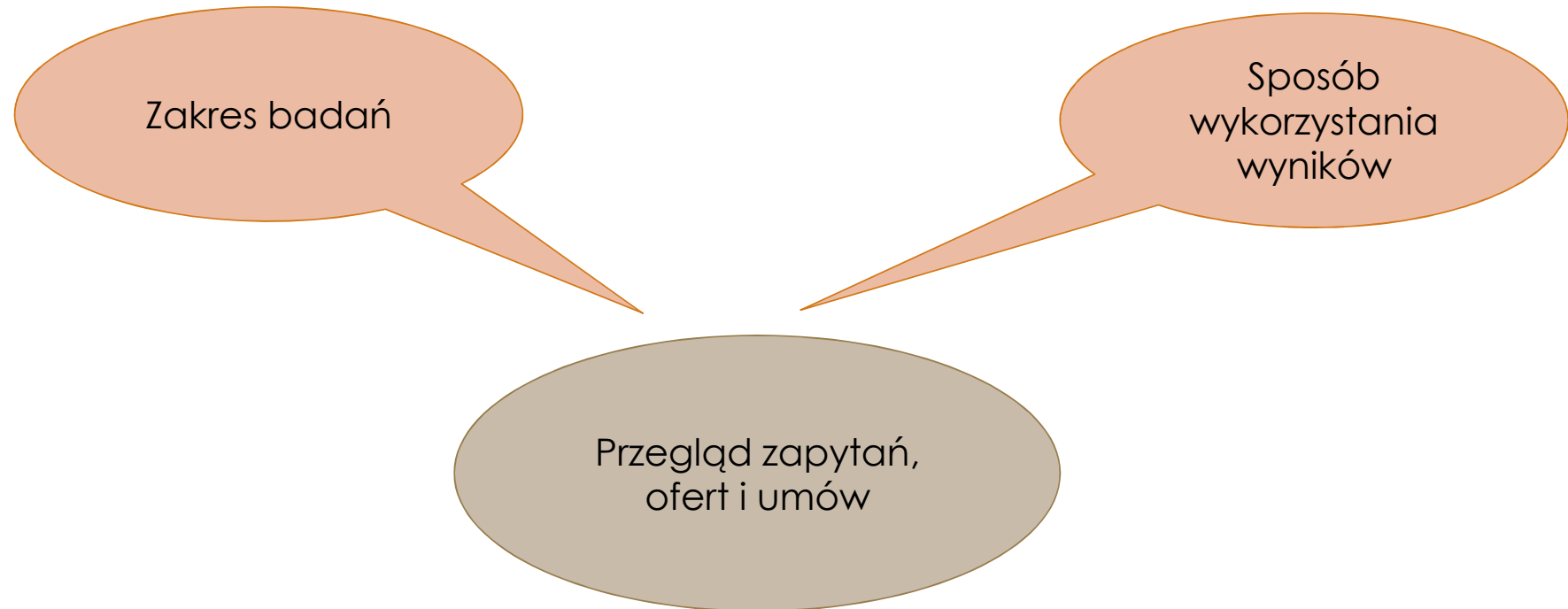
## Etapy walidacji

- 1 próbkobiorca, 1 strategia, krótki czas: seria wyników, szacowanie precyzji
- Różni próbkobiorcy, różne strategie, różny czas: odtwarzalność wewnątrz laboratoryjna
- Określenie wpływu transportu: porównanie wyników próbki transportowanej z próbką bez transportu

Wyniki pozbawione błędów grubych

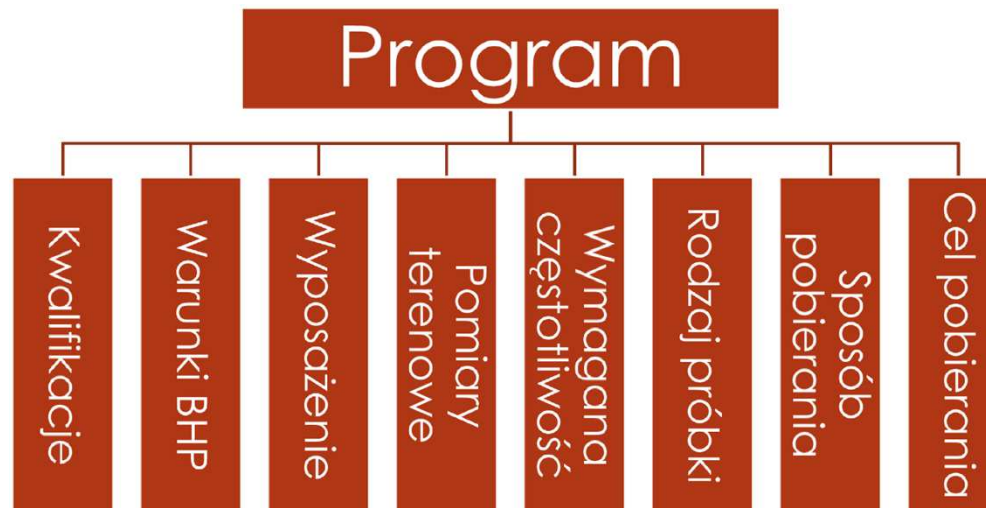
# Pobieranie próbek – krok po kroku

## 1. Określ cel pobierania



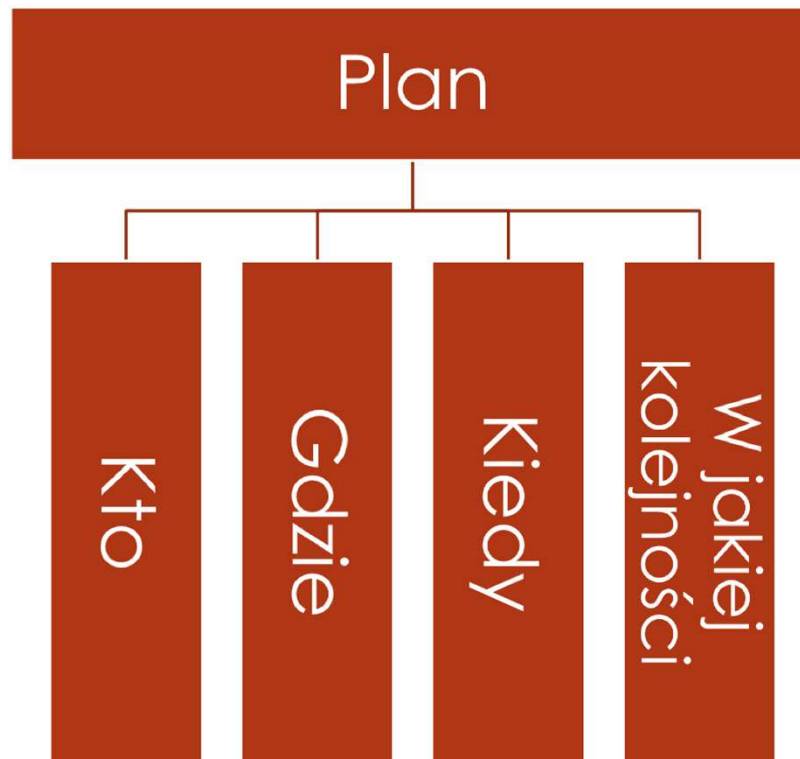
# Pobieranie próbek – krok po kroku

## 2. Program pobierania próbek



# Pobieranie próbek – krok po kroku

## 3. Plan pobierania próbek



# Pobieranie próbek – krok po kroku

## 4. Ustal kwestie organizacyjne

- ✓ uzyskaj dokładną lokalizację miejsca pobierania (adres/nr działki/współrzędne GPS...),
- ✓ miej osobę do kontaktu po stronie Klienta i po stronie lab,
- ✓ sprawdź warunki dostępu do miejsca pobierania (czy wymagane zgłoszenia, przepustki, **czas wejścia na teren (!)**, jakie są zabezpieczenia...),
- ✓ Określ logistykę prac terenowych (sposób zagospodarowania terenu, odległości między punktami, potencjalne utrudnienia, charakterystyka punktów – głębokość, średnica, zamknięcia/zabezpieczenia),
- ✓ określ możliwe zagrożenia i trudności (infrastruktura naziemna/podziemna, warunki pogodowe).

„check-lista”?

# Pobieranie próbek – krok po kroku

## 5. Realizacja

1. Przygotuj i sprawdź wymagane wyposażenie pomiarowe.
2. Wykonaj niezbędne pomiary (np. głębokość otworu, głębokość zwierciadła, średnica zwierciadła w przypadku wód podziemnych - > **ustalenie objętości wody w otworze**).
3. Wykonaj pompowanie oczyszczające (w przypadku wód podziemnych).
4. Pobierz próbki zgodnie z wytycznymi zawartymi w programie pobierania próbek.
5. Zapewnij właściwe oznaczenie próbek.
6. Zabezpiecz próbki na czas transportu.
7. Zanotuj wszelkie niezbędne/wymagane informacje. <- **protokół**


$$V = (\pi) \cdot r^2 \cdot h$$

# Pobieranie próbek – krok po kroku

## Pompowanie oczyszczające

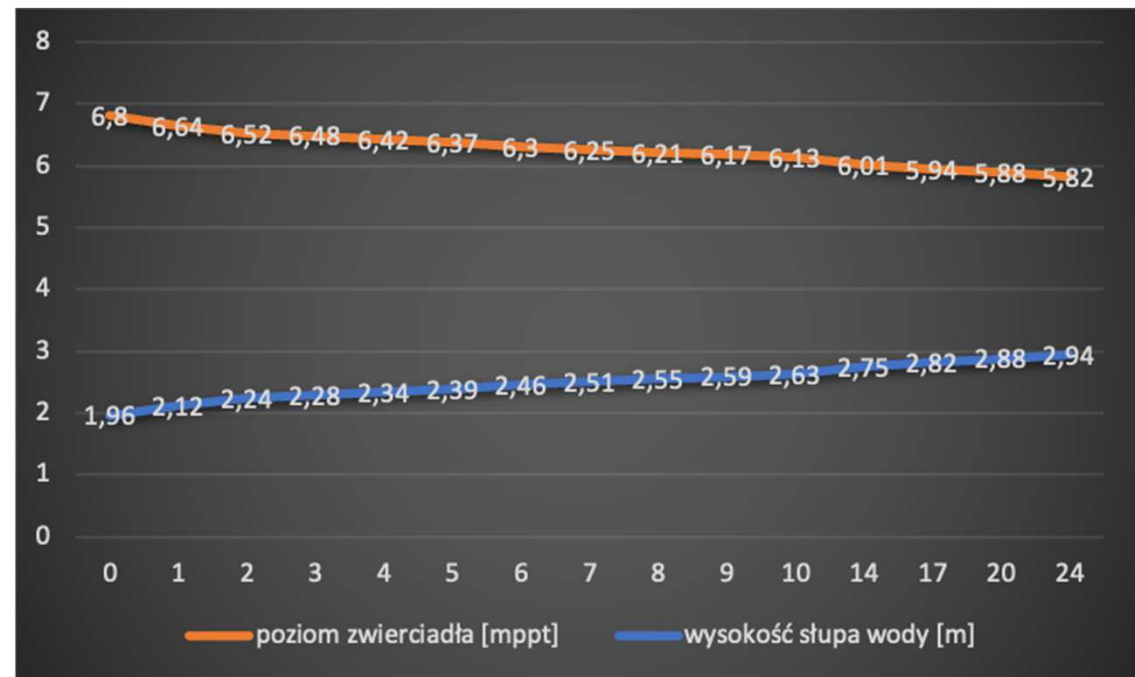


$$V = (\pi) \cdot r^2 \cdot h$$

Czas pompowania [min]	Temp. [st. C]	pH	PEW [mS/cm]
0	14,5	7,04	1,137
2	14,3	7,10	1,125
4	14,1	7,12	1,262
6	14,1	7,11	1,245
8	14,1	7,10	1,250

# Pobieranie próbek – krok po kroku

## Pompowanie oczyszczające



$$V = (\pi) \cdot r^2 \cdot h$$

Stabilizacja poziomu wody w otworze; oś x: czas [min], oś y: poziom wody [m]

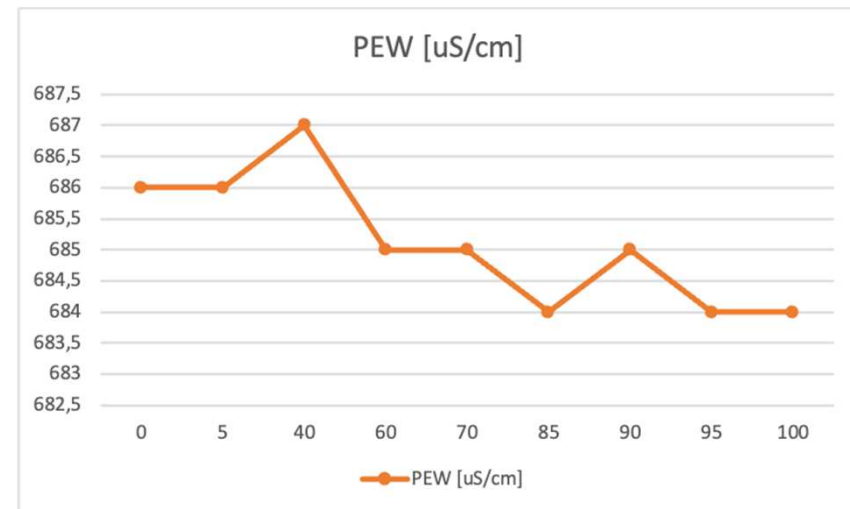
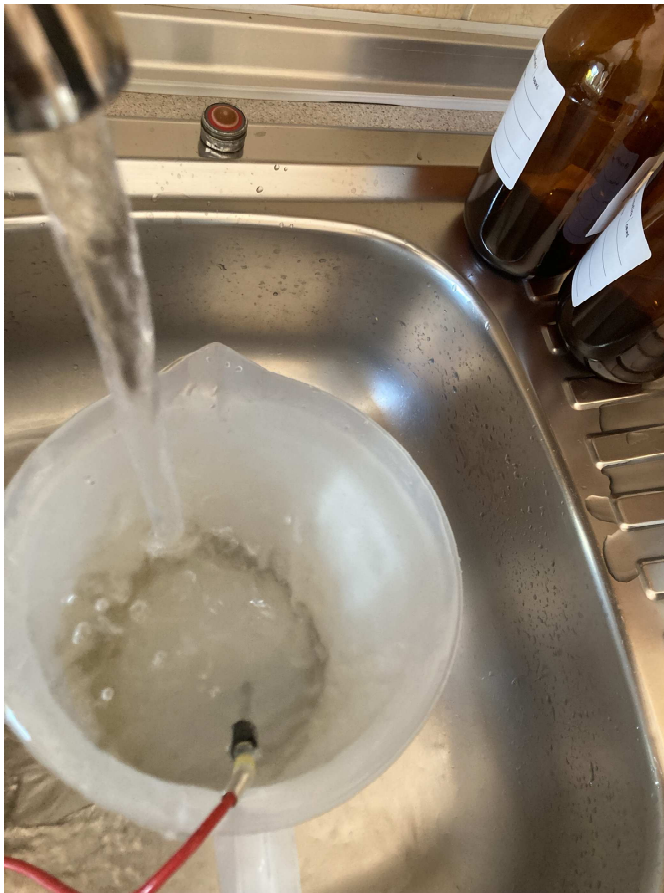
# Pobieranie próbek – krok po kroku

## Pompowanie oczyszczające



# Pobieranie próbek – krok po kroku

## Pompowanie oczyszczające



PEW [uS/cm] w trakcie pobierania wody do spożycia; oś x: czas [min], oś y: PEW [uS/cm]



# Pobieranie próbek – krok po kroku

## 6. Transport do laboratorium

Monitoring warunków transportu

Elementy monitorowania  
ważności wyników

Procedura przyjęcia próbek do  
laboratorium

# Dokumentowanie etapu pobierania próbek

## Wymagania PN-EN ISO/IEC 17025

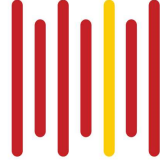
- Laboratorium powinno zachowywać zapisy danych z pobierania próbek, które stanowią część przeprowadzonego badania lub wzorcowania. Zapisy powinny obejmować, gdy to istotne:
  - a) odniesienie do zastosowanej metody pobierania próbek;
  - b) datę i czas pobierania próbek;
  - c) dane identyfikujące i opisujące próbkę (np. numer, ilość, nazwa);
  - d) identyfikację personelu wykonującego pobieranie próbek;
  - e) identyfikację użytego wyposażenia;
  - f) warunki środowiskowe lub transportu;
  - g) schematy lub inne równoważne środki służące do określenia miejsca pobierania próbek, kiedy jest to stosowne;
  - h) odstępstwa, uzupełnienia lub wyłączenia od metody pobierania próbek i planu pobierania próbek. (p. 7.3.3)



# Dokumentowanie etapu pobierania próbek Wymagania PN-EN ISO/IEC 17025

- ▶ Laboratorium powinno mieć system jednoznacznej identyfikacji badanych lub wzorcowanych obiektów. Identyfikację tę należy zachowywać przez cały czas, gdy laboratorium ponosi odpowiedzialność za obiekt. System powinien zapewniać, że obiekty nie będą pomyłone ani fizycznie, ani w zapisach, ani w innych dokumentach. System powinien, jeżeli to właściwe, uwzględniać podział obiektu lub grupy obiektów oraz sposób przekazywania obiektów. (p. 7.4.2)

BINKOWSKI  
RESORT  
★★★★★  
Kielce



Organizator:  
laboratoryjnię.pl

# I OGÓLNOPOLSKA KONFERENCJA

10-12  
Kwietnia  
2024

„SKUTECZNE ZARZĄDZANIE  
LABORATORIUM”

✓ ZARZĄDZANIE

✓ BHP W LABORATORIUM

✓ PANEL DYSKUSYJNY

✓ FINANSOWANIE LABORATORIUM

✓ EKOLOGIA

Patronat honorowy:



Główny  
Urząd  
Miar

Patronat medialny:



Biotechnology.pl