

# „Doskonalenie kluczowych procesów i kompetencji technicznych w badaniach sensorycznych”

*dr Justyna Czyrko-HorczaK*

*Stowarzyszenie Klub Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB*

Warszawa dnia 19.10.2023 r

# Badania sensoryczne

**Badania sensoryczne** to ocena za pomocą zmysłów człowieka – wzrok, zapach, smak, dotyk, słuch

zgodnie z definicją ISO 5492 rozumiane jako:

- pomiar z zastosowaniem odpowiednich metod w warunkach zapewniających dokładność i prawidłowość wyników,
- Badanie wykonane przez osoby / zespół o uprzednio sprawdzonej wrażliwości sensorycznej
- Badanie w odpowiednich do tego pomieszczeniach i kontrolowanych warunkach środowiskowych
- **Badania organoleptyczne** to proste badanie przy użyciu zmysłów, bez spełnienia powyższych warunków, które w zasadzie rzadko realizowane jest w akredytowanych laboratoriach (*niska czułość, brak powtarzalności?*)
- Jednocześnie należy podkreślić, że zarówno badania organoleptyczne jak i badania sensoryczne, są badaniami fizycznymi. Zapach, smak a nawet barwa to bezsprzecznie właściwości fizyczne obiektu.

# Problematyczne obszary dok EA 4/09 – zasoby i procesy

Zakres akredytacji

Personel

- Pracownicy
- Kierownik zespołu
- Oceniający sensorycznie

Wyposażenie

Pomieszczenia i warunki środowiskowe

**Spójność: odniesienia**

**Wybór i walidacja metod**

Postępowanie z obiektami do badań sensorycznych

Zapisy techniczne

**Niepewność pomiaru**

**Kontrola jakości**

- wewnętrzna kontrola jakości
- zewnętrzna ocena jakości (badanie biegłości)

**Raportowanie wyników**

# Wykonywanie badań sensorycznych

# Wykonywanie badań sensorycznych

## Sesja i seria próbek (EA 4/09)

- Zarządzanie sesją badań (zazwyczaj sesja składa się z jednej serii próbek), czas oczekiwania pomiędzy seriami próbek, odstępy pomiędzy kolejnymi próbkami oraz maksymalna liczba próbek na jeden dzień
- Minimalna liczba oceniających wymagana do udziału w sesji; minimalna zalecana liczba to osiem osób zaleca się ograniczenie liczby próbek w sesji, bądź liczby sesji na dzień;
- W trakcie każdej pojedynczej sesji badań wszystkie naczynia muszą być identyczne

# Wykonywanie badań sensorycznych

## **CEL:**

### **Metody badań sensorycznych powinny:**

- Być udokumentowane, przez co powtarzalne
- Mieć jednoznacznie ustalone zasady krok po kroku jak przygotować próbkę , jak przeprowadzić badanie, jak opracować wyniki

### **Celem jest zapewnienie jednolitego, powtarzalnego procesu wykonywania badań.**

- **przez co laboratorium zapewnia ważność wyniku**
- **zapewnia wiarygodność badań**
- **zapewnia powtarzalność badań**

# Wykonywanie badań sensorycznych – przygotowanie próbki do badań

## **Zapewnienie powtarzalności, jednorodności procesu i stabilności obiektów**

- zapewnienie, iż każdy oceniający otrzyma porównywalne próbki – tak samo przygotowane
- zapewnienie, iż obiekty pozostaną stabilne przez cały okres realizacji badania

## **Jak zapewnić powtarzalności, jednorodność i stabilność obiektów:**

- **opracowanie pisemnych procedur obejmujących wszystkie szczegóły przygotowywania próbki**
- ustalenie kryteriów zachowania wymaganej jednorodności i stabilności próbki (uwzględniając wpływ jednorodności i stabilności na ocenę wyników uczestników),
- starannie zaplanować wytworzenie obiektów
- ustalić warunki przechowywania (czas, temperatura, warunki środowiskowe)

# Wykonywanie badań sensorycznych – przygotowanie próbki do badań

## Laboratorium w procedurze przygotowania próbek do badań powinno zawrzeć informację m.in. w zakresie:

- minimalnej wielkości / gramaturze/ objętości próbki jaka będzie podana oceniającemu i jaka jest niezbędna do wykonania badania, która warunkuje dokładność i poprawność oceny
- Ilości osób w zespole np.
  - metoda opisowa (zespół 3, 5 ... osobowy)
  - metoda parzysta (liczba osób, badań i/lub powtórzeń)
- Wyposażeniu – naczyniach stosowanych w badaniu (szklane, ceramiczne, z tworzywa sztucznego, jednorazowe) oraz o sposobie ich mycia i przygotowywania

# Wykonywanie badań sensorycznych – przygotowanie próbki do badań

**Procedura przygotowania próbek do badań może zawierać opis sposobu przygotowania próbek z uwzględnieniem podziału na różnorodność produktów np. żywność w podziale na rodzaje matryc:**

- płynne, homogenne i jednolite w swojej objętości (mleko, napój, woda)
- sproszkowane jednolite
- sypkie niejednolite
- stałe, jednolite w całej masie (ser żółty, duże batony wędlin)
- stałe niejednolite w całej masie (ciasto składające się z warstw)
- stałe, dobrze rozdrobnione (miso mielone)
- produkty stałe o małych lub bardzo małych cząstkach (sałatki, krewetki zboża, pasze, siekane orzechy)

# Wykonywanie badań sensorycznych – przygotowanie próbki do badań

## Próbki do badań: JEDNORODNE

- Homogenne np. sypkie / płynne
- Łatwe do wymieszania,
- Łatwe do przygotowania: przelania, rozsypania do naczyń

## Próbki do badań: NIEJEDNORODNE

- Duże bloki, kawałki, niejednorodne w całej masie, trudne do przygotowania kilku jednorodnych próbek do oceny
- Należy zapewnić by próbki jednostkowe przygotowane z jednej dużej były takie same np.
  - ryba wędzona podawana jako tusza w całości lub połówka, ale cięta wzdłuż
  - Szynka podawana w jednolitych częściach np. w 2 częściach przedniej i środkowej

# Wykonywanie badań sensorycznych – przygotowanie próbki do badań

**Procedura powinna szczegółowo opisywać sposób postępowania podczas przygotowywania próbki m.in.:**

- **Cięcia, krojenia,**
- **Obróbki cieplnej**
  - Zapewnienie by podczas termicznego przetwarzania w jak najmniejszym stopniu zmianie uległy cechy sensoryczne próbki
- **Sposobu rozcieńczania koncentratów**
  - ustalone proporcje
  - ustalony rodzaj nośnika (woda, żywność)

Laboratorium powinno prowadzić dokumentację i zapisy dotyczące sposobu przygotowania próbek tj.:

- obróbki termicznej, czasu gotowania, sposobu upłynniania
- sposobu zaparzania, sposobu rozcieńczania
- wielkości próbki

# Wykonywanie badań sensorycznych – przygotowanie próbki do badań

Dla produktów poddawanych obróbce termicznej poprzez gotowanie:

- Ilość wody: .....[ml]
- Przyprawy , podać jakie: .....
- Czy produkt należy włożyć do wrzącej / czy do zimnej wody\*
- Jeśli badany produkt jest mrożony, czy należy go rozmrozić przed włożeniem przed gotowaniem: TAK / NIE\*
- Czas gotowania (licząc od momentu włożenia produktu do wrzącej wody):  
.....
- Czy produkt należy oceniać bezpośrednio po przygotowaniu, czy należy podawać go po określonym czasie od momentu przygotowania: TAK / NIE\*  
Czas: .....[min]

# Wykonywanie badań sensorycznych – przygotowanie próbki do badań

- Dla produktów poddawanych obróbce termicznej w piekarniku:
- temp. pieczenia: .....
- czas pieczenia (licząc od momentu włożenia produktu do nagrzanego do określonej temp. piekarnika): .....
- Czy produkt należy oceniać bezpośrednio po przygotowaniu, czy należy podawać go po określonym czasie od momentu przygotowania: TAK / NIE\*  
Czas: .....
- Czy należy używać termoobieg: TAK/NIE\*

# Wykonywanie badań sensorycznych – powtarzalność ocen

## Karta wyróżników – ocena sensoryczna


Matryca	Czekolada mleczna
---------	-------------------

Badana cecha	Opis wrażeń sensorycznych	Uwagi
Wygląd ogólny	Charakterystyczny dla produktu. Nie budzi zastrzeżeń. Powierzchnia tabliczki gładka, błyszcząca, bez uszkodzeń i zarysowań. Wygląd zachęcający do spożycia.	
Smak	Typowy dla produktu. Nie budzi zastrzeżeń. Smak czysty, słodki, łagodny, delikatny, wyraźnie wyczuwalny smak miazgi kakaowej i użytych dodatków (rodzynki i orzechy).	
Zapach	Typowy dla badanego produktu. Nie budzi zastrzeżeń. Zapach czysty, słodki, czekoladowy, wyraźnie wyczuwalny zapach miazgi kakaowej i delikatnie wyczuwalny zapach użytych dodatków.	

# Wykonywanie badań sensorycznych – powtarzalność ocen

## Karta wyróżników – ocena sensoryczna

Matryca	Czekolada mleczna
---------	-------------------

Badana cecha	Opis wrażeń sensorycznych	Uwagi
Wygląd ogólny	Charakterystyczny dla produktu. Nie jest charakterystyczny dla produktu. Budzi zastrzeżenia. Nie budzi zastrzeżeń. Powierzchnia tabliczki: <ul style="list-style-type: none"><li>• gładka/ widoczne zarysowania,</li><li>• bez uszkodzeń / z widocznymi uszkodzeniami</li></ul>	
Smak		
Zapach		
.....		
.....		

## Karta oceny sensorycznej - indywidualna

Imię i nazwisko oceniającego:	Jan Kowalski
Data oceny:	19.10.2023
Metoda badawcza:	PN...

Badana cecha	Opis wrażeń sensorycznych*	Uwagi
Wygląd ogólny	<input type="checkbox"/> typowy dla badanego produktu <i>Opisz swoje wrażenia sensoryczne:</i> ..... <input type="checkbox"/> nietypowy dla badanego produktu (opisz przyczynę) <i>Opisz swoje wrażenia sensoryczne:</i> .....	
	<input type="checkbox"/> nietypowy dla badanego produktu (opisz jaki .....) <i>Opisz swoje wrażenia sensoryczne:</i> ..... <input type="checkbox"/> typowy dla badanego produktu <i>Opisz swoje wrażenia sensoryczne:</i> .....	
Smak	<input type="checkbox"/> nietypowy dla badanego produktu (opisz jaki .....) <i>Opisz swoje wrażenia sensoryczne:</i> ..... <input type="checkbox"/> typowy dla badanego produktu <i>Opisz swoje wrażenia sensoryczne:</i> .....	
	<input type="checkbox"/> nietypowy dla badanego produktu (opisz jaki .....) <i>Opisz swoje wrażenia sensoryczne:</i> ..... <input type="checkbox"/> typowy dla badanego produktu <i>Opisz swoje wrażenia sensoryczne:</i> .....	
Zapach	<input type="checkbox"/> nietypowy dla badanego produktu (opisz jaki .....) <i>Opisz swoje wrażenia sensoryczne:</i> ..... <input type="checkbox"/> typowy dla badanego produktu <i>Opisz swoje wrażenia sensoryczne:</i> .....	
	<input type="checkbox"/> nietypowy dla badanego produktu (opisz jaki .....) <i>Opisz swoje wrażenia sensoryczne:</i> ..... <input type="checkbox"/> typowy dla badanego produktu <i>Opisz swoje wrażenia sensoryczne:</i> .....	
.....		
.....		

\*zaznacz odpowiedź, stawiając krzyżyk w odpowiednim polu „”

## Karta oceny sensorycznej

- może zawierać jedynie niezbędne informacje związane z cechami sensorycznymi, które mają być poddane ocenie (w zakresie których przeszkoleni zostali oceniający).

# Wykonywanie badań sensorycznych – tworzenie kart wyróżników sensorycznych

## **Jak stworzyć karty wyróżników dotyczących badanych matryc?**

- Należy zapewnić odpowiednią do zamierzonego zastosowania różnorodność tzw. próbek referencyjnych, oraz określić ich ilość
- Określić jakie badane cechy będą składać się na charakterystykę profilu próbki (np. wygląd ogólny, barwa, konsystencja, zapach, smak)
  - np. dla soku nie tylko konsystencja ale też klarowność,
  - dla konserw (...)
  - Pieczywo – skórka, miękisz
- Zaangażowanie w procedurę wykonawczą odpowiednią ilość oceniających z zespołu

# Wykonywanie badań sensorycznych – tworzenie kart wyróżników sensorycznych

- Opracowanie dla każdej grupy produktów indywidualnych kart wyróżników - zdefiniowanie poszczególnych atrybutów (tj. smaku, zapachu itd.)
- Prezentowanie oceniającym poszczególnych rodzajów próbek,
- Ocena indywidualna próbek (zespół powinien mieć umiejętności w zakresie słownego wyrażania odbierany wrażeń)
- Dyskusja, porządkowanie i wybór wyróżników pochodzących z ocen całego zespołu oraz sporządzenie listy wspólnej
- Dalsza praca nad listą wyróżników, dyskusja, uściślanie cech charakterystycznych, posługiwanie się prawidłową terminologią
- Trening zespołu i dalsze szkolenie podczas kolejnych ocen ( $n$  powtórzeń  $n$  rodzajów próbek). Ilość próbek i powtórzeń powinna być zaplanowana
- Należy zapewnić różnorodność próbek pod względem ich jakości, mają to być próbki o dobrej, dostatecznej i złej jakości

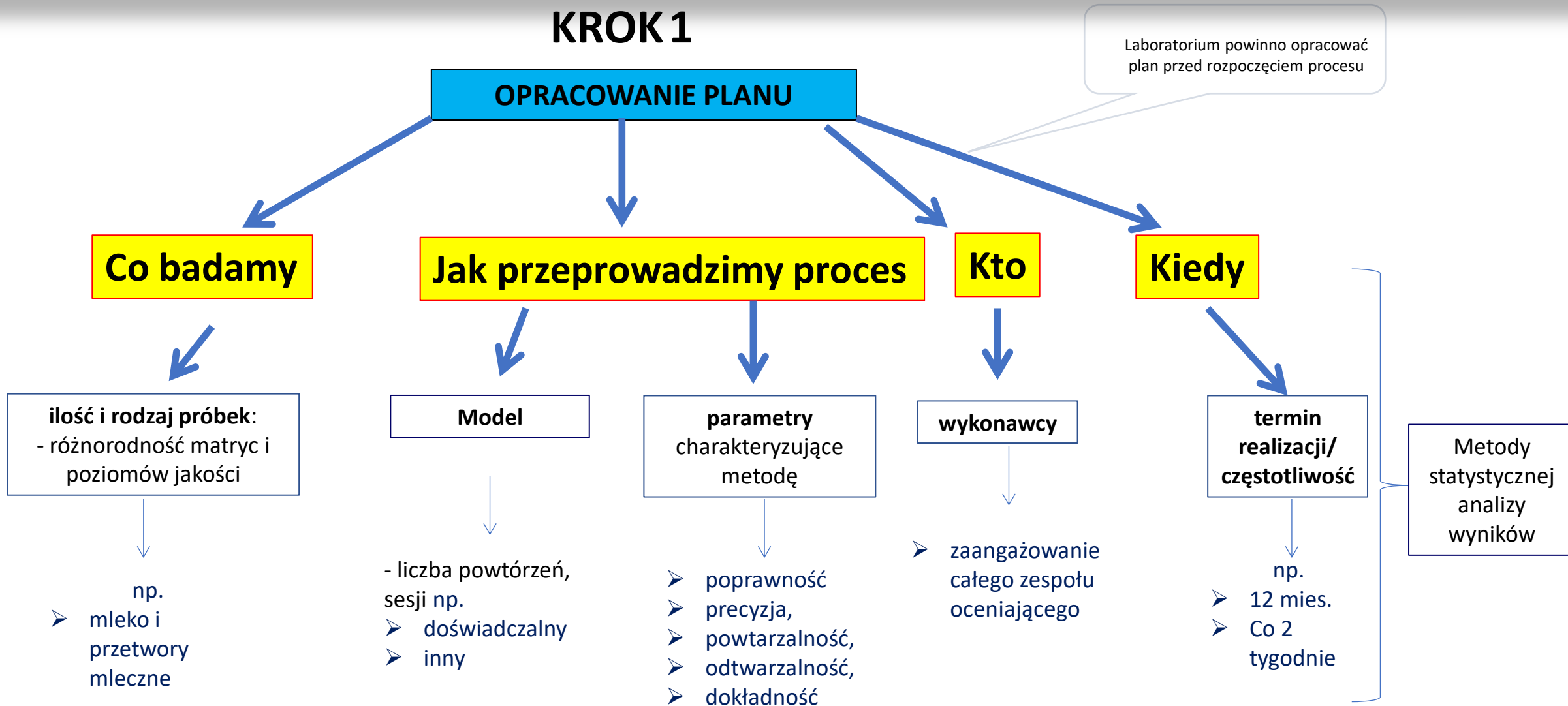
# Wykonywanie badań sensorycznych – tworzenie kart wyróżników sensorycznych

- Opracowanie dla każdej grupy produktów indywidualnych kart wyróżników - zdefiniowanie poszczególnych atrybutów (tj. smaku, zapachu itd.)
- Prezentowanie oceniającym poszczególnych rodzajów próbek,
- Ocena indywidualna próbek (zespół powinien mieć umiejętności w zakresie słownego wyrażania odbierany wrażeń)
- Dyskusja, porządkowanie i wybór wyróżników pochodzących z ocen całego zespołu oraz sporządzenie listy wspólnej
- Dalsza praca nad listą wyróżników, dyskusja, uściślanie cech charakterystycznych, posługiwanie się prawidłową terminologią
- Trening zespołu i dalsze szkolenie podczas kolejnych ocen ( $n$  powtórzeń  $n$  rodzajów próbek). Ilość próbek i powtórzeń powinna być zaplanowana
- Należy zapewnić różnorodność próbek pod względem ich jakości, mają to być próbki o dobrej, dostatecznej i złej jakości

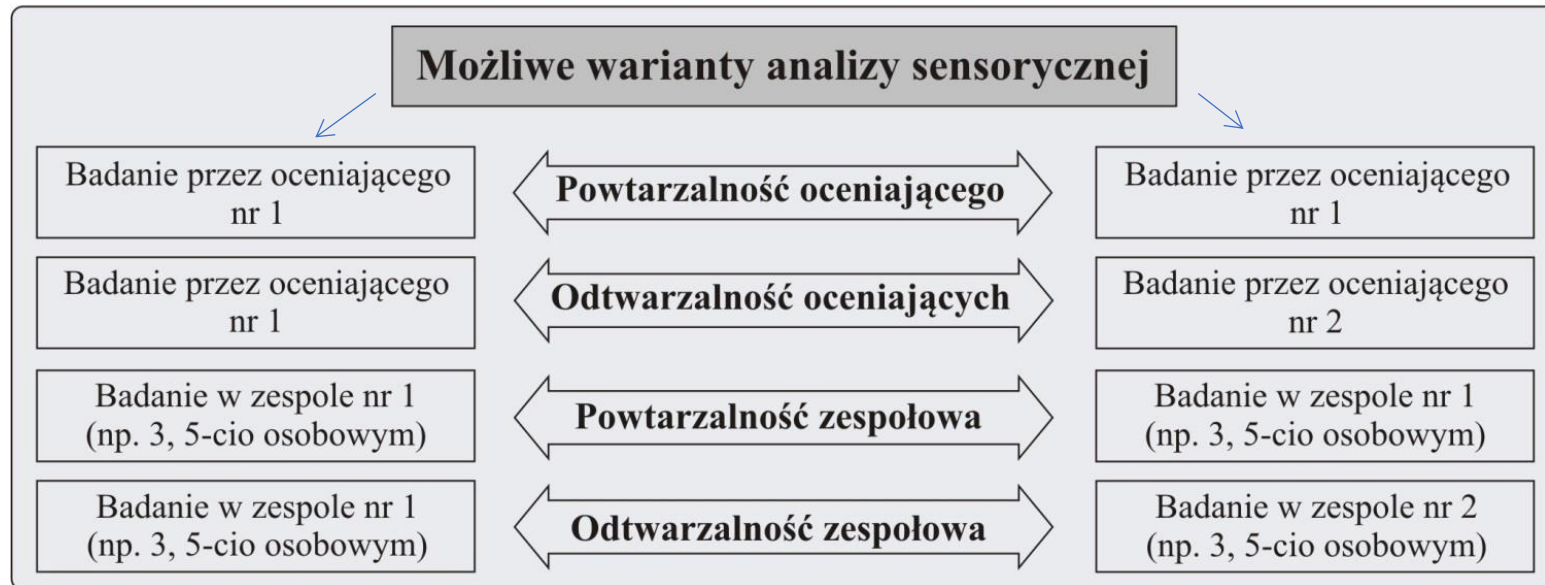
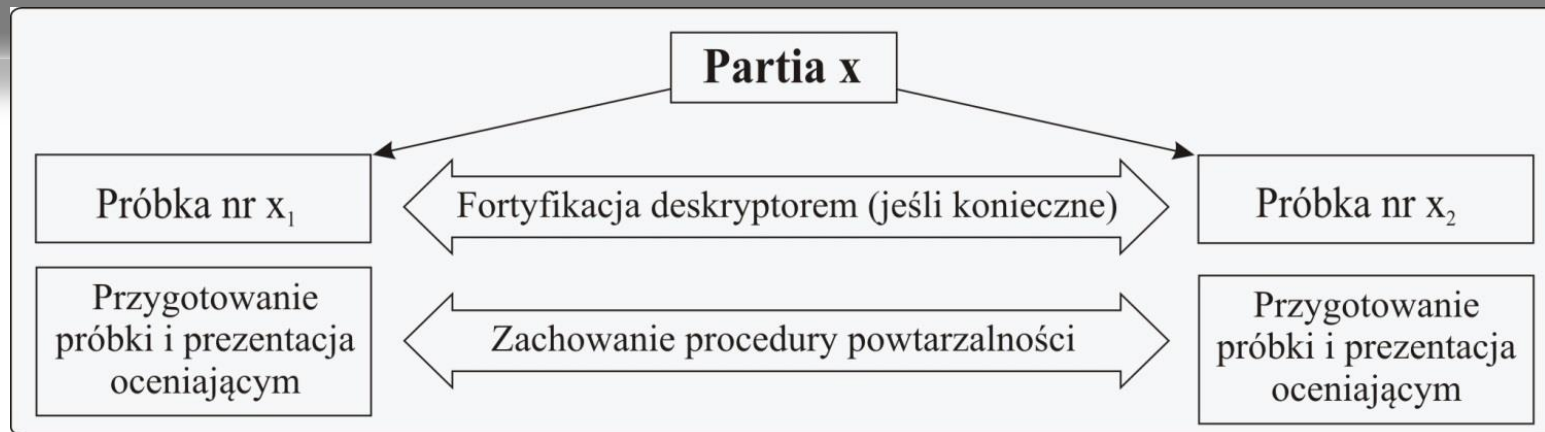
# Walidacja / weryfikacja metod

# Walidacja - proces planowania

## KROK 1



# Walidacja – model doświadczalny



**Zastosowanie w:**

- Walidacja
- monitorowanie waznosci (próbki powtórzone)
- monitorowanie kompetencji

**Wariant 1**

**Wariant 2**

**Wariant 3**

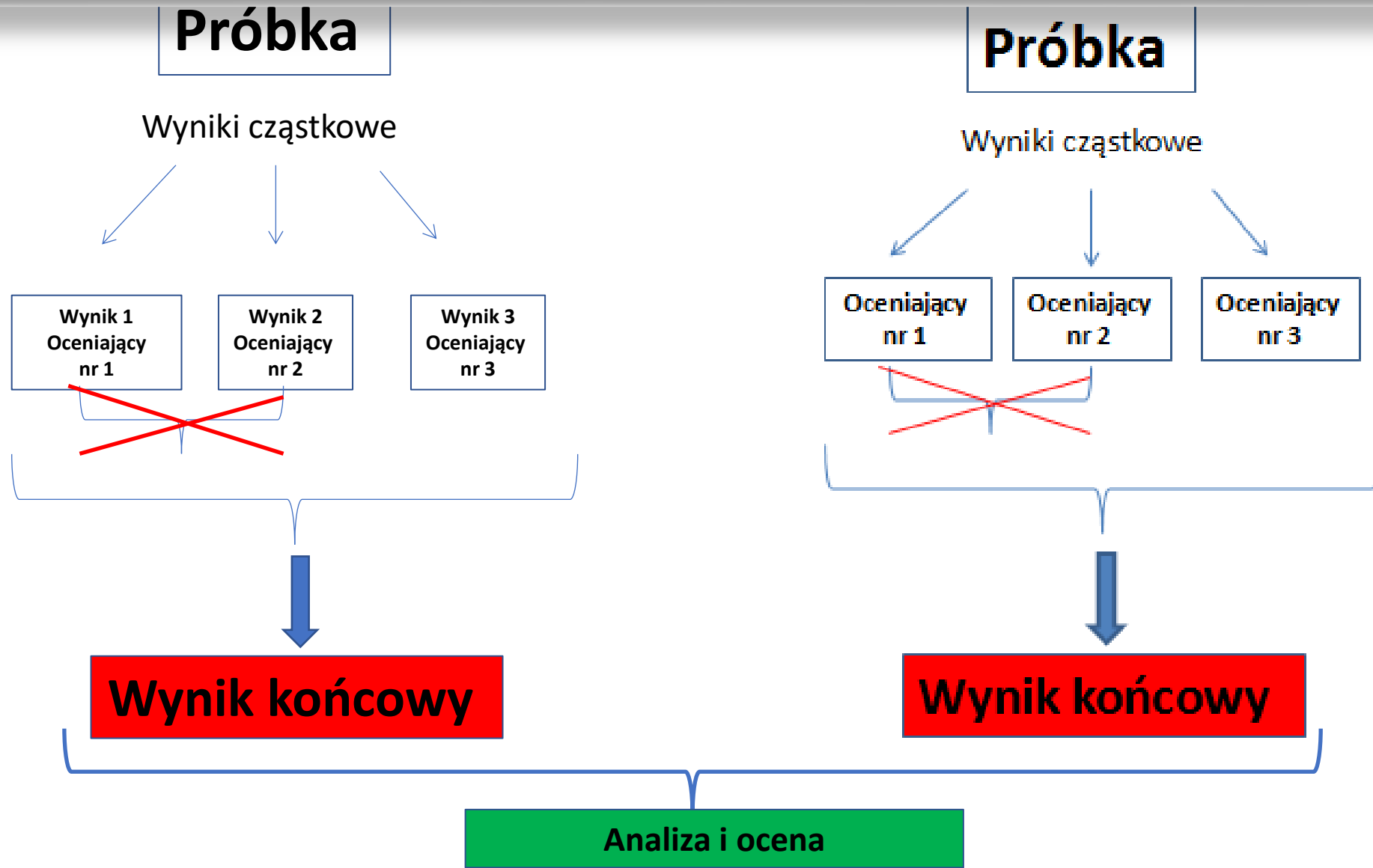
**Wariant 4**

Punktem wyjścia zarówno w technice opisowej, jak i punktowej może być wykorzystanie założeń **modelu doświadczalnego.**

Źródło: *Czyrko J. (i in.), 2015, Walidacja metod sensorycznych do oceny produktów spożywczych, Przemysł Spożywczy, 30-33*

**Podstawowe założenie modelu: praca na końcowych wynikach analiz próbek !!!**

# Walidacja – model doświadczalny



# Walidacja – model doświadczalny

- Model ten może zostać wykorzystany do scharakteryzowania:
  - precyzji,
  - powtarzalności,
  - odtwarzalności,
  - dokładności sensorycznych metod badawczych

**ZAWSZE W POŁĄCZENIU Z ODDZIAŁYWANIEM MATRYCY**

**|**

**PEŁNYM SPEKTRUM JAKOŚCI BADANYCH OBIEKTÓW !!!**

# Walidacja – proces

## Kluczowe w walidacji jest:

- przeprowadzenie serii badań w warunkach rzeczywistych wybranych próbek rutynowych i walidacyjnych zgodnie z metodyką badań –
  - Co powinno dać dane (wyniki) do scharakteryzowania metody badawczej, na podstawie których zostaną obliczone parametry charakteryzujące metodę
- wykorzystanie takiej ilości próbek jaka jest konieczna do wykazania, iż Laboratorium posiada całe spektrum matryc w danej kategorii,
- wprowadzenie próbek o dobrej i złej jakości,
- wykorzystanie w walidacji próbek o dobrej i złej jakości dla każdej z badanych cech – by wykazać, że oceniający są w stanie wykryć daną jakość w próbce i wykazać na jakim poziomie występują wyniki fałszywie dodatnie i ujemne.

# Walidacja – proces

## **Powtarzalność:**

- Zgodność wyników wewnątrz laboratorium (wyrażona najczęściej w %)
- Jest to szansa uzyskania tego samego wyniku w dwóch identycznych próbkach analizowanych w tym samym laboratorium, w warunkach powtarzalności tj. przez tego samego oceniającego, w możliwie najkrótszym czasie

## **Odtwarzalność:**

- Zgodność wyników pomiędzy zespołami / laboratoriami (wyrażona najczęściej w %)
- Jest to szansa uzyskania takich samych wyników badania dwóch identycznych próbek analizowanych przez różne zespoły / w różnych laboratoriach w różnych warunkach analitycznych

# Walidacja – proces

- **dokładność metody** - jest procentem próbek poprawnie zidentyfikowanych wyrażonej jako czułość (próbka dodatnia np. z wadą) i specyficzność (próbka ujemna np. o dobrej jakości)
- **dokładność - próbki dodatnie** – określana jako czułość i wyraża procent poprawnie zidentyfikowanych próbek jako dodatnie (zawierające drobnoustrój specyficzny, poszukiwany)
- **dokładność - próbki ujemne** – określana jako specyficzność i wyraża procent poprawnie zidentyfikowanych próbek jako ujemne (nie zawierające drobnoustroju specyficznego)

# Walidacja – proces

## **Poprawność**

- Poprawność jest to stopień zgodności między wartością średnią otrzymaną z długich serii wyników badania a przyjętą wartością odniesienia

## **Obciążenie**

- Obciążenie jest to różnica między wartością oczekiwaną wyników badania a przyjętą wartością odniesienia.

# Walidacja – proces

## Wskaźniki fałszywie dodatnie i ujemne

- Dzieliąc próbki na
  - „ujemne” czyli te o dobrej jakości sensorycznej i
  - „dodatnie”, tj. o kwestionowanej jakości sensorycznej
- możemy odnieść się do dwóch form dokładności, tj.
  - czułości
  - specyficzności
- Czułość określa stopień poprawnie zidentyfikowanych próbek dodatnich czyli tych z wadą;
- Specyficzność stopień poprawnie zidentyfikowanych próbek jako ujemne – czyli o jakości dobrej.
- W tym celu należałoby przygotować n serii próbek o znanej jakości z wadami i bez wad. Ponieważ oczekuje się, iż laboratoria podejmą działania związane z oceną dokładności stosowanych metod jakościowych stopień zgodności między wynikiem badania a przyjętą wartością odniesienia pozwala na określenie tego wskaźnika.

# Walidacja

## Kryteria oceny wyników – metoda opisowa:

### **STOPIEŃ ZGODNOŚCI MIĘDZY WYNIKIEM BADANIA A WARTOŚCIĄ ODNIESIENIA / wynikiem wartości przypisanej**

Badania opisowe - jako kryterium akceptacji wyników można przyjąć:

- powtarzalność wyników w oparciu o prawidłowe wskazania badanych cech, przy użyciu karty wyróżników/ karty podpowiedzi
- Powtarzalność, jako wystarczający procent poprawnych wskazań danych atrybutów jakości

Czy Laboratorium ustanowiło:

- Kto decyduje o prawidłowości wskazań badanych cech, na jakiej podstawie?
- Kto ocenia powtarzalność wyników badań próbek powtórzonych, na jakiej podstawie?

# Walidacja

## Kryteria oceny wyników – metoda punktowa

Poziomy jakości	
Liczba punktów	Słowna ocena jakości
od 1,00 do 1,50	zła
od 1,51 do 2,50	niedostateczna
od 2,51 do 3,50	dostateczna
od 3,51 do 4,50	dobra
od 4,51 do 5,00	bardzo dobra

## Zestawienie, analiza i ocena uzyskanych wyników:

nr serii	A Wynik zespołu nr 1 [Ilość pkt.]	B wynik zespołu nr 2 [Ilość pkt.]	Ocena wyników
1	3,50	4,00	... ? (różnica 0,5) / (jakość :dst /db)
2	4,2	2,9	... ? (różnica 1,3) / (jakość :dst /db)
3	5,0	3,5	... ? (różnica 1,5) / (jakość :bdb /dst)
4	2,5	3,9	... ? (różnica 1,4) / (jakość :ndost /db)
5	5,0	4,95	... ? (różnica 0,05) / (jakość :bdb /bdb)

# Walidacja

## Kryteria oceny wyników – metoda punktowa

### Co jest właściwym kryterium oceny wyniku?

- Wyniki nie różniące się pomiędzy zespołami/ oceniającym o wartość  $x$  pkt (np. różniące się max. 1 pkt, 1,5 pkt lub 0,5 pkt.)
- Czy wyniki mieszczące się w tej samej klasie jakości?
- Co z przypadkiem gdy różnica jest mała np. 0,5 pkt, ale wskazania świadczą o różnym poziomie jakości.
- Z pojedynczych wyników obliczamy średnią / medianę wyniku, co w przypadku małych różnic stabilizuje wynik
- Normy dopuszczają różnice w pkt pomiędzy oceniającymi, ale czy i jaką różnicę dopuszczamy w poziomie jakości pomiędzy zespołami ???

# Walidacja

## **Analiza i ocena wyników – metoda punktowa.**

- Porównanie wyniku z wartością przypisaną (jeżeli dane są takie same – wynik zadowolający, w przypadku różnych wyników, potrzebna jest opinia ekspercka):
- W przypadku badań klasyfikacyjnych, kiedy wyniki uzyskujemy jako np.  
4=dobry, 5=bardzo dobry - najodpowiedniejszą metodą oceny wyników będzie porównanie wyniku z wartością przypisaną (kierownik zespołu ustala ekspercko wartość przypisaną próbki)

W przypadku badań klasyfikacyjnych, kiedy wyniki uzyskujemy jako dane liczbowe (np. np. 4=dobry, 5=bardzo dobry itp.)

- Niewłaściwym jest wykorzystanie metod statystycznych
- Cyfry jako wynik nie występują w skali interwałowej, tzn. różnica między 1 i 2, nie może być tym samym co różnica między 3 i 4 (tzn., że średnie i odchylenia standardowe nie mogą być interpretowane)

# Walidacja

## Opracowanie dokładnego wykazu próbek wraz z ich opisem, uwzględniający:

Opis próbki, nazwę próbki, (cech charakterystycznych, składu, dodatków itp.) oraz określić czy jest to próbka rzeczywista czy nie np. fortyfikowana, określić wartość przypisaną poszczególnych badanych cech – wszystkich.

Lp.	Rodzaj próbki	Nazwa próbki/ nr identyfikacyjny
1.	Próbka rzeczywista	Konserwa mięsna ...../ próbka nr 1
2.	Próbka rzeczywista	Konserwa mięsna ...../ / próbka nr 2
3.	Próbka rzeczywista	Konserwa mięsna ...../ / próbka nr 3
4.	Próbka walidacyjna	Konserwa mięsna ...../ / próbka nr 4
5.	Próbka rzeczywista	Konserwa mięsna ...../ / próbka nr 5
6.	Próbka rzeczywista	Konserwa mięsna ...../ / próbka nr 6
7.	Próbka walidacyjna	Konserwa mięsna ...../ / próbka nr 7
8.	Próbka rzeczywista	Konserwa mięsna ...../ / próbka nr 8
9.	...	...
10.	...	...

# Walidacja

## Rodzaje próbek

Lp.	Rodzaj próbki	Nazwa próbki/ nr identyfikacyjny	Opis próbki
1.	Próbka Walidacyjna	Konserwa mięsna/ próbka nr 1	Próbka o znanej jakości <i>(próbkę przechowywano po otwarciu przez x dni w temperaturze otoczenia) celem ....</i> <i>Opisz defekt próbki ....</i>
2.	Próbka Walidacyjna	pieczywo/ próbka nr 2	Próbka o znanej jakości <i>Chleb wyprodukowany dnia ....</i> <i>O terminie przydatności ....</i> <i>Podano do oceny dnia .... Celem ....</i> <i>Opisz defekt próbki ....</i>
3.	Próbka walidacyjna	Sok jabłkowy / próbka nr 3	Próbka o znanej jakości <i>Do 1000 ml próbki dodano x ml r-ru substancji wzorcowej x celem uzyskania ....</i>
4.	Próbka walidacyjna	Konserwa mięsna/ próbka nr 4	...
5.	...	...	...

# KARTA weryfikacji / walidacji METODY .....

<b>Norma / Procedura badawcza/ nr/Tytuł:</b>	
<b>Daty prowadzenia badań:</b>	
<b>Oceniający biorący udział w przebiegu procesu:</b>	
<b>Rodzaj próbek:</b>	
<b>Osoba odpowiedzialna za przebieg procesu:</b>	

## Wyniki :

<b>I.p</b>	<b>Parametr charakteryzujący metodę</b>	<b>Kryterium oceny wyniku</b>	<b>Uzyskany wynik</b>	<b>Decyzja akceptacji metody</b>
	Powtarzalność			

- stwierdzenie o przydatności metody do stosowania: stwierdzenie walidacyjne dotyczące metody, wskazującego na jej przydatność / nieprzydatność do zamierzonego zastosowania.
- czy jest w stanie prawidłowo realizować metody przed ich wprowadzeniem, poprzez upewnienie się, że może osiągać wymagane parametry

Podpis osoby odpowiedzialnej za proces: .....

Podpis osoby zatwierdzającej proces: .....

# Ocena niepewności pomiaru

# Niepewność pomiaru

## **Niepewność pomiaru (VIM 2.26)**

Nieujemny parametr charakteryzujący rozproszenie wartości wielkości przyporządkowany do menzurandu, obliczony na podstawie uzyskanej informacji.

# Niepewność pomiaru

## **PN-EN ISO/IEC 17025:2018-02**

**Laboratorium powinno identyfikować składowe niepewności pomiaru.**

Przy ocenie niepewności pomiaru należy wziąć pod uwagę wszystkie istotne składowe.

**Laboratorium, które wykonuje badania, powinno oceniać niepewność pomiaru.**

**W przypadku gdy metoda badawcza wyklucza ścisłą ocenę niepewności pomiaru, szacowanie powinno być oparte na wiedzy o zasadach teoretycznych lub praktycznym doświadczeniu w realizacji metody.**

# Niepewność pomiaru

## EA 4/09

- Badania sensoryczne należą do kategorii tych, w przypadku których społeczność naukowa musi opracować strategię oceny niepewności pomiaru.
- W niektórych przypadkach, gdy rozważane są badania ilościowe, **wystarczające może być podanie tylko odtwarzalności.**

## ILAC-G17:01/2021

**Quality assurance of qualitative analysis** in the framework of the European project MEQUALAN, Accred Qual Assur (2003) 8:68-77

**IFCC-IUPAC Recommendations** 2017 Vocabulary on nominal property, examination, and related concepts for clinical laboratory sciences, Pure Appl. Chem. 90 (2018) 913– 935

# Niepewność pomiaru

## ILAC-G17:01/2021

- W niektórych dziedzinach badań niepewność pomiaru nie może być wyrażona jako niepewność rozszerzona wyniku badania (np. badania lub testy jakościowe) inne podejście do oceny niepewności pomiaru, takie jak np. **prawdopodobieństwo fałszywie pozytywnych lub fałszywie negatywnych wyników badań**, może być bardziej odpowiednie.
- Ocena niepewności pomiaru ma również zastosowanie dla pomiarów ilościowych, gdy końcowy rezultat jest wyrażony jako wynik jakościowy (np. spełnia / nie spełnia)

# Niepewność pomiaru

## Techniki w analizie sensorycznej

- opisowa / prosty test opisowy
- punktowa
- profilowanie
- różnicowa (parzysta, trójkątowa)
- skalowania

# Niepewność pomiaru

Identyfikacja głównych źródeł niepewności w badaniach sensorycznych:

- ✓ ...
- ✓ ...
- ✓ ...
- ✓ ...

# Niepewność pomiaru

## Metody opisowe

### Identyfikacja głównych źródeł niepewności w badaniach sensorycznych:

- ✓ **Personel** / zespół oceniających / oceniający / kierownik zespołu (zarówno przygotowujący próbkę do badań jak i zespół oceniający próbkę)
- ✓ etap przygotowania próbki do badań (dzielenie próbki, porcjowanie, przelewanie, podgrzewanie / pieczenie / smażenie / rozpuszczanie, prezentacja oceniającym)
- ✓ zastosowana metoda badawcza
- ✓ zastosowane wyposażenie pomiarowe / pomocnicze
- ✓ wykorzystywane pomieszczenia i warunki środowiskowe

# Niepewność pomiaru

## Metody punktowe

❑ **Wina i miody pitne** / Barwa, klarowność, aromat i smak / Zakres: (4-20) pkt /  
Metoda punktowa wg PN-90/A-79120/02

❑ **Koncentraty spożywcze** / Wygląd, barwa, zapach, konsystencja/ Zakres: (1-5) pkt/  
Metoda punktowa wg PN-A-79011-2:1998 pkt 2.2 + Az1:2000

W przypadku badań klasyfikacyjnych, kiedy wyniki uzyskujemy jako dane liczbowe (np. np. 4=dobry, 5=bardzo dobry itp.)

- Niewłaściwym jest wykorzystanie metod statystycznych
- Cyfry jako wynik nie występują w skali interwałowej, tzn. różnica między 1 i 2, nie może być tym samym co różnica między 3 i 4 (tzn., że średnie i odchylenia standardowe nie mogą być interpretowane)

**(źródło ISO 17043)**

# Spójność pomiarowa

# Spójność pomiarowa

## **Laboratorium powinno ustanowić i utrzymywać spójność pomiarową wyników pomiarów poprzez:**

- Laboratorium powinno zapewnić, aby wyniki pomiarów były powiązane z Międzynarodowym Układem Jednostek Miar (SI) poprzez:
  - wzorcowanie przeprowadzone przez kompetentne laboratorium; lub
  - certyfikowane wartości certyfikowanych materiałów odniesienia o wykazanej spójności pomiarowej z SI dostarczanych przez kompetentnego producenta
- Jeżeli spójność pomiarowa z jednostkami SI nie jest technicznie możliwa, laboratorium powinno wykazać spójność pomiarową z właściwym odniesieniem, np.
  - certyfikowane wartości certyfikowanych materiałów odniesienia dostarczanych przez kompetentnego producenta;
  - wyniki referencyjnych procedur pomiarowych, określonych metod lub uzgodnionych wzorców, które są szczegółowo opisane i zaakceptowane jako dostarczające wyniki pomiarów przydatne do ich zamierzonego zastosowania i które są potwierdzone właściwym porównaniem.

# Spójność pomiarowa

DA – 06

**W szczególnych przypadkach uzasadnionych względami technicznymi, gdy brak jest dostępnych CRM wskazanych w pkt. od 1) do 3), CAB może ustanowić spójność pomiarową stosując:**

- CRM wyprodukowane przez kompetentnych producentów materiałów odniesienia, spełniających wymagania normy PN-EN ISO 17034,
- CRM wytworzone przez CAB na potrzeby wewnętrznego zapewnienia spójności pomiarowej (w ramach tzw. produkcji in-house) zgodnie z mającymi zastosowanie wymaganiami normy PN-EN ISO 17034.

# Spójność pomiarowa

## DA – 06

CAB, ustanawiając spójność pomiarową przy zastosowaniu CRM wskazanych w ppkt. 4) i ppkt. 5), powinna dysponować miarodajnymi dowodami potwierdzającymi spełnienie przy produkcji (wytwarzaniu) CRM mających zastosowanie wymagań normy PN-EN ISO 17034.

Dowody te powinny dotyczyć, nie ograniczając się tylko do tego:

- planu produkcji (wytwarzania) CRM,
- walidacji metod pomiarowych stosowanych do oceny jednorodności oraz oceny i monitorowania stabilności CRM z uwzględnieniem pobierania próbek,
- strategii i metody charakteryzowania CRM,
- przypisywania wartości właściwości CRM oraz ich niepewności,
- metod statystycznych stosowanych przy produkcji (wytwarzaniu) CRM,
- spójności pomiarowej wartości certyfikowanej.

**W kontekście powyższych wymagań, kompetentnym producentem CRM jest producent spełniający wymagania normy PN-EN ISO 17034.**

Potwierdzenie ważności wyników

# Potwierdzanie ważności wyników

## **Projektujemy plan – monitorowanie wewnętrzne – kluczowe procesy**

- **Wybór, szkolenia i weryfikacja oceniających** w zakresie wrażliwości sensorycznej oceniających
  - Sprawdzenie wrażliwości sensorycznej (rozpoznawanie smaków i zapachów) poszczególnych oceniających
  - Sprawdzenie progów wrażliwości sensorycznej smaku i zapachu poszczególnych oceniających
- **powtarzanie badań**, wprowadzenie próbki kontrolnej (badania w warunkach powtarzalności i odtwarzalności, monitorowanie ocen - analizowanie wyników, trendów)
  - monitoring precyzji poszczególnych oceniających
  - monitoring precyzji zespołu
  - monitoring zmienności metody badawczej w czasie
  - możliwość szybkiej reakcji na pojawiające się czynniki krytyczne
- **Zapewnienie odpowiedniej różnorodności matryc w ramach przedmiotu badań**
- **Zapewnienie odpowiedniej jakości próbek** tzw. próbek dodatnich i ujemnych (te o dobrej jakości i charakterystycznych cechach oraz te o cechach niecharakterystycznych i złej jakości)
- **Objęcie procesem wszystkich właściwości sensorycznych procesu** (wszystkie badane cechy)
- **stosowanie materiałów odniesienia**, materiałów do kontroli jakości,
- **stosowanie wzorców kontrolnych lub roboczych** z kartami kontrolnymi

# Potwierdzanie ważności wyników

## **Projektujemy plan – monitorowanie wewnętrzne – pozostałe procesy**

- monitorowanie środowiska wykonywanych badań
- nadzór nad wyposażeniem pomiarowo – badawczym
- nadzór nad odniesieniami stosowanymi do badań
- korelację wyników dotyczących różnych właściwości obiektu
- przegląd uzyskanych wyników
- porównania wewnątrzlaboratoryjne
- badanie próbek ślepych

# Stwierdzenia zgodności / niezgodności Opinie i interpretacje

# Stwierdzenia zgodności

## Zasada podejmowania decyzji

- zasada opisująca, w jaki sposób niepewność pomiaru jest uwzględniana przy określaniu zgodności z wyspecyfikowanym wymaganiem

## Przedstawianie stwierdzeń zgodności

Gdy przedstawiane jest stwierdzenie zgodności ze specyfikacją lub wymaganiem, laboratorium powinno:

1. udokumentować przyjętą zasadę podejmowania decyzji, biorąc pod uwagę poziom ryzyka związanego z przyjętą zasadą (takiego jak błędna akceptacja i błędne odrzucenie oraz założenia statystyczne)
2. zasada podejmowania decyzji powinna być jasno określona
3. Laboratorium powinno zastosować zasadę podejmowania decyzji
4. wymaganie powinno być jasno określone

# Stwierdzenia zgodności

W przypadku gdy klient wymaga stwierdzenia zgodności ze specyfikacją lub wymaganiem dotyczącym badania (np. spełnia / nie spełnia, w granicach tolerancji/poza granicami tolerancji), stwierdzenia zgodności mogą być dokonywane tylko w przypadkach, w których spełnione są poniższe warunki:

- **wyniki badań są podane wraz z niepewnością pomiaru**
- **wybrano, uzgodniono z klientem i udokumentowano zasadę podejmowania decyzji**
- **wskazano wymaganie / specyfikację**

*ISO 17025*

# Stwierdzenia zgodności

**stwierdzenia zgodności w rozumieniu tego procesu wg ISO 17025 nie powinny być dokonywane w odniesieniu do:**

- wyników badań jakościowych
- wyników badań opisowych
- wyników badań ilościowych dla których nie podano niepewności
- wyników bez określonych wymagań / specyfikacji

W tych przypadkach stwierdzenie o spełnieniu lub niespełnieniu wymagań może być zamieszczane w ramach opinii i interpretacji.

Np. Gdy mamy specyfikację do produktu o wskazanych cechach, którym powinien odpowiadać produkt lub podanych cechach które dyskwalifikują produkt.

# Stwierdzenia zgodności

## Badania sensoryczne: wyniki jakościowe / opisowe, wyniki bez podanej niepewności

W przypadku wielu powszechnie stosowanych sensorycznych metod badawczych:

- **brak jest możliwości ścisłego, metrologicznie i statystycznie uzasadnionego obliczenia niepewności pomiaru.**
- Przedstawione przez Laboratorium w sprawozdaniach z badań stwierdzenie „Badana próbka zgodna z wymaganiami podanymi w normie PN ..... / specyfikacji producenta, mając na względzie charakter jakościowy badań może nie odzwierciedlać wymagań właściwych dla stwierdzeń zgodności z wymaganiami.
- Takie stwierdzenia (o spełnieniu / niespełnieniu danego wymagania) mogą być właściwe dla opinii i interpretacji, nie zaś stwierdzeń zgodności z wymaganiami, w rozumieniu wymagań normy ISO 17025

Na etapie przeglądu zlecenia, należałoby poinformować klienta jakie możemy zaproponować mu rozwiązania w przypadku braku możliwości dokonania stwierdzenia zgodności w niektórych przypadkach badań sensorycznych.

# Opinie i interpretacje

## **Badania sensoryczne: wyniki jakościowe / opisowe, wyniki bez podanej niepewności**

### **Formułowanie opinii i interpretacji - przykłady**

*W zakresie przebadanych parametrów: smak, zapach, barwa, wygląd ogólny w niniejszym sprawozdaniu z badań nr 12345 z dnia 25.09.2023 wyniki badań próbki o kodzie nr 1234/23 nie odpowiadają wymaganiom określonym w Rozporządzeniu WE ... z dnia .... ustanawiającego wymagania w odniesieniu do metod analizy oraz oceny jakości mleka i przetworów mlecznych. W próbce o kodzie nr 1234 stwierdzono obcy smak i zapach.*

*W zakresie przebadanych parametrów: smak, zapach, barwa, wygląd ogólny w niniejszym sprawozdaniu z badań nr 3456 z dnia 18.09.2023 wyniki badań próbki o kodzie nr 3456/23 odpowiadają wymaganiom określonym normie PN ..... „Wytyczne do oceny zgodności właściwości cech sensorycznych ze specyfikacjami produktu z zastosowaniem metody punktowej”.*

*Dziękuję za uwagę*