

# ***Ocena zewnętrznych dostawców***

## WYBÓR PROGRAMU PT



- ✓ *STRATEGIA UCZESTNICTWA (np. dokument DA-05);*
- ✓ *DOSTĘPNOŚĆ PROGRAMÓW PT/ILC;*
- ✓ *JAKOŚĆ PROGRAMU – PROGRAM „**FITNESS FOR PURPOSE**”*

# WYBÓR PROGRAMU PT

## ***KRYTERIA DOBORU PROGRAMU PT - „FITNESS FOR PURPOSE”***

- ✓ *LICZBA PRÓBEK, MATRYC I POZIOMÓW JAK NAJBARDZIEJ ZBLIŻONA DO RUTYNOWYCH;*
- ✓ *ODPOWIEDNI MODEL STATYSTYCZNY ;*
- ✓ *LICZBA I „RODZAJ” UCZESTNIKÓW;*
- ✓ *WYSTARCZAJĄCA CZĘSTOŚĆ RUND DOSTĘPNYCH W PROGRAMIE;*
- ✓ *WYMAGANIA NORMY ISO/IEC 17043;*
- ✓ *ROLA EDUKACYJNA ORGANIZATORA – ZAWARTOŚĆ RAPORTU POZWALAJĄCA NA WYKORZYSTANIE DANYCH W SYSTEMIE STEROWANIA JAKOŚCIĄ;*

# KRYTERIA DOBORU PROGRAMU PT - „FITNESS FOR PURPOSE”

## KRYTERIA DOBORU ORGANIZATORA PROGRAMU PT

parametr:  
 obiekt PT:  
 metoda:  
 organizator PT:  
 program PT:

Kryteria wyboru	tak	nie	ocena
Czy obiekt jest zbliżony do rutynowego			
Czy zakres stężeń jest odpowiedni dla laboratorium			
Czy częstość rund jest wystarczająca			
Czy organizator jest akredytowany/renomowany			
Czy organizator posiada politykę zapobiegania zмовie i fałszowaniu wyników			
Czy organizator oferuje możliwość wykonania badań różnymi metodami			
Czy organizator oferuje możliwość wykonania badań przez różnych analityków			
Czy organizator posiada politykę postępowania w razie zagubienia/uszkodzenia obiektu			
Czy jest odpowiednia liczba uczestników			
Adekwatność modelu statystycznego do celu programu PT			
Forma edukacyjna raportu			
Komunikacja z uczestnikami			

Wnioski:

Program zgodny z wymaganiami:  Program nie zgodny z wymaganiami:

Opracował

Zatwierdził

Data i podpis

Data i podpis

Na podstawie: Eurachem, Second Edition 2011 „ Selection, Use and Interpretation of PT schemes

**POLITYKA  
DOTYCZĄCA UCZESTNICTWA  
W BADANIACH BIEGŁOŚCI**

**DA-05**

Laboratorium jest odpowiedzialne za wybór odpowiedniego organizatora PT.

Laboratorium powinno brać udział w programach PT organizowanych przez kompetentnych organizatorów PT. Jako kompetentni są uznawani akredytowani organizatorzy PT oraz organizatorzy, którzy spełniają wymagania normy PN-EN ISO/IEC 17043.

Przy planowaniu uczestnictwa w programach PT laboratoria wykonujące działalność laboratoryjną **na potrzeby obszaru regulowanego wymaganiami przepisów prawa lub postanowieniami organizacji udzielających uznania funkcjonujących w określonym obszarze gospodarki lub sektorze, powinny uwzględniać uwarunkowania związane z rodzajem programu PT, organizatorem PT oraz poziomem i częstotliwością uczestnictwa, wynikające z mających zastosowanie postanowień przepisów branżowych i sektorowych.**

W przypadku udziału w programach PT organizowanych przez nieakredytowanych organizatorów PT, w sytuacji gdy są dostępne programy PT organizowane przez akredytowanych organizatorów PT, laboratorium powinno przedstawić argumenty uzasadniające dokonany wybór.

Ponadto, w przypadku udziału laboratorium w programach PT organizowanych przez nieakredytowanych organizatorów, **laboratorium powinno posiadać dowody** spełnienia przez organizatora przy organizacji programu PT mających zastosowanie wymagań normy PN-EN ISO/IEC 17043 jako dostawcy usług zewnętrznych.

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

- **planu** realizacji programu PT;
- **kompetencji technicznych organizatora PT** w odniesieniu do badań, pomiarów i/lub wzorcowań wykorzystywanych w programie PT do badania jednorodności i stabilności obiektów PT (spełnienie mających zastosowanie wymagań normy PN-EN ISO/IEC 17025 przez laboratorium własne organizatora PT lub laboratorium podwykonawcy organizatora PT, jeżeli dotyczy);
- **modelu statystycznego** i metod analizy danych wykorzystywanych do określenia wartości przypisanej i oceny rezultatów uczestników;
- **procedury wyznaczania wartości przypisanych** dla wielkości mierzonych lub właściwości w programie PT, uwzględniającej spójność pomiarową i niepewność pomiaru.

**„PN - EN ISO/IEC 17043:2011  
„Ocena Zgodności  
- Ogólne wymagania dotyczące  
badań biegłości”**

## **4.4 PROJEKTOWANIE PROGRAMÓW BADANIA BIEGŁOŚCI**

### **4.4.1 PLANOWANIE**

4.4.1.1 Organizator badań biegłości powinien określić i planować te procesy, które mają bezpośredni wpływ na jakość programu badania biegłości oraz powinien zapewnić, że są one realizowane zgodnie z określonymi procedurami

#### **4.4.1.2 Organizator nie powinien podzlecać planowania programu badań biegłości**

4.4.1.3 Organizator badań biegłości przed rozpoczęciem realizacji programu badania biegłości powinien udokumentować jego plan, który powinien odnosić się do celów, zamiarów i podstawowego projektu programu badania biegłości, łącznie z poniższymi informacjami i, tam gdzie to właściwe, przyczynami ich wyboru lub wyłączenia:

- a) nazwa i adres organizatora programu badania biegłości;
- b) nazwa, adres i przynależność koordynatora i innych osób zaangażowanych w projektowanie i działanie programu badania biegłości;
- c) działania, które będą podzlecane oraz nazwy i adresy podwykonawców włączonych w realizację programu badania biegłości;
- d) Kryteria uczestnictwa, które należy spełnić;
- e) liczba i rodzaj oczekiwanych uczestników programu badania biegłości;
- f) **wybór wielkości mierzonej(-ych) lub właściwości objętych określoną rundą badania biegłości, łącznie z informacją, co uczestnicy mają identyfikować, mierzyć lub badać;**
- g) opis zakresu wartości lub właściwości, lub obydwu, spodziewanych dla obiektów badania biegłości;

- h) potencjalne główne źródła błędów występujących w odniesieniu do oferowanego badania biegłości;
- i) wymagania dotyczące sposobu wytwarzania, sterowania jakością, magazynowania i dystrybucji obiektów badania biegłości;
- j) racjonalne środki zapobiegawcze w celu zapobieżenia zмовie pomiędzy uczestnikami lub fałszowaniu wyników oraz procedury, które będą uruchomione, jeżeli mieć będzie miejsce podejrzenia zмовy lub fałszowania wyników;
- k) opis informacji, które należy dostarczyć uczestnikom oraz harmonogram realizacji kolejnych etapów programu;
- l) dla ciągłych programów badania biegłości, częstość lub daty dystrybucji obiektów badań biegłości do uczestników, ostateczne terminy przekazania wyników przez uczestników i, jeżeli jest to właściwe, daty, kiedy uczestnicy powinni wykonać badania lub pomiary;
- m) wszelkie informacje dotyczące metod lub procedur, potrzebne uczestnikom do przygotowania materiału do badań i przeprowadzenia badań lub pomiarów;
- n) **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;**
- o) przygotowanie jednolitych form sprawozdań, które będą stosować uczestnicy;
- p) dokładny opis analizy statystycznej, która będzie stosowana;
- q) źródło, spójność pomiarowa i **niepewność** pomiaru każdej wartości przypisanej;
- r) kryteria oceny rezultatów działania uczestników;
- s) opis danych, raportów pośrednich lub informacji, które należy przekazać zwrotnie uczestnikom;
- t) określenie zakresu, w jakim zostaną opublikowane wyniki uczestników, i wnioski wynikające z programu badania biegłości oraz
- u) **działania, które należy podjąć w wypadku zaginięcia lub uszkodzenia obiektów badania biegłości;**

## 4.8 SPRAWOZDANIA

- Sprawozdania z badań biegłości powinny być jasne i kompletne oraz zawierać dane obejmujące wyniki wszystkich uczestników, wraz ze wskazaniem ich indywidualnych rezultatów działania. Autoryzacja końcowego sprawozdania nie powinna być podzlecana.

Uwaga: Jeżeli wszystkie dane oryginalne nie mogą być przekazane uczestnikom, można im dostarczyć podsumowanie wyników, np. w postaci tabelarycznej lub w formie graficznej.



**W sprawozdaniach z programów badań biegłości powinny się znajdować następujące informacje, chyba że jest to niewłaściwe lub organizator ma poważne powody aby ich nie umieszczać :**

- a) nazwa i dane kontaktowe organizatora badania biegłości;
- b) nazwa i dane kontaktowe koordynatora programu;
- c) nazwiska, funkcje i podpisy lub inna równoważna identyfikacja osób autoryzujących sprawozdanie;
- d) wskazanie działań, które były podzlecane przez organizatora badania biegłości;
- e) data wydania i status sprawozdania (np.: wstępny, pośredni lub końcowy) ;
- f) liczba stron i wyraźna identyfikacja końca sprawozdania;
- g) oświadczenie dotyczące stopnia poufności wyników;
- h) numer sprawozdania i jednoznaczna identyfikacja programu;
- i) dokładny opis wykorzystywanych obiektów badania biegłości, łącznie ze szczegółami dotyczącymi przygotowywania obiektów badania biegłości i badania jednorodności i stabilności;

- j) wyniki uczestników;
- k) dane statystyczne oraz podsumowanie, łącznie z wartościami przypisanymi i zakresem wyników akceptowalnych oraz graficzną prezentacją;
- l) procedury stosowane do wyznaczania każdej wartości przypisanej;
- m) szczegóły dotyczące spójności pomiarowej i niepewności pomiaru każdej wartości przypisanej;
- n) procedury wykorzystywane w celu wyznaczania odchylenia standardowego dla oceny biegłości lub inne kryteria oceny;
- o) wartości przypisane i zestawienia statystyczne dla metod/procedur badań stosowanych przez każdą grupę uczestników (jeśli różne metody były stosowane przez różnych uczestników);
- p) komentarz organizatora i doradców technicznych dotyczących osiągniętych rezultatów działania uczestników;
- q) informacja o projekcie i wdrożeniu programu badania biegłości;
- r) procedury wykorzystywane do statystycznej analizy danych;
- s) wskazówki dotyczące interpretacji analizy statystycznej oraz
- t) komentarze i zalecenia, wynikające z rezultatów danej rundy badania biegłości;

# **STATYSTYCZNE METODY OPRACOWANIA WYNIKÓW**

Zgodnie PN-EN ISO/IEC 17043:2011 w badaniach biegłości  
Można wyróżnić trzy etapy statystycznej oceny wyników:

- Wyznaczanie wartości przypisanej i jej niepewności
- Obliczenie statystycznych wskaźników charakteryzujących uzyskane rezultaty
- Ocena rezultatów działania

W niektórych przypadkach przeprowadza się także testy jednorodności i stabilności obiektów badań.

# WYZNACZANIE WARTOŚCI PRZYPISANEJ

## Procedury określania wartości przypisanej:

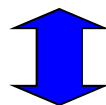
**5 różnych metod** wyznaczenia wartości przypisanej i jej niepewności

Za **wybór** odpowiedniej metody **odpowiedzialny** jest **organizator** programu PT/ILC

#### **4.4.5. WARTOŚCI PRZYPISANE**

- Organizator badań biegłości powinien udokumentować procedurę oznaczania wartości przypisanych dla wielkości mierzonych lub właściwości w określonym programie badania biegłości. Procedura ta powinna uwzględniać spójność pomiarową i niepewność pomiaru wartości przypisanej, co jest wymagane w celu wykazania odpowiedniości projektu badań biegłości dla założonego celu.

**UWAGA: Spójność pomiarowa nie zawsze jest możliwa lub stosowna.**



- Programy badań biegłości w obszarach wzorcowań powinny mieć wartości przypisane ze spójnością pomiarową oraz niepewnością pomiaru;
- Dla programów badań biegłości w obszarach innych niż wzorcowanie, potrzeba i wykonalność dotyczące spójności pomiarowej i związanej niepewności pomiaru wartości przypisanej powinny być określone z uwzględnieniem określonych wymagań uczestników lub innych zainteresowanych stron, lub poprzez projekt programu badania biegłości;

Uwaga: wymagany łańcuch spójności pomiarowej może się różnić w zależności od rodzaju obiektu badań biegłości, wielkości mierzonej lub właściwości a także dostępności spójnych wzorcowań i materiałów odniesienia.

**Jeżeli wartość uzgodniona jest używana jako wartość przypisana, organizator badań biegłości powinien udokumentować przyczynę takiego wyboru oraz powinien oszacować niepewność wartości przypisanej zgodnie z opisem w planie programu badania biegłości;**

- Organizator badań biegłości powinien mieć politykę dotyczącą ujawniania wartości przypisanej.

# WYZNACZANIE WARTOŚCI PRZYPISANEJ

- **Procedury określania wartości przypisanej:**
  1. **Znane wartości – określone poprzez specyficzny sposób przygotowywania obiektu;**
  2. **Certyfikowane materiały odniesienia – użycie CRM;**
  3. **Wartości odniesienia – określone poprzez porównanie z materiałem odniesienia lub wzorcem;**
  4. **Wartości uzgodnione przez laboratoria wiodące – określone na podstawie wyników laboratoriów eksperckich;**
  5. **Wartości uzgodnione przez uczestniczące laboratoria – określone na podstawie wyników laboratoriów uczestniczących;**

- **Wyznaczanie standardowej niepewności wartości przypisanej określonej metodą znanych wartości: zgodnie z prawem propagacji niepewności i procedurami GUM;**
- **Wyznaczanie standardowej niepewności wartości przypisanej określonej metodą certyfikowanych wartości odniesienia: na podstawie informacji zawartych w certyfikacie zgodnie z prawem propagacji niepewności i procedurami GUM;**

# WYZNACZANIE NIEPEWNOŚCI WARTOŚCI PRZYPISANEJ

$$\mu(x_{pt}) = \sqrt{\mu_{char}^2 + \mu_{hom}^2 + \mu_{trans}^2 + \mu_{stab}^2}$$

$\mu_{(x_{pt})}$  – niepewność standardowa z powodu transportu obiektów PT

$\mu_{char}$  – niepewność standardowa z charakteryzacji obiektu PT

$\mu_{hom}$  – niepewność standardowa z powodu niejednorodności obiektów PT

$\mu_{trans}$  – niepewność standardowa z powodu transportu obiektów PT

$\mu_{stab}$  – niepewność standardowa z powodu niestabilności obiektów PT

**Wartości odniesienia – określone poprzez porównanie z materiałem odniesienia lub wzorcem**

**Wartość przypisana**

$$x_{pt} = x_{CRM} + \bar{d}$$

*$x_{CRM}$  – certyfikowana wartość odniesienia*

*$x_{pt}$  – wartość przypisana*

*$d_i$  – różnica między wynikiem uzyskanym z obiektu badania biegłości a CRM*

*$\bar{d}$  – średnia z różnic  $d_i$*

**Wartości odniesienia – określone poprzez porównanie z materiałem odniesienia lub wzorcem**

**Niepewność wartości przypisanej**

$$\mu_{pt} = \sqrt{\mu_{CRM}^2 + \mu_{\bar{d}}^2}$$

$\mu_{pt(RM)}$  – niepewność standardowa wartości przypisanej (obiektu badania biegłości – materiału odniesienia RM)

$\mu_{CRM}$  – niepewność standardowa CRM

$\mu_{\bar{d}}$

– standardowa niepewność różnic między materiałem odniesienia (obiekt ba

a certyfikowanym materiałem odniesienia

- **Wyznaczanie wartości przypisanej i jej niepewności metodą wartości uzgodnionych przez laboratoria wiodące:**

Wyznaczana jako średnia wyników laboratoriów wiodących z zastosowaniem odpornego algorytmu szacowania średniej i odchylenia standardowego:

1. Uporządkuj wyniki w kolejności wzrastających wartości  $x_1, \dots, x_p$
2. Oblicz początkowe wartości  $x^*$  (średnia odporna) i  $s^*$  (odporne odchylenie standardowe):

$$x^* = \text{mediana } x_i$$

$$s^* = 1,483 \cdot \text{mediana } |x_i - x^*|$$

3. Oblicz kolejną iterację wartości  $x^*$  i  $s^*$

$$\varphi = 1,5 s^*$$

Dla każdej wartości  $x_i, i=1, \dots, p$  oblicz

$$x_i^* = \begin{cases} x^* - \varphi & \text{Jeżeli } x_i < x^* - \varphi \\ x^* + \varphi & \text{Jeżeli } x_i > x^* + \varphi \\ x_i & \text{Inne} \end{cases}$$

Oblicz nowe wartości  $x^*$  i  $s^*$

$$x^* = \left( \sum_{i=1}^p x_i^* \right) / p$$

$$s^* = 1,134 \sqrt{\left( \sum_{i=1}^p (x_i^* - x^*)^2 \right) / (p - 1)}$$

Obliczenia w punkcie 3 należy powtarzać iteracyjnie tak długo, aż uzyska się zbieżność wyników, np. gdy trzecia cyfra znacząca nie zmienia się.

**Standardowa niepewność wartości przypisanej wyznaczonej metodą wartości uzgodnionych przez laboratoria wiodące obliczana jest ze wzoru:**

$$\mu(x_{pt}) = \left( \frac{1,25}{p} \right) * \sqrt{\left( \sum \mu_{xi}^2 \right)}$$

**$\mu_{xi}$  – standardowe niepewności wyników laboratoriów**

- **Wyznaczanie wartości przypisanej i jej niepewności metodą wartości uzgodnionych przez laboratoria uczestniczące:**

Wyznaczana jako średnia wyników laboratoriów wiodących z zastosowaniem odpornego algorytmu szacowania średniej i odchylenia standardowego. Standardowa niepewność wartości przypisanej obliczana jest ze wzoru:

$$\mu(x_{pt}) = \frac{1,25 * s^*}{\sqrt{p}}$$



Zalecana liczba uczestniczących laboratoriów jest większa niż 10.

s\* - odporne odchylenie standardowe

## ZALECENIA DOTYCZĄCE STANDARDOWEJ NIEPEWNOŚCI WARTOŚCI PRZYPISANEJ:

$$\mu(x_{pt}) \geq 0,3\sigma_{pt}$$



**Uwzględnić  $u(x_{pt})$   
przy interpretacji  
wyników badania  
biegłości**

$\sigma_{pt}$  - Odchylenie standardowe dla celów badania biegłości

## METODY WYZNACZANIA ODCHYLENIA STANDARDOWEGO DLA CELÓW BADANIA BIEGŁOŚCI

- **Wartość przyjęta na podstawie specyficznych wymagań, np. aktów prawnych;**

**Przykład: jeżeli wymagane jest, by współczynnik zmienności odtwarzalności oznaczania aflatoksyn nie był większy niż 50% i badanie przeprowadza się na poziomie 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , to:**

$$\sigma_{pt} = 50\% 10 \mu\text{g} / \text{kg} = 5 \mu\text{g} / \text{kg}$$

- **Wartość przyjęta tak, aby spełnić określone parametry np. zgodna z oczekiwaną biegłością laboratoriów;**

**Przykład: Jeżeli jest do zaakceptowania, że laboratorium oznaczy poziom glukozy we krwi w przedziale  $\pm 10\%$  przypisanej wartości, i wartość przypisana wynosi 60 mg/dl, to:**

$$\sigma_{pt} = 10\% 60 \text{mg} / \text{dl} / 3 = 2 \text{mg} / \text{gl}$$

**Współczynnik 3 odpowiada wartości krytycznej stosowanej dla wskaźnika z.**

- **Na podstawie modelu ogólnego odtwarzalności metody pomiarowej, np. z krzywej Horwitz'a;**

$$\sigma_{pt} = 0,02c^{0,8495}$$

gdzie:  $c$  – stężenie analitu w g/g

- **Z danych otrzymanych w badaniach biegłości odchylenie standardowe dla celu badań biegłości jest równe odpornemu odchyleniu standardowemu wyników uczestników;**

- **Z wyników badań precyzji**

**dla metod znormalizowanych, z danych dotyczących powtarzalności i odtwarzalności:**

$$\sigma_L = \sqrt{(\sigma_R^2 - \sigma_r^2)}$$

$$\sigma_{pt} = \sqrt{\sigma_L^2 + \left(\frac{\sigma_r^2}{n}\right)}$$

gdzie:  $\sigma_R$  – odchylenie standardowe odtwarzalności

$\sigma_r$  – odchylenie standardowe powtarzalności

$n$  – liczba powtórzeń wykonanych przez każde laboratorium

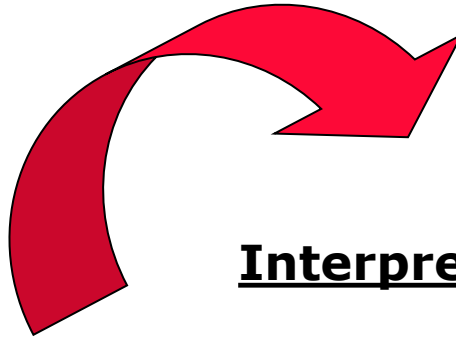
**Przykład: Odchylenie standardowe powtarzalności oznaczania zawartości cementu w betonie wynosi 14.3 kg/m<sup>3</sup>, a odchylenie standardowe odtwarzalności 23.2 kg/m<sup>3</sup>; w badaniu biegłości laboratoria wykonały po 2 powtórzenia oznaczania. W tej sytuacji:**

$$\sigma_{pt} = \sqrt{(23.2^2 - 14.3^2) + (14.3 / \sqrt{2})^2} = 20.9 \text{ kg} / \text{m}^3$$

## PARAMETRY STATYSTYCZNE OCENY DANYCH ILOŚCIOWYCH

- **OBCIĄŻENIE LABORATORIUM D** ( czyli różnica pomiędzy wynikiem uzyskanym przez uczestnika a wartością przypisaną)

$$D_i = (x_i - x_{pt})$$



### Interpretacja:

**$|D| > 3 \sigma_{pt}$  – wynik niezadowalający należy podjąć akcję korygującą**

**$3\sigma_{pt} \geq |D| > 2\sigma_{pt}$  – wynik wątpliwy należy traktować jako wartość ostrzegawczą**

- $x_{pt}$  – wartość przypisana
- $x_i$  - wynik laboratorium

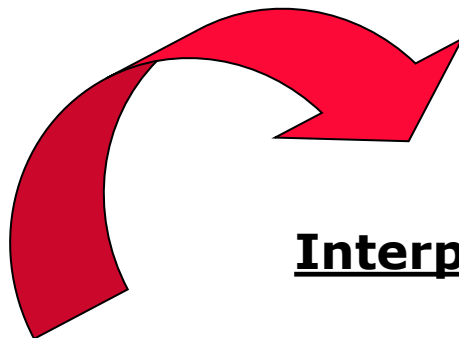
- **RÓŻNICA WZGLĘDNA WYRAŻONA W PROCENTACH  $D_{i\%}$**

$$D_{i\%} = \frac{100\% \cdot (x_i - x_{pt})}{x_{pt}}$$

- $x_{pt}$  – wartość przypisana
- $x_i$  - wynik laboratorium

- **WSKAŹNIK z ( nie powinno się stosować dla liczby uczestników mniejszej niż 10)**

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



**Interpretacja:**

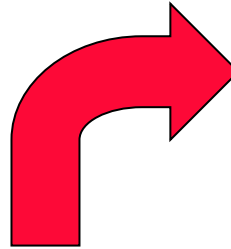
**$|z| \geq 3$  – wynik niezadowolający należy podjąć akcję korygującą**

**$3 > |z| > 2$  – wynik wątpliwy należy traktować jako wartość ostrzegawczą**

- $x_i$  - wynik laboratorium
- $x_{pt}$  – wartość przypisana
- $\sigma_{pt}$  - odchylenie standardowe dla oceny biegłości

- **LICZBA  $E_n$  (zwykle stosowane w programach porównań pomiarów)**

$$E_n = \frac{x_{lab} - x_{ref}}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}}$$



**Interpretacja:**

**Wartości krytyczne liczby  $E_n$  równe są 1.**

**$U_{lab}$  – niepewność rozszerzona wyniku uczestnika**

**$U_{ref}$  – niepewność rozszerzona wartości przypisanej wyznaczonej przez laboratorium referencyjne**

**$x_{lab}$  - wynik uczestnika**

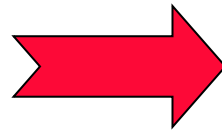
**$x_{ref}$  – wartość przypisana wyznaczona przez laboratorium referencyjne**

# WSKAŹNIK z'

Używany zamiast wskaźnika z jeśli  $\mu(x_{pt})$  nie spełnia granicznego warunku:

$$\mu(x_{pt}) \leq 0,3\sigma_{pt}$$

$$z'_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + \mu^2(x_{pt})}}$$



## Interpretacja:

**$|z| \geq 3$  – wynik niezadowolający należy podjąć akcję korygującą**

**$3 > |z| > 2$  – wynik wątpliwy należy traktować jako wartość ostrzegawczą**

$\sigma_{pt}$  – odchylenie standardowe dla oceny biegłości

$\mu(x_{pt})$  – niepewność standardowa wartości przypisanej  $x_{pt}$

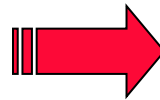
$x_i$  - wynik uczestnika

$x_{pt}$  – wartość przypisana

## WSKAŹNIK zeta

- wymaga znajomości niepewności standardowych obliczonych przez laboratoria,
- stosuje się w celu określenia czy laboratorium dobrze szacuje niepewność,

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



### Interpretacja:

**$|z| \geq 3$  – wynik niezadowalający należy podjąć akcję korygującą**

**$3 > |z| > 2$  – wynik wątpliwy należy traktować jako wartość ostrzegawczą**

$\mu(x_i)$  - niepewność standardowa  
wyniku uczestnika  $x_i$

$\mu(x_{pt})$  – niepewność standardowa  
wartości przypisanej  $x_{pt}$

$x_i$  - wynik uczestnika

$x_{pt}$  – wartość przypisana

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

## 6.5 Spójność pomiarowa

•Laboratorium powinno zapewnić powiązanie wyników pomiarów z Międzynarodowym Systemem Jednostek (SI) poprzez:

- ✓ **wzorcowanie**
- ✓ ***certyfikowaną wartością*** *certyfikowanych materiałów odniesienia o udokumentowanej spójności pomiarowej z SI wytwarzanych przez kompetentnych producentów materiałów odniesienia*
- ✓ ***bezpośrednią realizację*** *jednostki miary SI (zgodnie z opisem) potwierdzoną poprzez porównanie pośrednie lub bezpośrednio z wzorcami państwowymi lub międzynarodowymi*

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

## 6.5 Spójność pomiarowa

•Jeżeli wykazanie spójności pomiarowej w odniesieniu do Systemu SI jest technicznie niemożliwe, laboratorium powinno wykazać spójność wyników pomiarów z właściwymi odniesieniami, takimi jak:

- ✓ **Certyfikowane wartości** certyfikowanych materiałów odniesienia wytwarzanych przez kompetentnych producentów materiałów odniesienia
- ✓ Wyniki **referencyjnych procedur pomiarowych**, określonych metod lub uzgodnionych wzorców, szczegółowo opisane i zaakceptowane przez właściwe autorytatywne organizacje, jako dostarczające wyniki pomiarów przydatne do zamierzonego zastosowania i potwierdzone właściwymi porównaniami

# WYMAGANIA

## 6.5 Spójność pomiarowa

6.5.2 Laboratorium powinno zapewnić, aby wyniki pomiarów były powiązane z Międzynarodowym Układem Jednostek Miar SI poprzez:

b) certyfikowane wartości certyfikowanych materiałów odniesienia o wykazanej spójności pomiarowej z SI dostarczanych przez **kompetentnego producenta**;

**Uwaga 1:** Producenci materiałów odniesienia, którzy spełniają wymagania ISO 17034 są uznawani za **kompetentnych**

### A.3.1

Certyfikowane wartości certyfikowanych materiałów odniesienia pochodzących od producentów materiałów odniesienia spełniających wymagania ISO 17034 **zapewniają spójność pomiarową.**

# **POLITYKA DOTYCZĄCA SPÓJNOŚCI POMIAROWEJ WYNIKÓW POMIARÓW**

**DA-06**

**Ustanowienie spójności  
pomiarowej  
poprzez wzorcowanie**

1

**W Krajowych Instytutach  
Metrologicznych (NMI) albo Instytutach  
Desygnowanych, których usługi są  
odpowiednie do zamierzonego  
zastosowania oraz objęte porozumieniem**

**CIPM MRA**

**Wykaz oraz usługi wzorcowania objęte  
CIPM MRA są opublikowane w bazie BIPM  
KCDB, w której określono zakres i  
zdolność pomiarową dla każdej  
przedstawianej usługi**

2

**W akredytowanych laboratoriach wzorcujących, których usługi wzorcowania są odpowiednie do zamierzonego zastosowania, i których zakres akredytacji obejmuje odpowiednie wzorcowanie, a jednostka akredytująca jest sygnatariuszem porozumień**

**EA MLA i/lub ILAC MRA**

**Wykaz na stronie PCA**

3

**W NMI, których usługi są  
odpowiednie do zamierzonego  
zastosowania jednak nie są  
objęte porozumieniem**

**CIPM MRA**

4

**W laboratoriach, których usługi wzorcowania są odpowiednie do zamierzonego zastosowania, jednak nie są objęte porozumieniem**

**EA MLA i/lub ILAC MRA**

5

# **Wzorcowania wewnętrzne**



**Ustanowienie spójności pomiarowej poprzez wzorcowania z zastosowaniem przypadków 3 i 4 powinno mieć miejsce tylko wówczas, gdy dla określonych wzorcowań **nie jest możliwe zastosowanie przypadków 1 i 2****

W przypadku 4



- **Dowody wyboru, inne niż ekonomiczne**
- **Audyty u dostawcy usługi wzorcowania**

# **CRM stosowane do ustanowienia spójności pomiarowej**

**Certyfikowane wartości przypisane CRM są uznawane jako posiadające potwierdzoną spójność pomiarową gdy:**

**1**

- **CRM są wyprodukowane przez NMI i są zarejestrowane w bazie BIPM KCDB**

**W przypadku stosowania CRM wyprodukowanych w GUM, które nie są zarejestrowane w bazie BIPM KCDB, wystarczającymi dowodami umożliwiającymi wykazanie spójności pomiarowej są certyfikaty CRM spełniające wymagania PN-EN ISO 17034 wydane przez GUM, w powiązaniu z powszechnie dostępną informacją dla każdego CRM, dostarczającą dowodów wskazanych powyżej, potwierdzających, że dostarczane przez GUM CRM zostały wyprodukowane zgodnie z wymaganiami normy PN-EN ISO 17034**

2

- CRM są wyprodukowane przez akredytowanych producentów materiałów odniesienia w odniesieniu do wymagań **normy PN-EN ISO 17034**, w ramach posiadanego zakresu akredytacji, a jednostka akredytująca jest sygnatariuszem porozumień **EA MLA i/lub ILAC MRA**

**Wykaz na stronie PCA**

**3**

- **Certyfikowane wartości przypisane CRM są opublikowane w bazie JCTLM**

4

- CRM są wyprodukowane przez kompetentnych producentów materiałów odniesienia, spełniających wymagania **normy PN-EN ISO 17034,**

5

- CRM wytworzone na potrzeby wewnętrznego zapewnienia spójności pomiarowej (in-house) zgodnie z wymaganiami **normy PN-EN ISO 17034,**

## **W przypadku 4 i 5**



**Powinniśmy dysponować miarodajnymi dowodami potwierdzającymi spełnienie przy produkcji CRM wymagań normy PN-EN ISO 17034**

- **Plan produkcji**
- **Ocena jednorodności oraz ocena i monitorowanie stabilności**
- **Strategia i metody charakteryzowania CRM**
- **Przypisywanie wartości właściwości CRM oraz ich niepewności**
- **Metod statystycznych stosowanych przy produkcji**
- **Spójności pomiarowej wartości certyfikowanej**

# Wyjątki



- CRM wyprodukowane zgodnie z ISO GUIDE 34 lub PN-EN ISO/IEC 17025 zakupione przed **30.11.2019** – do czasu upływu terminu ważności
- CRM **wyprodukowane** zgodnie z dokumentami powyżej **przed 30.11.2019** ale **zakupione po tej dacie** mogą być stosowane wyłącznie pod warunkiem dysponowania dowodów dostarczonych przez producenta , potwierdzającymi wdrożenie wymagań normy PN-EN ISO 17034 , oraz, że dostarczane CRM spełniają wymagania normy PN-EN ISO 17034

# Wyjątki



- CRM wyprodukowane zgodnie z ISO GUIDE 34 lub PN-EN ISO/IEC 17025 zakupione przed **30.11.2019** – do czasu upływu terminu ważności
- CRM **wyprodukowane** zgodnie z dokumentami powyżej **przed 30.11.2019** ale **zakupione po tej dacie** mogą być stosowane wyłącznie pod warunkiem dysponowania dowodów dostarczonych przez producenta , potwierdzającymi wdrożenie wymagań normy PN-EN ISO 17034 , oraz, że dostarczane CRM spełniają wymagania normy PN-EN ISO 17034

# Ocena kompetencji



- Informacja we wniosku o ustanawianiu spójności poprzez wzorcowania nieobjęte porozumieniem EA MLA lub ILAC MRA
- **Ocena kompetencji** odpowiednio do nabywania i wykorzystywania usług zewnętrznych nieobjętych akredytacją lub własnych działań podejmowanych w celu ustanowienia i wykazania spójności pomiarowej (pkt. 3.1.2, 3.1.3, 3.3 ppkt 4 i 5)

# Ocena kompetencji



- **Ocena kompetencji wiąże się m.in.:**
  - ✓ **Auditorzy techniczni z obszaru wzorcowań (wzorcowania wewnętrzne) i produkcji materiałów ( w przypadku „in-house”)**
  - ✓ **Kompetencje personelu upoważnionego do oceny zewnętrznych dostawców/realizacji wzorcowań wewnętrznych**
  - ✓ **Obserwację auditów przeprowadzanych u dostawcy nieakredytowanej usługi zewnętrznej**
  - ✓ **Obserwację realizacji wzorcowań wewnętrznych/realizacji procesu wytwarzania materiału „in-house”**

# **OGÓLNE WYMAGANIA DOTYCZĄCE KOMPETENCJI PRODUCENTÓW MATERIAŁÓW ODNIESIENIA**

**PN-EN ISO 17034**

**AKREDYTACJA PRODUCENTÓW MATERIAŁÓW  
ODNIESIENIA**

**DARM -01**

# PN-EN ISO 17034:2017

Przedmowa

Wprowadzenie

1. Zakres normy
2. Powołania normatywne
3. Terminy i definicje
4. Wymagania ogólne
5. Wymagania dotyczące struktury
6. Wymagania dotyczące zasobów
7. Wymagania techniczne i dotyczące produkcji
8. Wymagania dotyczące systemu zarządzania

# PN-EN ISO 17034:2017

## 4. Wymagania ogólne

4.1 Zagadnienia związane z umową

4.2 Bezstronność

4.3 Poufność

## 5. Wymagania dotyczące struktury

## 6. Wymagania dotyczące zasobów

6.1 Personel

6.2 Podwykonawstwo

6.3 Zapewnienie wyposażenia, usług i dostaw

6.4 Warunki lokalowe i środowiskowe

# PN-EN ISO 17034:2017

## 7. Wymagania techniczne i dotyczące produkcji

7.1 Wymagania ogólne

7.2 Planowanie produkcji

7.3 Kontrola produkcji

7.4 Postępowanie z materiałem i jego przechowywanie

7.5 Przetwarzanie materiału

7.6 Procedury pomiarowe

7.7 Wyposażenie pomiarowe

7.8 Integralność danych i ocena

7.9 Spójność pomiarowa wartości certyfikowanych

7.10 Ocena jednorodności

7.11 Ocena i monitorowanie stabilności

7.12 Charakteryzowanie

7.13 Przypisywanie wartości właściwości oraz ich niepewności

7.14 Dokumenty i etykiety RM

7.15 Dystrybucja

7.16 Zapisy techniczne i dotyczące jakości

7.17 Zarządzanie pracą niezgodną z wymaganiami

7.18 Skargi

# PN-EN ISO 17034:2017

## 8. Wymagania dotyczące systemu zarządzania

8.1 Opcje

8.2 Polityka jakości

8.3 Ogólna dokumentacja systemu zarządzania

8.4 Nadzór nad dokumentami systemu zarządzania

8.5 Nadzór nad zapisami

8.6 Przegląd zarządzania

8.7 Audit wewnętrzny

8.8 Działania dotyczące ryzyk oraz szans

8.9 Działania korygujące

8.10 Doskonalenie

8.11 Informacje zwrotne od klientów

- **OGÓLNE WYMAGANIA DOTYCZĄCE  
KOMPETENCJI PRODUCENTÓW  
MATERIAŁÓW ODNIESIENIA**

**PN-EN ISO 17034**

- **AKREDYTACJA PRODUCENTÓW  
MATERIAŁÓW ODNIESIENIA**

**DARM -01**

- **ISO GUIDE 30:2015**

**Reference materials – Selected terms and definitions**

- **ISO GUIDE 31:2015**

**Reference materials – Contents of certificates,  
labels and accompanying documentation**

- **ISO GUIDE 35**

**Reference materials – General and statistical principles for certification**

## *RMP – producent materiału odniesienia*

### *CRM – certyfikowany materiał odniesienia*

materiał odniesienia o jednej lub wielu określonych właściwościach scharakteryzowanych przez **metrologicznie poprawną procedurę**, któremu towarzyszy **certyfikat** podający wartość określonej właściwości, związaną z nią **niepewność** oraz **stwierdzenie o spójności pomiarowej**

### *RM – materiał odniesienia*

materiał **dostatecznie jednorodny i stabilny**, w zakresie jednej lub wielu określonych właściwości, który przyjęto jako odpowiedni do jego **zamierzonego wykorzystania w procesie pomiarowym**

# CERTYFIKACJA

*Certyfikacja materiału odniesienia zdefiniowana jest jako procedura, w wyniku której ustalona zostaje wartość jednej lub wielu właściwości materiału lub substancji w procesie zapewniającym spójność pomiarową, z dokładnie odtworzonymi jednostkami, w których wyrażone są wartości właściwości.*

*Procedura ta prowadzi do wydania certyfikatu materiału odniesienia, tj. dokumentu, którym opatrzony jest certyfikowany materiał odniesienia, podającego jedną lub wiele wartości właściwości i ich niepewności oraz potwierdzający, że niezbędne procedury, przy użyciu których wartości te wyznaczono, zapewniają ich wiarygodność i spójność pomiarową*

# Certyfikacja

*drogą analiz przeprowadzonych wyłącznie w laboratorium  
producenta*

*drogą metody definitywnej*

*drogą porównań międzylaboratoryjnych  
(wyselekcjonowanych bądź otwartych)*

# PN-EN ISO 17034

Przedmowa

Wprowadzenie

1. Zakres normy
2. Powołania normatywne
3. Terminy i definicje
4. Wymagania ogólne
5. Wymagania dotyczące struktury
6. Wymagania dotyczące zasobów
7. Wymagania techniczne i dotyczące produkcji
8. Wymagania dotyczące systemu zarządzania

# PN-EN ISO 17034

## 4. Wymagania ogólne

4.1 Zagadnienia związane z umową

4.2 Bezstronność

4.3 Poufność

## 5. Wymagania dotyczące struktury

## 6. Wymagania dotyczące zasobów

6.1 Personel

6.2 Podwykonawstwo

6.3 Zapewnienie wyposażenia, usług i dostaw

6.4 Warunki lokalowe i środowiskowe

# PN-EN ISO 17034

## 7. Wymagania techniczne i dotyczące produkcji

7.1 Wymagania ogólne

7.2 Planowanie produkcji

7.3 Kontrola produkcji

7.4 Postępowanie z materiałem i jego przechowywanie

7.5 Przetwarzanie materiału

7.6 Procedury pomiarowe

7.7 Wyposażenie pomiarowe

7.8 Integralność danych i ocena

7.9 Spójność pomiarowa wartości certyfikowanych

7.10 Ocena jednorodności

7.11 Ocena i monitorowanie stabilności

7.12 Charakteryzowanie

7.13 Przypisywanie wartości właściwości oraz ich niepewności

7.14 Dokumenty i etykiety RM

7.15 Dystrybucja

7.16 Zapisy techniczne i dotyczące jakości

7.17 Zarządzanie pracą niezgodną z wymaganiami

7.18 Skargi

# PN-EN ISO 17034

## 8. Wymagania dotyczące systemu zarządzania

8.1 Opcje

8.2 Polityka jakości

8.3 Ogólna dokumentacja systemu zarządzania

8.4 Nadzór nad dokumentami systemu zarządzania

8.5 Nadzór nad zapisami

8.6 Przegląd zarządzania

8.7 Audit wewnętrzny

8.8 Działania dotyczące ryzyk oraz szans

8.9 Działania korygujące

8.10 Doskonalenie

8.11 Informacje zwrotne od klientów

---

Certyfikat

**WAŻNE!**

o statusie materiału decyduje  
jakość dokumentacji (certyfikat)– zgodna z  
ISO Guide 31:2015

# Najczęstsze błędy



- nie podano w certyfikacie jakie laboratoria uczestniczyły w procesie certyfikacji
  - nie podano niepewności wartości odniesienia
- nie podano w jaki sposób przeprowadzono proces certyfikacji
  - brak daty ważności



## Najczęstsze błędy

- nadinterpretacja daty ważności
- nadinterpretacja danych zawartych w certyfikacie
- podnoszenie rangi materiałów
- złe przechowywanie
- stosowanie materiałów odniesienia do innych technik analizy

# *Typy materiałów odniesienia*

*czyste substancje z określoną czystością i/lub zawartością zanieczyszczeń*

*roztwory wzorcowe i mieszaniny gazowe*

*matrycowe materiały odniesienia – naturalne bądź syntetyczne*

*fizykochemiczne materiały odniesienia - dla których określono właściwości np.: temperatura topnienia, gęstość, lepkość*

*materiały odniesienia stanowiące obiekty o określonych właściwościach np.: smak, zapach*

# Materiały matrycowe – „naturalne” a „syntetyczne”

*woda z zawartością kationów*

- naturalna

- otrzymana przez wzbogacenie albo zmieszanie

*pestycydy w smalcu wieprzowym*

- naturalny, świnie karmione paszą z pestycydami

- syntetyczny, roztwór pestycydów dodany do smalcu

## Materiały matrycowe

*matryca powinna jak najbardziej zbliżona matrycy próbek rutynowych*

*zawartość analitu w matrycy materiału odniesienia powinna być tego samego rzędu co w próbkach rutynowych*

*sposób przygotowania materiału i próbki rutynowej powinien być taki sam*

## „Własne” materiały odniesienia

- próbki z programów badań PT
- próbki z programów ILC odpowiednio jednorodne i trwałe
- próbki odpowiednio jednorodne i trwałe przeanalizowane przez laboratorium
- próbki odpowiednio jednorodne i trwałe przeanalizowane przez inne laboratorium

## Światowi producenci materiałów odniesienia

IRMM – [www.irmm.jrc.be](http://www.irmm.jrc.be)

BAM – [www.bam.de](http://www.bam.de)

LGC – [www.lgc.co.uk](http://www.lgc.co.uk)

IAEA – [www.iaea.or.at](http://www.iaea.or.at)

NIST – [www.nist.gov](http://www.nist.gov)

# **NIST**

**NATIONAL INSTITUTE OF  
STANDARDS AND TECHNOLOGY  
– NARODOWY INSTYTUT  
STANDARYZACJI I  
TECHNOLOGII**

Amerykańska agencja federalna spełniająca funkcję  
analogiczną do Głównego Urzędu Miar