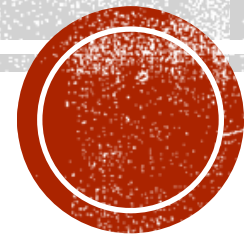


„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”



Data: 12.12.2024 r.

Opracowała: Marta Tytko

„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Wybór, weryfikacja i walidacja metod PN EN ISO/IEC 17025:2018-02

- Laboratorium powinno stosować właściwe metody i procedury dla całej działalności laboratoryjnej.....
- Laboratorium powinno zweryfikować, czy jest w stanie prawidłowo realizować metody przed ich wprowadzeniem, poprzez upewnienie się, że może osiągać wymagane parametry. Zapisy z weryfikacji powinny być zachowywane. Jeśli metoda jest zmieniona przez wydawcę, weryfikację należy powtórzyć w niezbędnym zakresie.



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Weryfikacja pobierania próbek

Zakres, liczba próbek oraz wyznaczane cechy charakterystyczne powinny zostać dobrane w zależności od potrzeb laboratorium:

- precyzja w warunkach powtarzalności
- precyzja w warunkach precyzji pośredniej
- jałowość procesu
- poprawność



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Próbki

- Weryfikacje, należy prowadzić w warunkach rzeczywistych na próbkach naturalnych.
- W przypadku braku próbek naturalnie zanieczyszczonym docelowym mikroorganizmem weryfikacje przeprowadzić na reprezentatywny kierunku oznaczeń.
- Optymalny poziom koncentracji mikroorganizmów jest węższy niż zakres metody (próbki o bardzo wysokim stopniu koncentracji mikroorganizmów nie są potrzebne).
- Próbki o bardzo niskiej zawartości mikroorganizmów wymagają przebadania ze względu na związek z zdrowiem publicznym (przy czym nie są one uwzględniane w obliczeniach statystycznych).



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Powtarzalność - wyznaczana jest na podstawie wartości odchylenia standardowego serii pomiarów przeprowadzanych w laboratorium, przez jednego próbkobiorcę, z wykorzystaniem wybranego urządzenia pomiarowego w krótkim okresie czasu.

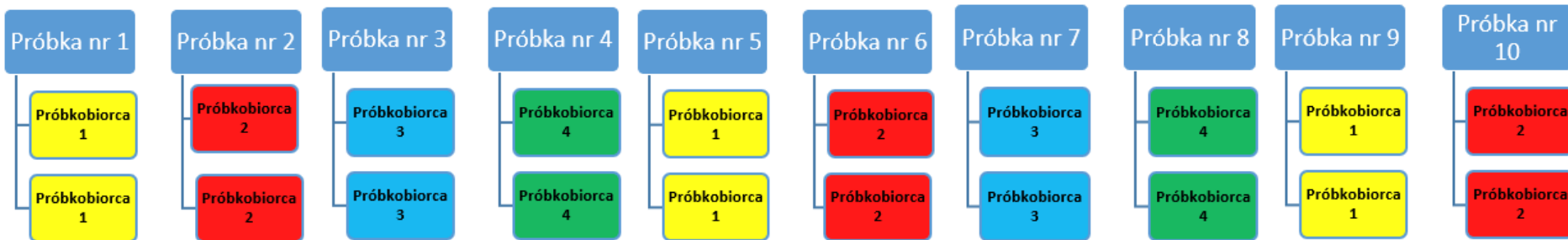
- Stałe: próbkobiorca, przyrząd, odczynniki, warunki pomiarowe, punkt poboru
- Zmienne: skład próbki, matryca, stężenie analitu

Granica powtarzalności - wartość, której z prawdopodobieństwem 95% nie przekracza wartość bezwzględnej różnicy między dwoma wynikami badania otrzymanymi w spełnionych warunkach powtarzalności. Oznaczana jest symbolem (**r**)



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

SCHEMAT DOSWIADCZENIA WERYFIKACJI POBORU PRÓBEK – DANE NIEZBĘDNE DO OSZACOWANIA PRECYZJI W WARUNKACH POWTARZALNOŚCI



UWAGI

1. Próbkę z jednego miejsca powinna zostać pobrana przez jednego próbkobiorcę w dwóch powtórzeniach.
2. Pobór powinien zostać zrealizowany w warunkach powtarzalności tj. ten sam analityk, ten sam sprzęt, krótki przedział czasu
3. Doświadczenie powinno uwzględniać wszystkich próbkobiorców realizujących ten proces rutynowo.
4. Doświadczenie należy wykonać dla minimum 10 próbek
5. Próbkę dostarczone do laboratorium powinien badać jeden analityk w warunkach powtarzalności aby zminimalizować do minimum wpływ zmiennych nie wynikających z procesu pobierania próbek.

„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Powtarzalność

- Punkty pobory w tym matryce dobrać w odniesieniu do rutynowo pobieranych próbek
- Próbki pobrać w warunkach powtarzalności, dostarczyć do laboratorium i poddać analizie
- Uzyskane wyniki w jtk przekształcić na wartość logarytmiczną
- Obliczyć odchylenie standardowe powtarzalności oraz średni rozstęp

A	B	C	D	E	F	G	H
Lp	Analityk	wynik X ₁ / jtk	wynik X ₂ / jtk	log x ₁	log x ₂	log x ₁ - log x ₂	$s^2 = \frac{(\log x_1 - \log x_2)^2}{2n}$
1	Maria Nowak	1600	1400	3,20	3,15	0,058	0,0017
2	Jan Kowalski	2000	1800	3,30	3,26	0,046	0,0010
3	Alicja Góra	1700	1500	3,23	3,18	0,054	0,0015
4	Weronika Kot	1900	1700	3,28	3,23	0,048	0,0012
5	Jan Kowalski	1400	1400	3,15	3,15	0,000	0,0000
6	Maria Nowak	1700	1500	3,23	3,18	0,054	0,0015
7	Maria Nowak	1500	1300	3,18	3,11	0,062	0,0019
8	Maria Nowak	1800	1700	3,26	3,23	0,025	0,0003
9	Jan Kowalski	1000	930	3,00	2,97	0,032	0,0005
10	Alicja Góra	1300	1100	3,11	3,04	0,073	0,0026
11	Weronika Kot	860	690	2,93	2,84	0,096	0,0046
12	Maria Nowak	1800	790	3,26	2,90	0,358	0,0640
13	Alicja Góra	1200	630	3,08	2,80	0,280	0,0392
14	Alicja Góra	1600	650	3,20	2,81	0,391	0,0765
15	Alicja Góra	970	800	2,99	2,90	0,084	0,0035
16	Jan Kowalski	790	590	2,90	2,77	0,127	0,0080
Średnia S ²							0,0130
Sr odchylenie standardowe powtarzalności [log10] (pierwiastek kwadratowy ze średniej wariancji)							0,11



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Odtwarzalność wewnątrzlaboratoryjna - wyznaczana jest na podstawie wartości odchylenia standardowego serii pomiarów przeprowadzanych w laboratorium, przez zespół próbkobiorców, z wykorzystaniem zmiennego wyposażenia pomiarowego w krótkim okresie czasu.

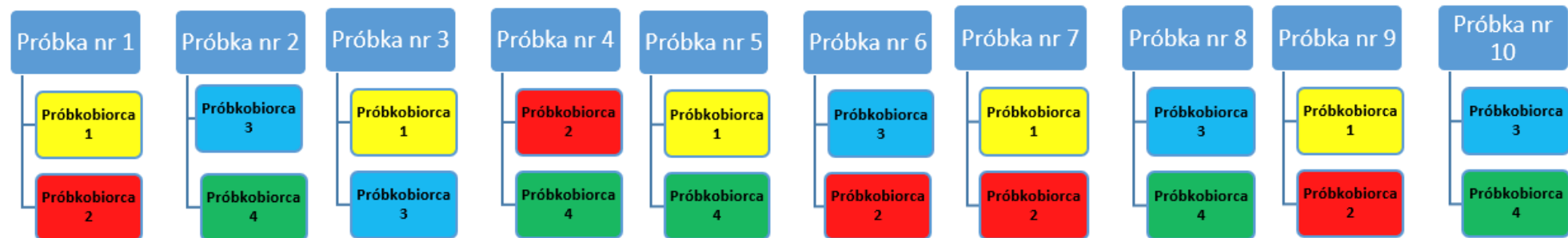
- Stałe: punkt poboru
- Zmienne: próbkobiorca, przyrząd, odczynniki, skład próbki, matryca, stężenie analitu

Granica odtwarzalności wewnątrzlaboratoryjnej - wartość, której z prawdopodobieństwem 95% nie przekracza wartość bezwzględnej różnicy między dwoma wynikami badania otrzymanymi w spełnionych warunkach precyzji pośredniej. Oznaczana jest symbolem **(R)**



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

SCHEMAT DOSWIADCZENIA WERYFIKACJI POBORU PRÓBEK – DANE NIEZBĘDNE DO OSZACOWANIA PRECYZJI POSREDNIEJ



UWAGI

1. Próbkę z jednego miejsca powinna zostać pobrana przez dwóch próbkobiorców.
2. Pobór powinien zostać zrealizowany w warunkach precyzji pośredniej tj. różni analitycy, różni sprzęt np. termometr do pomiaru temperatury, różne termotorby (w miarę posiadanych zasobów)
3. Doświadczenie powinno uwzględniać wszystkich próbkobiorców realizujących ten proces rutynowo, w sposób zapewniający rotację personelu w parach.
4. Doświadczenie należy wykonać dla minimum 10 próbek
5. Próbkę dostarczone do laboratorium powinien badać jeden analityk w warunkach powtarzalności aby zminimalizować do minimum wpływ zmiennych nie wynikających z procesu pobierania próbek.

„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Precyzja pośrednia

- Punkty pobory w tym matryce dobrać w odniesieniu do rutynowo pobieranych próbek
- Próbki pobrać w warunkach precyzji pośredniej, dostarczyć do laboratorium i poddać analizie
- Uzyskane wyniki w jtk przekształcić na wartość logarytmiczną
- Obliczyć odchylenie standardowe precyzji pośredniej i średni rozstęp

Lp	Analityk	wynik X ₁ / jtk	Analityk	wynik X ₂ / jtk	log x ₁	log x ₂	log x ₁ - log x ₂	$s^2 = \frac{(\log x_1 - \log x_2)^2}{2n}$
1	Jan Kowalski	2000	Maria Nowak	1400	3,30	3,15	0,155	0,0120
2	Alicja Góra	1700	Maria Nowak	1300	3,23	3,11	0,117	0,0068
3	Weronika Kot	1900	Jan Kowalski	1400	3,28	3,15	0,133	0,0088
4	Maria Nowak	1700	Jan Kowalski	930	3,23	2,97	0,262	0,0343
5	Maria Nowak	1800	Alicja Góra	1100	3,26	3,04	0,214	0,0229
6	Maria Nowak	1800	Weronika Kot	860	3,26	2,93	0,321	0,0514
7	Alicja Góra	1200	Jan Kowalski	590	3,08	2,77	0,308	0,0475
8	Alicja Góra	1600	Weronika Kot	650	3,20	2,81	0,391	0,0765
9	Alicja Góra	970	Weronika Kot	790	2,99	2,90	0,089	0,0040
10	Weronika Kot	1600	Alicja Góra	690	3,20	2,84	0,365	0,0667
11	Jan Kowalski	1600	Alicja Góra	1000	3,20	3,00	0,204	0,0208
12	Jan Kowalski	2000	Alicja Góra	1100	3,30	3,04	0,260	0,0337
13	Jan Kowalski	2000	Weronika Kot	790	3,30	2,90	0,403	0,0814
14	Jan Kowalski	1700	Maria Nowak	860	3,23	2,93	0,296	0,0438
15	Jan Kowalski	1500	Alicja Góra	690	3,18	2,84	0,337	0,0569
16	Weronika Kot	2000	Alicja Góra	1500	3,30	3,18	0,125	0,0078
Średnia S ²								0,0360
SR odchylenie standardowe odtwarzalności wewnątrzlaboartoryjnej [log10] (pierwiastek kwadratowy ze średniej wariancji)								0,19



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Granica powtarzalności i granica precyzji pośredniej

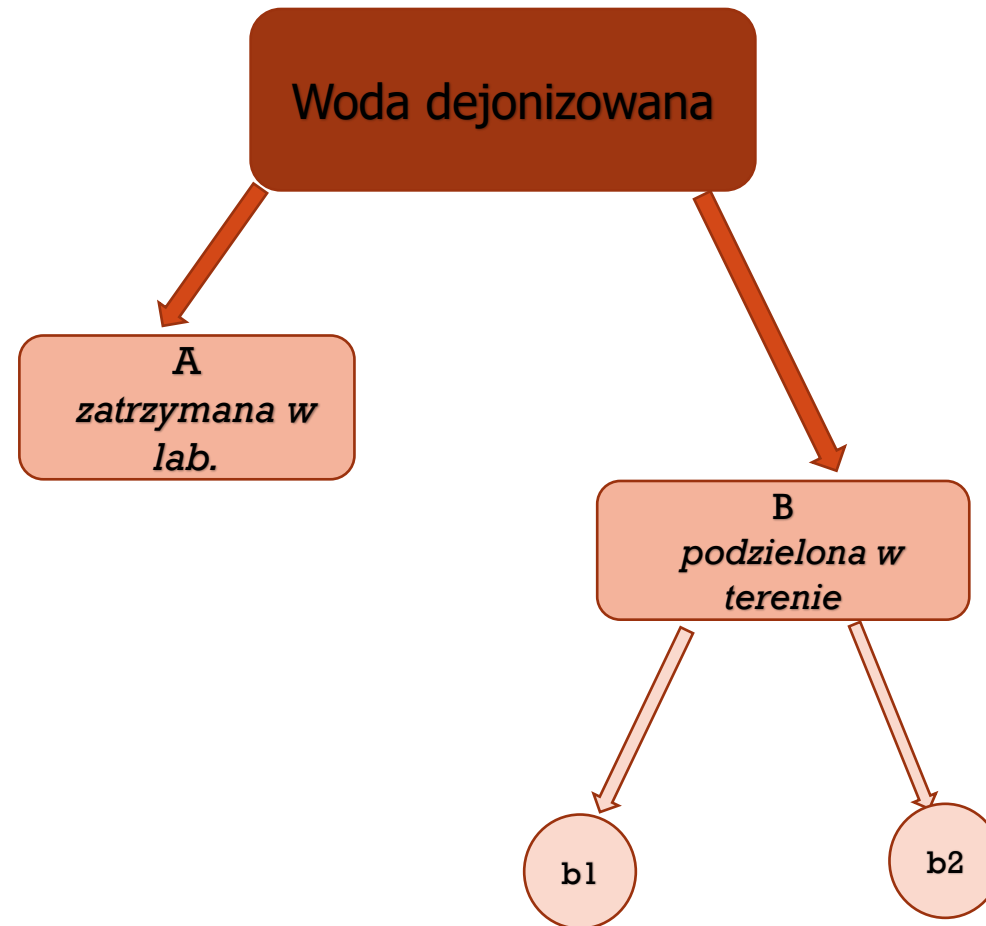
W celu wyznaczenia granicy cech charakterystycznych metody średni rozstęp należy pomnożyć przez współczynnik 3,27.

- $r = 3,27 * r$ - badany obiekt – woda – granica powtarzalności
- $R = 3,27 * R$ - badany obiekt – woda – granica precyzji pośredniej



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

- W laboratorium podzielić próbkę na dwie części (część A, część B). Część A pozostawić w laboratorium, część B próbkobiorca zabiera do transportu w miejsce poboru próbek. W terenie część B podzielić na porcje b_1 i b_2 .
- Porcje b_1 umieścić w pojemniku do pobierania próbek a następnie postępuje się z nią w sposób w miarę zbliżony do próbek rzeczywistych. (świadek poboru)
- Porcje b_2 zachowuje się i zawraca do laboratorium bez żadnego dodatkowego postępowania w terenie. (świadek transportu)



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Próbki do terenowych prób ślepych PN ISO 5667-14:2004 pkt. 5.3

- Porównanie wyników między częściami A i porcji b_1 identyfikuje błędy związane z pobieraniem próbek, dalszym postępowaniem z nimi i transportem.
- Porównanie wyników z badań części A i porcji b_2 identyfikuje błędy związane z transportowaniem próbek.
- Porównanie wyników z badań porcji b_1 i b_2 identyfikuje błędy związane z kontaminacją pojemników do pobierania próbek lub procesem pobierania próbek.



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Interpretacji i ocena wyników

Próbki ślepe terenowe

- **Wynik pozytywny**- jeżeli w żadnej próbce tj. próbce A, B, b₁, b₂ nie został stwierdzony wzrost drobnoustrojów.
- **Wynik negatywny** - jeżeli w którejkolwiek próbce tj. próbce A, B, b₁, b₂ stwierdzono wzrost drobnoustrojów



**„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA
PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”**

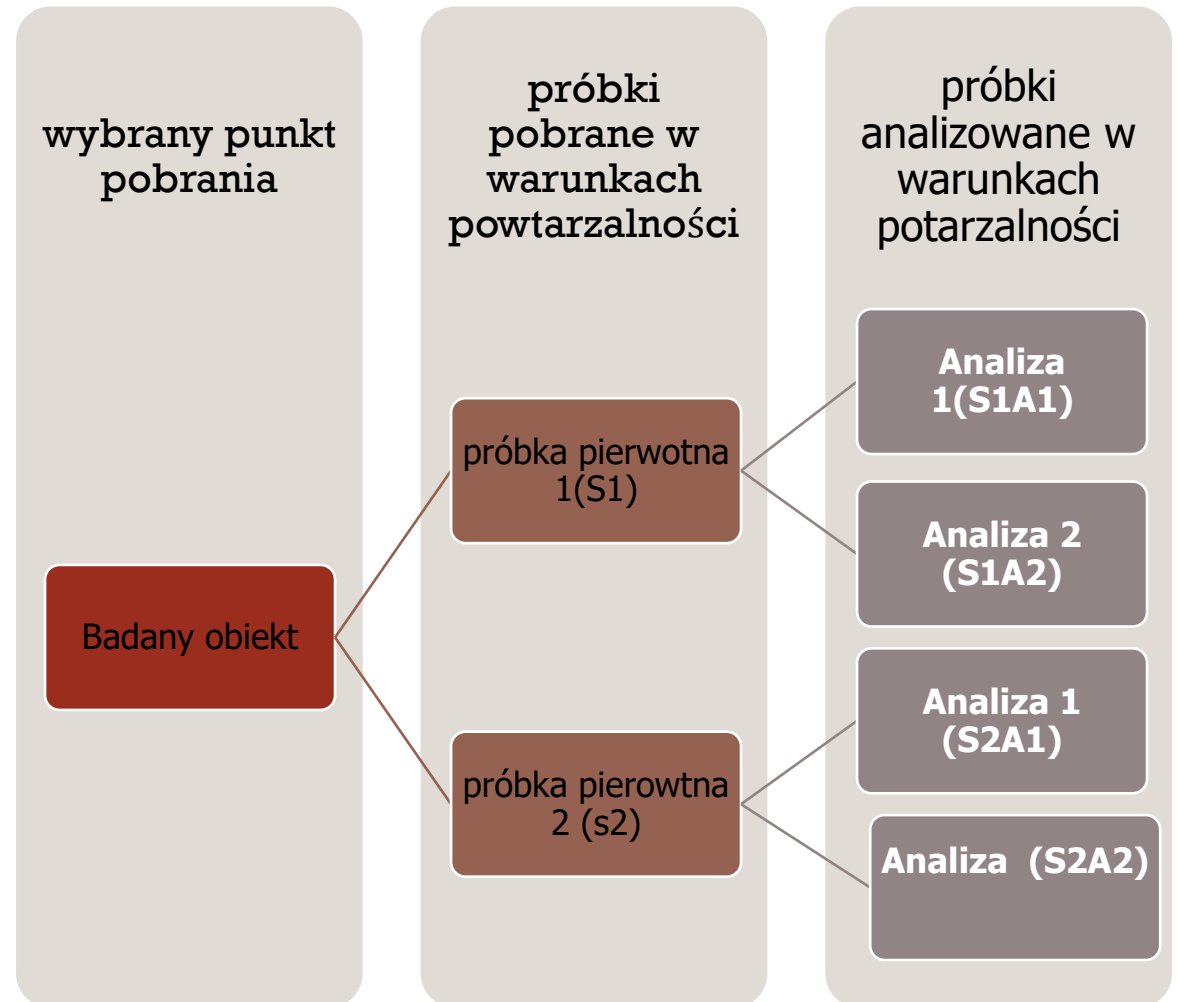
Ocena niepewności pomiaru



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Ocena niepewności pobierania próbek

- Miarą niepewności standardowej pobierania próbek $u(p)$ jest odchylenie standardowe pobierania próbek (S_S). Szacowanie niepewności etapu pobierania próbek odbywa się z wykorzystaniem analizy wariancji (ANOVA).
- W celu wyznaczenia niepewności pobierania próbek należy pobrać dwie próbki z tego samego obiektu (ten sam próbkobiorca) i następnie dwukrotnie je zbadać (ten sam analityk) według poniższego schematu:



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Ocena niepewności pobierania próbek

- Należy wybrać 8 punktów pobrania, które są reprezentatywne dla próbek pobieranych rutynowo przez Laboratorium
- Z każdego punkt pobrać próbek w warunkach powtarzalności (2 próbki z każdego punktu sumarycznie 16 próbek)
- Każdą z 16 próbek analizować dwukrotnie w warunkach powtarzalności (sumarycznie wykonać 32 analizy)

- Analiza ANOVA umożliwia obliczenie:

wariancji między analizami dla pobranej próbki pierwotnej

wariancji między pobranymi próbkami pierwotnymi,

całkowitej wariancji związanej z procedurą pobierania próbek i w dalszym etapie odchylenia standardowego pobierania próbek (S_s).

„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Ocena niepewności pobierania próbek

Wariancję między analizami (SS_E)

Wariancję między analizami (SS_E) obliczyć według wzoru:

$$SS_E = 2 * \sum_{i=1}^{Np} (x_{i1} - \bar{x}_i)^2$$

gdzie:

- SS_E wariancja między analizami (suma kwadratów różnic wewnątrz grup);
- x_{i1} wynik analizy 1 przekształcony do postaci logarytmicznej (w \log_{10});
- \bar{x}_i - średnia analizy 1 i 2 (w \log_{10})
- Np - liczba wszystkich próbek pierwotnych

Arkusz kalkulacyjny szacowania niepewności pobierania próbek wody do badań mikrobiologicznych - wariancja między analizami

$$SS_E = 2 * \sum_{i=1}^{N_p} (x_{i1} - \bar{x}_i)^2$$

Data/ kod próbki	N_p	N_s	$x_{i1}(jtk)$	$x_{i2}(jtk)$	$x_{i1} - \log_{10}(x_{i1})$	$x_{i2} - \log_{10}(x_{i2})$	Średnia \bar{x}_i	$(x_{i1} - \bar{x}_i)^2$
22.09.2021/142	1	S.1.1	1600	1400	3,20	3,15	3,1751	0,00084
		S.1.2	2000	1800	3,30	3,26	3,2782	0,00052
24.08.2021/143	2	S.2.1	1700	1500	3,23	3,18	3,2033	0,00074
		S.2.2	1900	1700	3,28	3,23	3,2546	0,00058
13.09.2021/144	3	S.3.1	1400	1400	3,15	3,15	3,1461	0,00000
		S.3.2	1700	1500	3,23	3,18	3,2033	0,00074
13.09.2021/145	4	S.4.1	1500	1300	3,18	3,11	3,1450	0,00097
		S.4.2	1800	1700	3,26	3,23	3,2429	0,00015
14.09.2021/146	5	S.5.1	1000	930	3,00	2,97	2,9842	0,00025
		S.5.2	1300	1100	3,11	3,04	3,0777	0,00132
15.09.2021/147	6	S.6.1	860	690	2,93	2,84	2,8867	0,00229
		S.6.2	1800	790	3,26	2,90	3,0764	0,03198
16.09.2021/148	7	S.7.1	1200	630	3,08	2,80	2,9393	0,01958
		S.7.2	1600	1000	3,20	3,00	3,1021	0,01042
20.09.2021/149	8	S.8.1	970	800	2,99	2,90	2,9449	0,00175
		S.8.2	790	590	2,90	2,77	2,8342	0,00402
							$SS_E = 2 * \sum_{i=1}^{N_p} (x_{i1} - \bar{x}_i)^2$	0,152

„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Ocena niepewności pobierania próbek

Wariancję między próbkami (SS_S)

Wariancję między próbkami (SS_S) obliczyć według wzoru:

$$SS_S = \sum_{i=1}^{N_s} 4 * \left(\frac{x_{i1} + x_{i2}}{2} - \bar{x}_{serii} \right)^2$$

gdzie:

- SS_S wariancja między próbkami (suma kwadratów różnic między grupami);
- x_{i1} wynik analizy 1 przekształcony do postaci logarytmicznej (w \log_{10});
- x_{i2} wynik analizy 2 przekształcony do postaci logarytmicznej (w \log_{10});;
- \bar{x}_{serii} średnia analiz próbki pierwotnej S1 i próbki pierwotnej S2 (średnia analiz dla danego obiektu pobrania);
- N_s liczba serii pobranych próbek pierwotnych

Arkusz kalkulacyjny szacowania niepewności pobierani próbek wody do badań mikrobiologicznych - wariancja próbkobrania

Data/ kod próbki	N_p	N_i	$x_{i1}(jtk)$	$x_{i2}(jtk)$	$y_{i1} = \log_{10}(x_{i1})$	$y_{i2} = \log_{10}(x_{i2})$	\bar{x}_{serii}	$\left(\frac{x_{i1} + x_{i2}}{2} - \bar{x}_{serii}\right)^2$
22.09.2021/142	1	S.1.1	1600	1400	3,204	3,146	3,227	0,0027
		S.1.2	2000	1800	3,301	3,255		
24.08.2021/143	2	S.2.1	1700	1500	3,230	3,176	3,229	0,0007
		S.2.2	1900	1700	3,279	3,230		
13.09.2021/144	3	S.3.1	1400	1400	3,146	3,146	3,175	0,0008
		S.3.2	1700	1500	3,230	3,176		
13.09.2021/145	4	S.4.1	1500	1300	3,176	3,114	3,194	0,0024
		S.4.2	1800	1700	3,255	3,230		
14.09.2021/146	5	S.5.1	1000	930	3,000	2,968	3,031	0,0022
		S.5.2	1300	1100	3,114	3,041		
15.09.2021/147	6	S.6.1	860	690	2,934	2,839	2,982	0,0090
		S.6.2	1800	790	3,255	2,898		
16.09.2021/148	7	S.7.1	1200	630	3,079	2,799	3,021	0,0066
		S.7.2	1600	1000	3,204	3,000		
20.09.2021/149	8	S.8.1	970	800	2,987	2,903	2,890	0,0031
		S.8.2	790	590	2,898	2,771		
$SS_S = \sum_{i=1}^{N_S} 4 * \left(\frac{x_{i1} + x_{i2}}{2} - \bar{x}_{serii}\right)^2$								0,110

„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Ocena niepewności pobierania próbek

Wariancję związaną z procedurą pobierania próbki (V_S):

Wariancję związaną z procedurą pobierania próbki (V_S) wyznaczyć ze wzoru:

$$V_S = \frac{\left[\frac{SS_S}{df_S} - \frac{SS_E}{df_E} \right]}{2}$$

gdzie:

- df_E liczba stopni swobody dla liczby wszystkich próbek pierwotnych N_p-8 ;
- df_S liczba stopni swobody dla serii próbek pierwotnych N_S-16 .

Odchylenie standardowe pobierania próbek (S_S)

Odchylenie standardowe pobierania próbek (S_S) obliczyć ze wzoru:

$$S_S = \sqrt{V_S}$$

„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Wariancja związana z procedurą pobierania próbki (V_s)	
$V_s = \frac{\left[\frac{SS_S}{df_S} - \frac{SS_E}{df_E} \right]}{2}$	
SS_S $SS_S = \sum_{i=1}^{N_s} 4 * \left(\frac{x_{i1} + x_{i2}}{2} - \bar{x}_{serii} \right)^2$	0,06
SS_E $SS_E = 2 * \sum_{i=1}^{N_p} (x_{i1} - \bar{x}_i)^2$	0,04
df_S	16
df_E	8
V_s	0,002
S_s = odchylenie standardowe pobierania próbek	0,05

„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Ocena niepewności metody badawczej wg *PN-ISO 29201:2022-02* (podejście globalne)

b) względna i naturalna skala logarytmiczna:

$$u_{c,rel} = \sqrt{\frac{1}{n_z} + u_{o,rel}^2 + u_{pobierania\ próbek}^2}$$

c) wspólna skala logarytmiczna:

$$u_{c,lg} = \sqrt{\frac{0,1886}{n_z} + u_{o,(lg)}^2 + u_{pobierania\ próbek}^2}$$

- gdzie $u_{o,(lg)}$ jest niepewnością operacyjną we wspólnych logarytmach.



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

- Ocena niepewności metody badawczej wg *PN-ISO 29201:2022-02* (podejście globalne)

Łączna niepewność potwierdzonych liczebności kolonii

- Skala względna i logarytmiczna naturalna:

$$u_{c,rel} = \sqrt{u_{o,rel}^2 + \frac{1}{n_c} + \frac{n_z - n_k}{n_k n_z} + u_{pobierania\ próbek}^2}$$



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Potwierdzanie ważności wyników PN EN ISO/IEC 17025:2018-02

Laboratorium powinno mieć procedurę monitorowania ważności wyników która powinna obejmować, jeżeli to właściwe:

- korzystanie z materiałów odniesienia lub materiałów kontroli jakości
- korzystanie z alternatywnego wyposażenia
- sprawdzenie działania wyposażenia pomiarowego i badawczego
- powtarzanie badań z wykorzystaniem tych samych lub innych metod
- powtórne badanie przechowywanych obiektów
- korelacje uzyskanych wyników
- porównania wewnątrzlaboratoryjne
- badanie próbek ślepych



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

7.7 POTWIERDZENIE WAŻNOŚCI WYNIKÓW PN EN ISO/IEC 17025:2018-02

- Dane z monitorowania powinny być analizowane, wykorzystywane do kontroli oraz, jeśli ma to zastosowanie, do doskonalenia działalności laboratoryjnej. Jeżeli w wyniku analizy danych z monitorowania zostanie stwierdzone przekroczenie wcześniej określonych kryteriów, należy podjąć odpowiednie działania, aby zapobiec umieszczaniu nieprawidłowych wyników w raporcie.
- Uzyskiwane dane powinny być zapisywane w taki sposób, aby możliwe było śledzenie kierunków ich zmian oraz jeżeli to możliwe, powinny być stosowane techniki statystyczne.



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

CELE PROGRAMU POTWIERDZANIA WAŻNOŚCI POBIERANIA PRÓBEK

- Monitorowanie sposobu postępowania i wykrywanie błędów podczas pobierania próbek, a w konsekwencji metody odrzucania nieważnych wyników;
- Wykazaniu, że błędy podczas pobierania próbek są pod odpowiednią kontrolą;
- Dostarczenie dowodu, że potwierdzającego uzyskanie miarodajnych wyników.



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Program potwierdzania jakości procesu pobierania próbek może obejmować:

- a) pobieranie próbek powtarzanych** jako sprawdzenie precyzji pobierania próbek,
- b) badanie terenowych próbek ślepych** w celu monitorowania źródeł kontaminacji próbek,
- c) stosowanie próbek z dodatkiem analitu** do kontroli jakości w celu zbadania trwałości próbki w czasie transportowania i przechowywania.



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

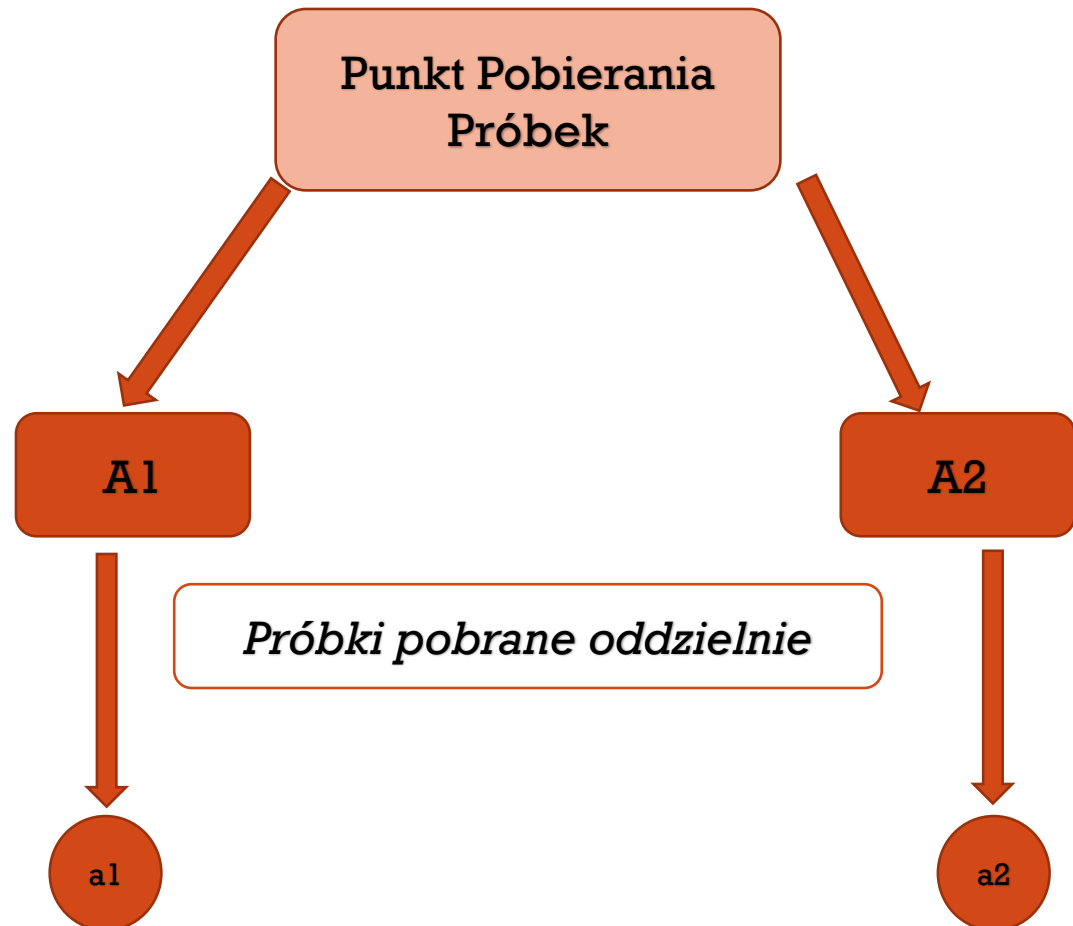
Próbki powtarzane

PN ISO 5667-14:2016

Wariancja analizy + całkowita wariancja pobierania próbek:

analiza próbek pierwotnych, otrzymanych przez oddzielne zastosowanie procedury pobierania (\bar{A}_1, \bar{A}_2).

Oznacza to wariancję całego procesu pobierania próbek i analizy.

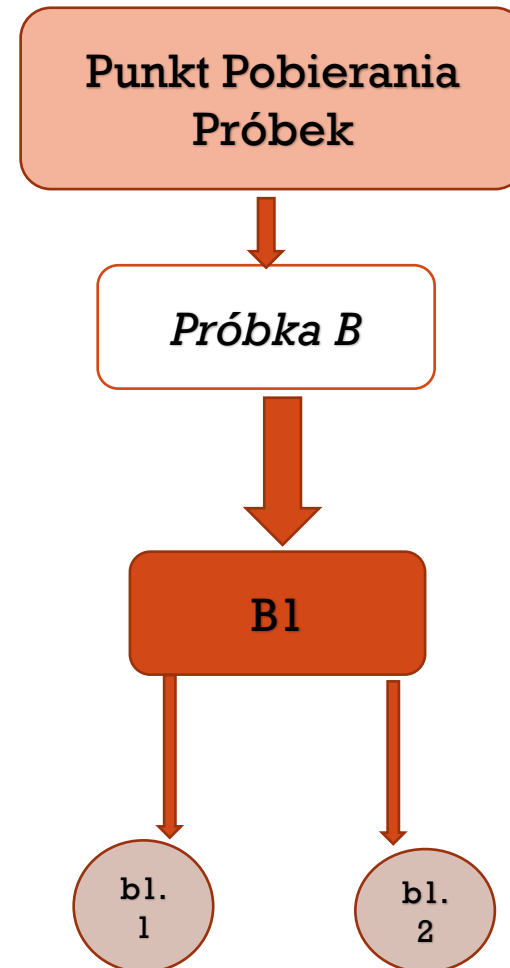


„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Próbki powtarzane

PN ISO 5667-14:2016

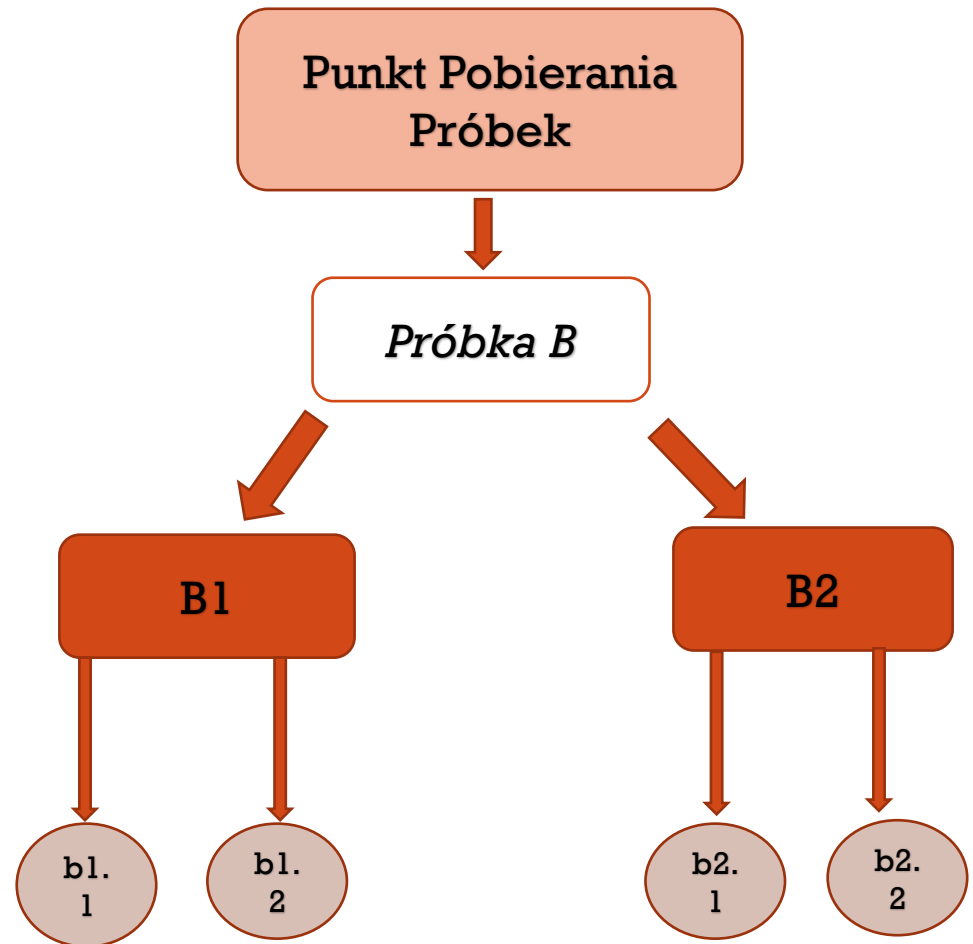
Wariancja analizy: powtarzane analizy tej samej próbki, przygotowanej w laboratorium, można stosować do oszacowania błędu analitycznego (próbki b1.1, b1.2);



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Próbki powtarzane PN ISO 5667-14:2016

Wariancja analizy + wariancja podziału/transportowania próbki: analiza powtarzanych próbek, pobranych w terenie (B_1, B_2) z próbki pierwotnej (B) (próbki pobranej przy jednorazowym zastosowaniu procedury pobierania). Różnica pomiędzy takimi danymi pozwala oszacować wariancję analizy + wariancję pobierania próbek);



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Próbki powtarzane PN ISO 5667-14:2016

- **Różnica pomiędzy A_1 i A_2** całkowita wariancja procesu (pobieranie, pojemniki, przechowywanie i analiza).
- **Różnica pomiędzy B_1 i B_2** wyrażona jako średnia z $b_{1.1}$ i $b_{1.2}$ oraz średnia $b_{2.1}$ i $b_{2.2}$ wariancja analizy +pobierania próbek (obejmuje wpływ przechowywania, nie obejmuje wpływu pojemnika do pobierania próbek)
- **Różnica pomiędzy z $b_{1.1}$ i $b_{1.2}$ oraz $b_{2.1}$ i $b_{2.2}$** wariancja analizy.



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

- **Powtarzalność**
- Próbki pobrać w warunkach powtarzalności zgodnie z przyjętym w laboratorium programem dostarczyć do laboratorium i poddać analizie.
- Uzyskane wyniki w jtk przekształcić na wartość logarytmiczną, obliczyć rozstęp.
- Ocenić względem granicy powtarzalność oszacowanej na etapie weryfikacji.

Badania ilościowe/NPL										
Karta kontrolna próbek powtórzonych nr 3										
1										
2	Badana cecha: Ogólna liczba kolonii bakterii w temp 22 C									
3										
4	Metoda badawcza: PN-EN ISO 6222:2004									
5	Kryterium: ocena pozytywna – „P” - $\leq 0,11$, ocena negatywna – „N” - $> 0,11$									
6	Lp.	Data	Matryca* Kod próbki	Wynik 1	Wynik 2	$\log_{10} (X_1)^*$	$\log_{10} (X_2)^*$	$\log_{10} (X_1) - \log_{10} (X_2)$	Ocena wyniku	Analityk oceniający wynik / data*
7				X_1	X_2					
8	1.	26.11.2019	woda do spożycia, kran /5107/19”	18	22	1,2553	1,3424	-0,09	P	JN
9	2.	26.11.2019	woda do spożycia, zawór /5132/19”	20	17	1,3010	1,2304	0,07	P	BP
10	3.	10.12.2019	woda do spożycia, kran /5430/19”	41	53	1,6128	1,7243	-0,11	P	JN
11	4.	10.12.2019	woda do spożycia, kran /5450/19”	60	58	1,7782	1,7634	0,01	P	PK
12	5.	17.02.2020	woda do spożycia, kran /22/20”	27	23	1,4314	1,3617	0,07	P	AK
13	6.								P	
14	7.								P	
15	8.								P	
16	9.								P	
17	10.								P	
18										
19	*-wypełnić jeżeli konieczne									
20	Ocena wyników z karty:									
21	Data. podois:									

„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Precyzja pośrednia

- Próbkę pobrać w warunkach precyzji pośredniej zgodnie z przyjętym w laboratorium programem dostarczyć do laboratorium i poddać analizie
- Uzyskane wyniki w jtk przekształcić na wartość logarytmiczną, obliczyć rozstęp.
- Ocenic względem granicy precyzji pośredniej oszacowanej na etapie weryfikacji.

Badania ilościowe/NPL Karta kontrolna próbek równoległych nr 3												
1												
2	Badana cecha: Ogólna liczba kolonii bakterii w temp 22 C											
3												
4	Metoda badawcza: PN-EN ISO 6222:2004											
5	Kryterium: ocena pozytywna – „P” - $\leq 0,30$, ocena negatywna – „N” - $> 0,30$											
6	Lp.	Data	Matryca* Kod próbki	Wynik 1		Wynik 2		log ₁₀ (X ₁)*	log ₁₀ (X ₂)*	log ₁₀ (X ₁) - log ₁₀ (X ₂)	Ocena wyniku	Analityk oceniający wynik / data*
				X ₁	Analityk 1	X ₂	Analityk 2					
7												
8	1.	26.11.2019	woda do spożycia, kran /5107/19"	18	BP	22	JN	1,2553	1,3424	-0,09	P	JN
9	2.	26.11.2019	woda do spożycia, zawór /5132/19"	20	JN	17	BP	1,3010	1,2304	0,07	P	BP
10	3.	10.12.2019	woda do spożycia, kran /5430/19"	41	PK	53	JN	1,6128	1,7243	-0,11	P	JN
11	4.	10.12.2019	woda do spożycia, kran /5450/19"	60	AK	58	PK	1,7782	1,7634	0,01	P	PK
12	5.	17.02.2020	woda do spożycia, kran /22/20"	27	BP	23	AK	1,4314	1,3617	0,07	P	AK
13	6.										P	
14	7.										P	
15	8.										P	
16	9.										P	
17	10.										P	
18												
19	*-wypełnić jeżeli konieczne											
20	Ocena wyników z karty:											
21	Data, podpis:											

„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

Potwierdzenie ważności pobierania próbek wody PN ISO 5667-14:2016

- Przygotowując program potwierdzania ważności wyników należy uwzględnić wybór technik pobierania, miejsc pobierania, liczbę i rodzaj pobieranych próbek, szkolenie ekipy pobierającej, transportowanie próbek, utrwalania, przechowywanie.
- Należy odpowiednio udokumentować wybrany sposób postępowania i ustalić system prowadzenia zapisów.
- Nakład pracy ponoszony na potwierdzanie ważności wyników pobierania próbek zależy od celów programu, lecz zaleca się przeznaczenia co najmniej 2% nakładów pracy analitycznej na potwierdzenie ważności pobierania próbek.



„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

- Harmonogram potwierdzania ważności wyników (przykład)

	Monitorowany parametr / cel	Ustalona częstotliwość/ termin wykonania	Gdzie znajdują się kryteria/zapisy/ocena wyników monitorowania
Analiza próbek powtarzanych	Monitorowanie powtarzalności	Raz w miesiącu analizy w zakresie monitoringu kontrolnego, Raz w kwartale; analizy w zakresie parametrów uwzględnionych podczas weryfikacji,	Kryteria: Rozstęp Ocena pozytywna (P)- $\leq 0,11$ Ocena negatywna (N)- $> 0,11$ Karta kontrolna próbek powtórzonych,
Analiza próbek równoległych	Monitorowanie precyzji pośredniej/	Raz w miesiącu analizy w zakresie monitoringu kontrolnego, Raz w kwartale; analizy w zakresie parametrów uwzględnionych podczas weryfikacji,	Kryteria: Rozstęp Ocena pozytywna (P)- $\leq 0,30$ Ocena negatywna (N)- $> 0,30$ Karta kontrolna próbek równoległych,
Analiza próbek ślepych	Sprawdzenie jałowości procesu	minimum raz w miesiącu dla ogólnej liczby mikroorganizmów w temp. 22°C	Kryteria: Ocena pozytywna (P)- brak wzrostu drobnoustrojów Ocena negatywna (N)- wzrost drobnoustrojów Książka analiz,

„WERYFIKACJA I OCENA NIEPEWNOŚCI PROCESU POBIERANIA PRÓBEK WODY DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH”

- Harmonogram potwierdzania ważności wyników (przykład)

	Monitorowany parametr / cel	Ustalona częstotliwość/ termin wykonania	Gdzie znajdują się kryteria/zapisy/ocena wyników monitorowania
Nadzór zewnętrzny wyposażenia pomiarowego (wzorcowanie): rejestratora temperatury,	Zapewnienie spójności pomiarowej wyników	Zgodnie z Harmonogramem nadzoru zewnętrznego nad wyposażeniem oraz Wykazem wyposażenia	Świadectwa wzorcowania, Kryteria przyjęcia po wzorcowaniu
Sprawdzanie działania wyposażenia pomiarowego i badawczego (bieżące) rejestrator temperatury,	Zapewnienie prawidłowości działania wyposażenia	W dniu użycia	Karty ewidencji pracy urządzenia, Elektroniczny monitoring temperatury
Sprawdzenia pośrednie wyposażenia pomiarowego: rejestrator temperatury	Utrzymanie zaufania do działania wyposażenia-	Zgodnie z Harmonogramem sprawdzeń pośrednich i konserwacji wewnętrznych	Kryteria w instrukcjach: IS-15 Protokół sprawdzeń pośrednich termometrów.
Kontrola jałowości butelek	Potwierdzenie czystość mikrobiologicznej	Raz na dwa miesiące	Karty sprawdzenia jałowości szkła
Okresowe szkolenia próbkobiorców	potwierdzenie/doskonalenie kompetencji	Raz w roku	Karty szkoleń próbkobiorców Rejestr szkoleń



DZIĘKUJE ZA UWAGĘ

