



PLAN PORÓWNANIA MIĘDZYLABORATORYJNEGO NR 4/2014

prowadzonych przez Klub POLLAB – Sekcję POLLAB-CHEM/ EURACHEM-PL.

Uwaga: Uzupełniając poniższą tabelę należy wypełnić te obszary, które są istotne dla konkretnego PT/ILC lub wpisać „nie dotyczy” w przypadku wyłączenia.

Nazwa i adres organizatora badania biegłości	Klub Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB ul. Kłobucka 23A; 02-699 Warszawa
Imię i nazwisko, organizacja koordynatora i innych osób zaangażowanych w projektowanie i działanie programu badania biegłości	Centrum Badań Jakości Sp. z o.o. ul. M. Skłodowskiej – Curie 62; 59 – 301 Lubin Wydział Badań Jakości Legnica Dział Analiz Technologicznych i Ochrony Środowiska ul. Złotoryjska 194; 59 – 220 Legnica Koordynatorzy: <ul style="list-style-type: none"> • Aneta Paduchowicz - specjalista ds. analiz a.paduchowicz@cbj.kghm.pl; tel. 664 085 452; • Anna Stąporek – kierownik działu a.staporek@cbj.kghm.pl; tel. 693 710 278 fax.: (+48) 76 729 92 00
Działania, które będą podzlecane oraz nazwy i adresy podwykonawców włączonych w realizację programu badania biegłości	Nie dotyczy
Kryteria uczestnictwa, które należy spełnić	Porównanie międzylaboratoryjne ma charakter otwarty
Liczba i rodzaj oczekiwanych uczestników programu badania biegłości	Nie mniej niż 20 laboratoriów. Koordynatorzy zastrzegają sobie prawo do odwołania porównania międzylaboratoryjnego w przypadku niewystarczającej liczby uczestniczących laboratoriów.
Wybór wielkości mierzonej (-ych) lub właściwości objętych badaniem biegłości, łącznie z informacją co uczestnicy mają identyfikować, mierzyć lub badać	Oznaczenie zawartości <u>Pb, Cu, As, Cd, Ni, Zn, Cr</u> w pyłe z emisji. Uczestnicy wykonują analizę obiektu badania dowolną techniką spektrometryczną. <u>Celem porównania jest określenie biegłości laboratoriów wykonujących pomiary metali w próbkach emisyjnych.</u> Porównanie międzylaboratoryjne zostanie przeprowadzone zgodnie z procedurą zalecaną w normach ISO 13528 i PN-EN ISO/IEC 17043:2001 oraz protokole IUPAC.
Opis zakresu wartości lub właściwości, lub obydwu, spodziewanych dla obiektów badania biegłości	Wyniki w granicach dopuszczalnych procedurami badawczymi [mg/kg]. Informacja dotycząca spodziewanych zawartości pierwiastków w obiekcie badania zostanie dostłana laboratoriom uczestniczącym w porównaniu międzylaboratoryjnym wraz z obiektem badania.
Potencjalne główne źródła błędów występujących w odniesieniu do badania biegłości	1. Niejednorodność obiektu badania - minimalizacja wpływu efektu niejednorodności poprzez zmielenie obiektu badania w młynku kriogenicznym i wymieszanie. 2. Błędy wynikające z wyznaczania wartości przypisanej oraz jej niepewności – minimalizacja wpływu poprzez niezależne wykonywanie obliczeń statystycznych przez dwie osoby.
Wymagania dotyczące wytwarzania, nadzorowania jakości, magazynowania i dystrybucji obiektów badania biegłości	Obiekt badań, o masie niezbędnej do przeprowadzenia badania, po homogenizacji zostanie dozowany do pojemników, oznakowany następnie wysłany do laboratoriów uczestniczących w porównaniu. Czas wysłania próbek oraz realizacji badań jest jednakowy dla wszystkich laboratoriów uczestniczących w porównaniu. Wszystkie próbki będą rozesłane firmą kurierską na koszt odbiorcy.
Racjonalne środki zapobiegawcze w celu zapobieżenia znowi pomiędzy uczestnikami lub fałszowaniu wyników oraz procedury, które będą uruchomione jeżeli mieć będzie miejsce podejrzenie znowi lub fałszowania wyników.	Wszystkie informacje uzyskane od laboratoriów uczestniczących w porównaniu międzylaboratoryjnym (w tym wyniki) będą stanowiły informacje poufne i zostaną zabezpieczone przez Koordynatorów. Laboratoria uczestniczące w porównaniu nie będą informowane o pozostałych uczestnikach porównania międzylaboratoryjnego, ponadto każdy uczestnik porównania międzylaboratoryjnego otrzyma niepowtarzalny kod identyfikacyjny (nadany w sposób losowy) znany wyłącznie Koordynatorom i uczestnikowi, któremu ten kod został przypisany. Ponadto każdy z uczestników porównania międzylaboratoryjnego zobowiązany jest do unikania znowi i fałszowania wyników polegającym na przekazywaniu otrzymanych przez siebie wyników innym uczestnikom, których uczestnictwo w porównaniu znane jest z innych źródeł. W momencie wystąpienia podejrzenia znowi i fałszowania wyników unieważnieniu ulega cały program porównania międzylaboratoryjnego.

Opis informacji, którą należy dostarczyć uczestnikom oraz harmonogram realizacji kolejnych etapów programu	<ol style="list-style-type: none"> 1. Aby wziąć udział w porównaniu międzylaboratoryjnym należy przesłać do Koordynatora (pocztą, faxem lub skan e-mailem) wypełnioną i podpisaną Kartę zgłoszenia w terminie do 30.04.2014 r. Dostarczenie koordynatorowi karty zgłoszenia jest jednoznaczne z akceptacją niniejszego Planu. 2. Po otrzymaniu odpowiedniej liczby zgłoszeń zostaną rozesłane laboratoriom uczestniczącym w porównaniu międzylaboratoryjnym obiekty badań wraz z niezbędnymi formularzami (<i>Protokół dostarczenia próbek, Arkusz wyników badań oraz Sposób postępowania z obiektem badania</i>) do 09.05.2014 r. 3. Laboratoria uczestniczące w porównaniu są zobowiązane do potwierdzenia otrzymania obiektu badania, wysyłają Koordynatorowi (e-mailem lub faksem) <i>Protokół dostarczenia próbek</i> do trzech dni od otrzymania obiektu badania. 4. Każde z laboratoriów uczestniczących w porównaniu jest zobowiązane <u>w ciągu tygodnia</u> od dnia otrzymania obiektu badania rozpocząć analizę. 5. Otrzymane wyniki wraz z wymaganymi informacjami należy umieścić w <i>Arkuszu wyników badań</i> i jego wersję elektroniczną odesłać do Koordynatora e-mailem, Do Koordynatora należy odesłać także <u>wypełniony i podpisany Arkusz wyników badań</u> (pocztą, faxem lub <u>skan e-mailem</u>) do 30.05.2014 r. 6. Z nadesłanych wyników zostaną obliczone wartości przypisane dla każdego z pierwiastków oraz odchylenie standardowe zgodnie z ISO 13528:2005 stosując metodę odporną. 7. Do oceny statystyki osiągnięć każdego z uczestniczących laboratorium zostanie zastosowany właściwy parametr zgodnie z ISO 13528:2005. 8. Sprawozdanie zostanie przekazane do Klubu POLLAB w terminie do 30.06.2014 r. 9. Po akceptacji sprawozdania przez Zarząd Klubu, sprawozdanie zostanie wysłane laboratoriom uczestniczącym w porównaniu międzylaboratoryjnym.
Częstość lub daty dystrybucji obiektów badań biegiłości do uczestników, ostateczne terminy przekazania wyników przez uczestników i, jeżeli zasadne, daty, kiedy uczestnicy powinni wykonać badania lub pomiary	<ol style="list-style-type: none"> 1. Ostateczna data przysłania <i>Kart zgłoszenia</i> do Koordynatora - 30.04.2014 r. 2. Dostarczenie obiektu badania do laboratoriów uczestniczących w porównaniu - do 09.05.2014 r. 3. Data dostarczenia wyników do Koordynatora - 30.05.2014 r. 4. Data przekazania sprawozdania do Klubu POLLAB - do 30.06.2014 r.
Wszelkie informacje dotyczące metod lub procedur, potrzebne uczestnikom do przygotowania materiału do badań i przeprowadzenia badań lub pomiarów	<p>Oznaczenie pierwiastków należy wykonać zgodnie z procedurami obowiązującymi w laboratorium.</p> <p>Koordynator zobowiązuje się dostarczyć laboratoriom uczestniczącym w porównaniu następujące informacje:</p> <ul style="list-style-type: none"> • sposób postępowania z obiektem badania przed mineralizacją, • nawazkę obiektu badania zapewniającą jednorodność próbek.
Procedury dotyczące metod badań lub pomiarów, które będą wykorzystane do badania jednorodności i stabilności obiektów badania biegiłości oraz, jeżeli ma zastosowanie, określenie ich żywotności biologicznej	<p>Badanie jednorodności zostanie wykonane przez Koordynatorów przed rozesłaniem obiektu badania do laboratoriów uczestniczących w porównaniu międzylaboratoryjnym. Koordynatorzy wykonają oznaczenie zawartości As w obiekcie badania - zgodnie z kryteriami podanymi w ISO 13528:2005.</p> <p>Badanie stabilności zostanie wykonane przez Koordynatora w czasie, w którym laboratoria uczestniczące w porównaniu będą rozpoczynały analizę otrzymanego obiektu badania. Koordynatorzy wykonają oznaczenie zawartości As w obiekcie badania - zgodnie z kryteriami podanymi w ISO 13528:2005.</p> <p>Niepewność wynikająca z niejednorodności i niestabilności obiektu badania zostanie włączona w niepewność wartości przypisanej jako pierwiastek z sumy kwadratów.</p>
Przygotowanie jednolitych form sprawozdań, które będą stosować uczestnicy	Sprawozdanie zostanie opracowane zgodnie z załącznikiem nr 3 do Procedury KPLB NR-1 wyd. 6 z dnia 06.12.2013 r.
Dokładny opis analizy statystycznej, która będzie stosowana	Model statystyczny użyty przy ocenie wyników uzyskanych od laboratoriów uczestniczących w porównaniu oraz kryteria służące ocenie indywidualnej laboratoriów będą zgodne z normą ISO 13528:2005 oraz normą PN-EN ISO/IEC 17043:2001.
Źródło, spójność pomiarowa i niepewność pomiaru każdej wartości przypisanej	W celu wyznaczenia wartości przypisanej stężeń dla badanych pierwiastków zastosowana zostanie odporna metoda statystyczna zgodnie z ISO 13528:2005 załącznik C (punkt C.1; Algorytm A). Niepewność wartości przypisanej zostanie określona zgodnie z pkt. 5.6.2 normy ISO 13528:2005. Ponadto zastosowane wyposażenie pomiarowe - badawcze musi mieć nadzór metrologiczny zgodnie z obowiązującymi wymaganiami.
Kryteria oceny rezultatów działania uczestników	Tylko w przypadku uzyskania przez laboratoria uczestniczące w porównaniu, wyników wyższych od granicy detekcji zostanie zastosowana ocena liczbowa rezultatów. Kryteria służące ocenie wyników będą zgodne z ISO 13528:2005.
Opis danych, raportów pośrednich lub informacji, które należy przekazać zwrotnie uczestnikom	<p>Uczestnicy otrzymają:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Plan Porównania Międzylaboratoryjnego 2. Kartę zgłoszenia 3. Informację o obiekcie badania 4. Protokół dostarczenia próbek 5. Arkusz wyników badań (wysłany e-mailem) 6. Sprawozdanie z badań

Określenie zakresu w jakim zostaną opublikowane wyniki uczestników i wnioski wynikające z programu badania biegiłości	Wyniki podawane będą w postaci średniej z trzech nadesłanych wyników dla każdego analizowanego pierwiastka. Każde laboratorium uczestniczące w porównaniu otrzyma sprawozdanie z badań. Omówienie wyników będzie zawierało: indywidualną ocenę wyników każdego laboratorium, wykaz metod stosowanych przez laboratoria, wnioski wynikające z porównania. Graficzne przedstawienie rezultatów. Wyniki badań będą powiązane z laboratoriami uczestniczącymi wyłącznie za pomocą kodu identyfikacyjnego. Koordynatorzy nie udzielają informacji osobom trzecim dotyczących wyników uzyskanych przez pozostałe laboratoria.
Działania, które należy podjąć w wypadku zaginięcia lub uszkodzenia obiektów badania biegiłości	W przypadku dostarczenia do laboratorium uczestniczącego w porównaniu uszkodzonej próbki lub jej zaginięcia podczas transportu Koordynatorzy, na żądanie uczestnika dostarczą kolejną próbkę.

Koordynator

mgr inż. Aneta Paduchowicz;
mgr inż. Anna Stąporek
07.02.2014r.

Weryfikator

dr hab. Halina Polkowska – Motrenko
28.02.2014r.

Przewodniczący/Członek Kolegium Sekcji
POLLAB-CHEM/EURACHEM-PL

mgr inż. Andrzej Brzyski, 28.02.2014

Prezes/Członek Zarządu Klubu POLLAB

mgr inż. Krystyna Krzyśko, 13.03.2014