POLSKIE CENTRUM AKREDYTACJI

Pobieranie próbek w działalności akredytowanych jednostek oceniających zgodność

Warszawa, 12 marca 2014 r.

Przedmiot oceny zgodności – a próbka przedmiotu oceny

Tadeusz Matras
Kierownik Działu Akredytacji Laboratoriów Badawczych

Ocena zgodności – przedmiot oceny

Ocena zgodności jest zbiorem trzech kolejnych funkcji:
- wybór,
- Określenie,
- przegląd i atestacja,

spełniających potrzebę lub wymóg wykazania, że spełnione są wyspecyfikowane wymagania,

Ocena zgodności jest stosowana do:
- wyrobu (w tym usługi),
- procesów,
- systemów,
- osób,
- jednostek wykonujących usługi oceny zgodności.

„wybór", „określenie", „przegląd i atestacja"

System oceny zgodności

W systemie oceny zgodności ocenę zgodności prowadzą:

- laboratoria wzorcujące i badawcze
- jednostki inspekcyjne
- jednostki certyfikujące wyroby, systemy, osoby
- jednostki oceniające CAB – j. akredytujące

„wybór", „określenie", „przegląd i atestacja"

Ocena zgodności - wybór

pobieranie próbek
zapewnienie próbki przedmiotu oceny zgodności zgodnie z procedurą

przedmiot oceny
materiał, wyrób (w tym usługa), instalacja, proces, system, osoby, jednostki oceniające zgodność

pobieranie próbek
dobór próbek (plan, strategia), wybór egzemplarzy populacji, wybór części przedmiotu oceny, ekspozycja urządzenia pomiarowego, strategia pomiaru, próbkowanie

„wybór", „określenie", „przegląd i atestacja"

Ocena zgodności - „określenie"

określenie
badanie, kontrola, audit, ocena równorzędna.

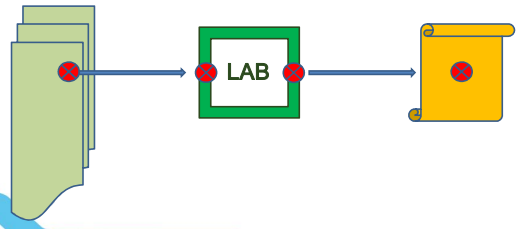
badanie (materiału, wyrobu, procesu)
określenie co najmniej jednej właściwości przedmiotu oceny zgodnie z procedurą.

badania - działania podejmowane w celu opracowania i dostarczenia pełnych informacji czy przedmiot oceny zgodności lub jego próbka spełnia wyspecyfikowane wymagania.

„Określenie" - w laboratoriach: badania, analizy, pomiary (wzorcowania)

Pobieranie próbek - a przeznaczenie wyniku badania

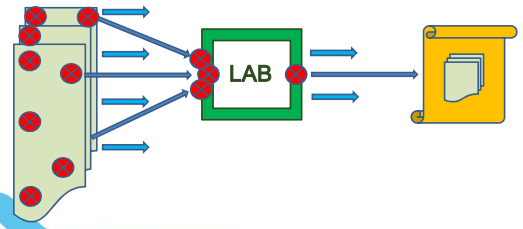
badanie - dostarczenie pełnych informacji czy próbka przedmiotu oceny spełnia wyspecyfikowane wymagania.



„wybór”, „określenie”, „przegląd i atestacja”

Pobieranie próbek - a przeznaczenie wyniku badania

badanie - dostarczenie pełnych informacji czy próbka przedmiotu oceny spełnia wyspecyfikowane wymagania.



„wybór”, „określenie”, „przegląd i atestacja”

Akredytowana działalność laboratoriów

- Badania wykonywane łącznie z pobieraniem próbek
- Badania próbek dostarczonych do laboratorium
- Pobieranie próbek dostarczanych do badań do innych laboratoriów
- Wzorcowania
- Opinie i interpretacje zamieszczane w sprawozdaniach z badań
- Stwierdzenia dotyczące zgodności / niezgodności z wymaganiami i/lub specyfikacjami

Akredytowana działalność laboratoriów badawczych

Obiekt badań: próbka/próbki przedmiotu oceny zgodności (materiału, wyrobu)

- wynik/wyniki badania próbek/próbki
- stwierdzenia dotyczące zgodności / niezgodności z wymaganiami i/lub specyfikacjami obiektu badań
- opinie i interpretacje w oparciu o wyniki badań obiektu

- nie zamieniają etapu przeglądu i atestacji (inspekcji lub certyfikacji)

- pełne informacje do etapu przeglądu i atestacji: dot. procedur, planu pobierania próbek, zastosowanych metod i procedur, anomalia i odstępstwa i inne.

Proces pobierania próbek – plany, procedury, zapewnienie jakości i dokumentowanie

Beata Czechowicz
Kierownik Zespołu AB-W
Dział Akredytacji Laboratoriów Badawczych

Jeżeli *mają być formułowane* prawidłowe wnioski na temat właściwości *przedmiotu oceny*, którego zaledwie część podlega analizie, **to ta analizowana część musi być wiernym odzwierciedleniem obiektu.**

(„Pobieranie próbek środowiskowych do analizy” pod red. Jacka Namieśnika).

Błędy popełnione przy pobraniu próbki niweczą wysiłek analityka i koszty ponoszone w trakcie analizy, wyniki analizy zaś *mogą odnosić się* wówczas tylko do badanej próbki, a nie do całego *przedmiotu oceny*, **co najczęściej prowadzi do podejmowania błędnych decyzji.**

(„Pobieranie próbek środowiskowych do analizy" pod red. Jacka Namieśnika).

Wymagania prawne

Ustawa z dnia 27 kwietnia 2001 r. – Prawo ochrony środowiska, tekst jednolity z dnia 26 sierpnia 2013 r. (Dz.U. 2013, poz. 1232)

Art. 147a. *1. Prowadzący instalację oraz użytkownik urządzenia są obowiązani zapewnić wykonanie pomiarów wielkości emisji lub innych warunków korzystania ze środowiska przez:*

1) akredytowane laboratorium w rozumieniu ustawy z dnia 30 sierpnia 2002 r. o systemie oceny zgodności (Dz.U. z 2010 r. Nr 138, poz. 935, z późn. zm.) lub

2) certyfikowane jednostki badawcze, o których mowa w art. 16 ust. 1 ustawy z dnia 25 lutego 2011 r. o substancjach chemicznych i ich mieszaninach (Dz. U. Nr 63, poz. 322 oraz z 2012 r. poz. 908)

– w zakresie badań, do których wykonywania są obowiązani.

Wymagania prawne

Ustawa z dnia 14 grudnia 2012 r. o odpadach (Dz.U. 2013, poz. 21)

4. Badania właściwości odpadów, o których mowa w ust.3, wykonują wyłącznie laboratoria, o których mowa w art.147a ustawy z dnia 27 kwietnia 2001 r. – Prawo ochrony środowiska. ***W celu przeprowadzenia badania laboratoria pobierają próbki odpadów objęte zgłoszeniem.***

(Rozdział 3, Art.8)

Wymagania prawne

Ustawa z dnia 25 sierpnia 2006 r. o systemie monitorowania i kontrolowania jakości paliw (Dz.U. 2006, nr 169 poz. 1200) z późn. zmianami

Art. 18.

1. Zarządzający może zawierać umowy z akredytowanym laboratorium lub innym podmiotem na pobieranie próbek paliwa, jeżeli do ich pobrania są potrzebne specjalistyczne umiejętności lub specjalistyczny sprzęt techniczny.

2. W przypadku, o którym mowa w ust. 1, próbki są pobierane w obecności inspektora przez pracownika akredytowanego laboratorium lub inny podmiot, z którym zawarto umowę na ich pobranie.

Wymagania prawne

Rozporządzenie Komisji (UE) nr 601/2012 z dnia 21 czerwca 2012 r. w sprawie monitorowania i raportowania w zakresie emisji gazów cieplarnianych zgodnie z dyrektywą 2003/87/WE Parlamentu Europejskiego i Rady

Art. 33 Plan pobierania próbek

- ***Odpowiednie elementy planu pobierania próbek uzgadnia się z laboratorium przeprowadzającym analizę*** *dotyczącą odnośnego paliwa lub materiału, a dowody takiego uzgodnienia włącza się do planu monitorowania.*
- ***Prowadzący instalację w porozumieniu z laboratorium prowadzącym analizę*** *dotyczącą odnośnego paliwa lub materiału (…)* ***dostosowuje elementy planu pobierania próbek, jeśli*** *wyniki analizy wskazują, że* ***niejednorodność*** *paliwa lub materiału* ***różni się*** *znacznie* ***od*** *danych dotyczących* ***niejednorodności, na których opierał się pierwotny plan pobierania próbek*** *danego paliwa lub materiału.*

Art. 33 Plan pobierania próbek

• *Jeśli współczynniki obliczeniowe są wyznaczane w drodze analiz, prowadzący instalację przedstawia właściwemu organowi do zatwierdzenia, w odniesieniu do każdego paliwa lub materiału,* ***plan pobierania próbek*** *w postaci procedury zawierającej informację o* ***metodyce przygotowania próbek****, w tym o obowiązkach, lokalizacjach,* ***częstotliwościach i ilościach****, a także o* ***metodyce przechowywania i transportu próbek.***

Art. 32 Współczynniki obliczeniowe wyznaczane na podstawie analiz

• *Wyniki analiz wykorzystuje się wyłącznie w odniesieniu* ***do*** *okresu* ***dostawy*** *bądź* ***partii paliwa*** *lub* ***materiału, którego próbki pobrano i dla którego próbki miały być reprezentatywne***

Rozporządzenie w sprawie monitorowania i raportowania – wytyczne dotyczące pobierania próbek i analizy (art. 33)

Plan pobierania próbek (zawartość):

- Informacje ogólne
- Obowiązki
- Cele pobierania próbek
- Specyfikacje strumieni materiałów wsadowych lub strumieni masowych
- Metodyka pobierania próbek
- Procedury pakowania, konserwacji, przechowywania i transportu
- Laboratorium analityczne (dane dotyczące adresu i akredytacji)

Wymagania PN-EN ISO/IEC 17025:2005

5.7 Pobieranie próbek

5.7.1 Laboratorium powinno mieć **plan pobierania próbek i procedury pobierania próbek**, jeżeli przeprowadza pobieranie próbek substancji, materiałów lub wyrobów, które są następnie badane lub wzorcowane. Plan pobierania próbek, jak również procedura pobierania próbek, powinny być dostępne w miejscu pobierania próbek. Proces pobierania próbek powinien uwzględniać czynniki, które należy **nadzorować, aby zapewnić miarodajność wyników** badań i wzorcowań.

Wymagania PN-EN ISO/IEC 17025:2005

5.7 Pobieranie próbek
Uwaga 1

Pobieranie próbek jest ustaloną procedurą pobrania do badań lub wzorcowań części jakiejś substancji, materiału lub wyrobu, tak aby zapewnić **próbkę reprezentatywną dla całości.** Wymaganie pobierania próbek może być również zawarte w odpowiednich specyfikacjach, zgodnie z którymi substancję, materiał lub wyrób należy zbadać lub wzorcować. W pewnych przypadkach (np. analizy sądowe) próbka może nie być reprezentatywna, jeżeli decyduje jej dostępność.

Wymagania PN-EN ISO/IEC 17025:2005

5.7 Pobieranie próbek
Uwaga 2

Zaleca się, aby w procedurze pobierania próbek opisano wybór, plan pobierania próbek, pobranie i przygotowanie próbki lub próbek z substancji, materiału lub wyrobu, tak aby uzyskać wymaganą informację.

Cel badania

Wyniki analizy reprezentatywnych próbek powinny być źródłem informacji niezbędnych do:

- Określenia stanu (jakości) *przedmiotu oceny*,
- Potwierdzenia postawionej hipotezy badawczej,
- Podjęcia właściwej decyzji (administracyjnej, gospodarczej i prawnej),
- Rozwiązania problemu klienta.

Cel badania a przegląd umowy

- Laboratorium powinno ustalić z klientem **cel wykonania badania**
- Dobrze przeprowadzony przegląd umowy zabezpiecza przed wystąpieniem pracy nie spełniającej wymagań.
- *Przegląd umowy powinien opierać się na przeprowadzonej w laboratorium* walidacji metody lub potwierdzeniu przydatności do stosowania metody.

Program pobierania próbek

Przed opracowaniem jakiegokolwiek programu pobierania próbek należy **najpierw ustalić cele badań**, są one bowiem głównymi czynnikami decydującymi o np. lokalizacji i gęstości punktów pobierania próbek, czasie pobierania próbek, sposobie postępowania z pobranymi próbkami oraz wymaganiach dotyczących analiz. Szczegóły każdego programu pobierania próbek zależą od tego, czy potrzebna jest informacja o wartości średniej, rozmieszczeniu przestrzennym, czy zmienności określonych parametrów np. gleby.

Program pobierania próbek

Należy zwrócić uwagę na wymagany stopień szczegółów i precyzji oraz sposób, w jaki mają być wyrażane i prezentowane wyniki badań, np. jako stężenia substancji chemicznych, wartości minimalne i maksymalne, średnie arytmetyczne, wartości średnie, itd.

Dodatkowo ważne jest, aby ustalić wykaz parametrów będących przedmiotem zainteresowania i przejrzeć odpowiednie metody analityczne, gdyż w nich zwykle podano zasady dotyczące rodzaju środków ostrożności, które będą zachowywane w czasie pobierania próbek i późniejszego postępowania z próbkami.

Program pobierania próbek

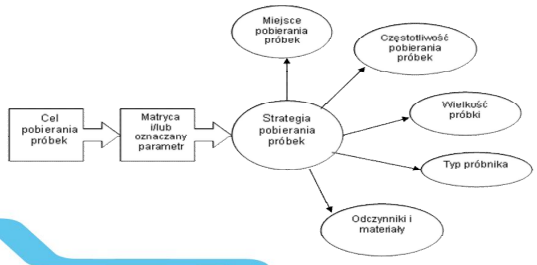
1. Określanie celu
2. Informacje wstępne
3. Strategia
4. Pobieranie próbek
5. Bezpieczeństwo
6. Protokół pobrania próbek

Program pobierania próbek

Cele pobierania próbek:

- pomiary w ramach kontroli jakości wykonywane w celu stwierdzenia potrzeby krótkotrwałej korekty procesu technologicznego,
- pomiary w celu scharakteryzowania jakości, do ustalania i sprawdzania osiągania celów jakościowych wyznaczanych w aspekcie wymagań określanych przepisami, do celów kontroli długoterminowej lub określania długoterminowych kierunków zmian,
- identyfikowanie i kontrola źródeł zanieczyszczeń.

Elementy strategii pobierania próbek



Elementy strategii pobierania próbek

1. Koordynacja z osobami odpowiedzialnymi za przygotowanie próbki i wykonanie analizy,
2. Wybór odpowiedniego sprzętu do pobierania próbek,
3. Wybór odpowiedniego sposobu i miejsca przechowywania,
4. Wybór odpowiednich sposobów zabezpieczania i przechowywania,
5. Wybór odpowiedniego sposobu oznakowania i transportu,
6. Badania , które będą wykonywane w terenie.

Zapewnienie jakości pobierania próbek

Zapewnienie jakości pobierania próbek – proces mający na celu identyfikację poprzez ilościowe określenie błędów *(niepewności)* związanych z pobieraniem próbek, uwzględniający: proces pobierania próbek, transport próbek, kontaminację próbek.

Zapewnienie jakości pobierania próbek odbywa się na podstawie: sprawdzania precyzji pobierania próbek, monitorowania źródeł kontaminacji próbek oraz badania trwałości próbek podczas transportu.

Zapewnienie jakości pobierania próbek

Źródła *niepewności pochodzące z procesu pobierania* próbek

1. Zanieczyszczenie próbek (sprzęt do pobierania, naczynia, warunki środowiskowe pobierania, kontaminacja pomiędzy próbkami, utrwalanie, transport, środowisko przechowywania)
2. Nietrwałość próbki (cechy trwałości próbki, wpływ naczyń, warunki środowiskowe przechowywania i transportowania)
3. Nieprawidłowość utrwalenia

Zapewnienie jakości pobierania próbek

Źródła *niepewności pochodzące z procesu pobierania* próbek c.d.

4. Niewłaściwe pobranie próbki (odstępstwo od procedury)
5. Pobieranie próbek z niejednorodnych obiektów
6. Transportowanie próbek

Zapewnienie jakości pobierania próbek

Cele zapewnienia jakości podczas pobierania próbek

1. Podanie sposobu monitorowania i wykrywania *składowych niepewności pochodzących z etapu* pobierania próbek (metoda odrzucania błędnych danych)
2. Możliwość wykazania, że *składowe niepewności pochodzące z etapu* próbek są pod kontrolą
3. Określenie zmienności podczas pobierania próbek (składowych niepewności)

Zapewnienie jakości pobierania próbek

„Nakład pracy ponoszony na sterowanie jakością pobierania próbek zależy od celów programu, lecz zaleca się przeznaczenie co najmniej 2% nakładu pracy analitycznej na sterowanie jakością pobierania próbek”.

Etykiety próbek

Należy zapisywać pochodzenie próbki i sposób jej pobrania a odpowiedni zapis powinien być dołączany do pojemnika na próbkę niezwłocznie po napełnieniu. Brak szczegółowej informacji dołączonej do badanej próbki ogranicza wartość wykonanej analizy

- Numer próbki,
- Data i czas pobrania próbki,
- Lokalizacja punktu pobrania próbki, nazwa próbnika
- Typ próbki,
- Anality,
- Sposób konserwacji.

Zabezpieczanie próbek i transport

Przyczyny zmian zachodzących w próbkach są liczne i mogą obejmować:

- utlenianie się niektórych związków tlenem atmosferycznym;
- zmiany natury chemicznej niektórych substancji powodowane zmianami temperatury, ciśnienia i higroskopijnością;
- zmiany w pH, przewodności, zawartości dwutlenku węgla, itd., wynikające z absorpcji dwutlenku węgla z powietrza;
- nieodwracalną adsorpcję metali lub niektórych związków organicznych znajdujących się w próbce na powierzchni pojemników;
- polimeryzację lub depolimeryzację;
- zmiany niektórych składników spowodowane działalnością żywych organizmów.

Zabezpieczanie próbek i transport

Rodzaj tych zmian jest funkcją:

- chemicznego i fizycznego charakteru próbki,
- jej temperatury,
- narażenia jej na światło,
- rodzaju pojemnika, w którym próbkę umieszczono,
- czasu dzielącego pobranie próbki od wykonania analizy,
- warunków (na przykład spokój lub wstrząsy w czasie transportu), którym próbka podlega,
- warunków sezonowych, itd.

Zabezpieczanie próbek i transport

Utrwalanie

Jeżeli konieczne jest utrwalanie próbek, należy wybrać taką metodę, w wyniku której nie nastąpi ich niemożliwe do zaakceptowania zanieczyszczenie.

W każdym przypadku metoda utrwalania powinna być kompatybilna ze stosowanymi później metodami analizy i uzgodniona z laboratorium analitycznym.

Zabezpieczanie próbek i transport

Wybór pojemnika

Zadaniem pojemnika jest ochrona przed utratą próbki, stratami powodowanymi przez adsorpcję, ulatnianie się lub przed zanieczyszczaniem substancjami obcymi

Oczyszczanie pojemnika

Oczyszczanie pojemników na próbki jest bardzo ważną częścią każdego programu pobierania próbek/analiz.

Rodzaj używanego środka czyszczącego zależy od materiału pojemnika i od składników, których oznaczanie przewiduje się. Wybór kwasów lub innych środków czyszczących powinien wykluczać możliwość zanieczyszczenia pojemnika składnikami, które będą oznaczane a ponadto nie powinien stwarzać zagrożenia dla środowiska lub zdrowia człowieka.

Zabezpieczanie próbek i transport

Transport

Zaleca się chronienie i uszczelnianie pojemników zawierających próbki w taki sposób, aby w czasie transportu jakość próbek nie ulegała pogorszeniu i nie traciły one jakiejkolwiek swojej części. Zaleca się aby opakowanie chroniło pojemniki przed możliwością zanieczyszczenia z zewnątrz, szczególnie w pobliżu otworu i samo również niebyło źródłem zanieczyszczenia.

W większości metod analitycznych stosowanych w badaniach zaleca się, aby próbki dostarczać do laboratorium natychmiast po pobraniu, lecz w niektórych przypadkach podaje się przedział czasu, w jakim próbki mają dotrzeć do laboratorium.

Zaleca się przestrzeganie wszelkich przepisów krajowych, dotyczących pakowania i transportu materiałów niebezpiecznych.

Protokół pobrania próbki

Do protokołu pobrania próbki należy włączyć wyniki analiz wykonanych na miejscu. Etykiety i protokoły należy zawsze sporządzać podczas pobierania próbek. Pobierający próbki nie może przemieszczać się do wykonywania kolejnej pracy bez uprzedniego wypełnienia wszystkich niezbędnych dokumentów.

Protokół pobrania próbki

W protokole pobrania próbki należy uwzględnić co najmniej następujące informacje:

a) Lokalizację i nazwę miejsca pobrania próbki z podaniem współrzędnych geograficznych lub innych danych określających lokalizację tego miejsca;

b) Szczegóły dotyczące punktu pobierania próbki, łącznie z jej rodzajem;

c) Datę pobrania;

d) Godzinę pobrania;

e) Nazwisko pobierającego próbkę;

f) Rodzaj próbki (np. próbka jednorazowa, próbka złożona);

Protokół pobrania próbki c.d.

g) Warunki pogodowe;

h) Rodzaj poczynionych obserwacji terenowych;

i) Temperaturę wody;

j) Sposób wstępnego postępowania , łącznie z utrwalaniem;

k) Zastosowany sposób pobrania i wszelkie szczegóły dotyczące odstępstw od warunków standardowych lub praktyki pobierania próbek.

Przykładowy Protokół pobrania próbki

Pobieranie próbek, a postępowanie z obiektami badań

Dokumentowanie wyników badań z uwzględnieniem etapu pobierania próbek

Kinga Marciniak
Administrator ds. procesu
Dział Akredytacji Laboratoriów Badawczych

Schemat procesu realizacji badania

Pobieranie próbek a postępowanie z obiektami badań

System Zarządzania opisany w normie PN-EN ISO/IEC 17025:2005 + Ap1:2007 wyróżnia etapy:

- **Etap pobierania próbek**
- **Etap postępowania z obiektami do badań (przyjmowanie, przygotowanie, zabezpieczanie)**

W praktyce etapy te istotnie wpływają na miarodajność wyniku badania

Cele prowadzonych działań

Etap pobierania próbek

- Zapewnienie **reprezentatywnej** dla przedmiotu oceny próbki tego przedmiotu (laboratorium pobierając próbki nie może oddziaływać na przedmiot oceny w sposób zmieniający jego właściwości)
- Jednoznaczne **powiązanie** pobieranych próbek **z przedmiotem oceny (identyfikacja)**
- **Utrwalenie zabezpieczenie i dostarczenie** pobranej próbki do analizy w laboratorium **w niezmienionym stanie**
- **Zabezpieczenie próbek jako własności klienta** (poufność informacji, prawa własności)

Cele prowadzonych działań

Etap postępowania z obiektami do badań

- **Zapewnienie niezmienności właściwości** i charakterystyk badanego obiektu (próbek/próbki) przez cały czas przebywania w laboratorium / postępowania laboratorium z obiektem
- Zagwarantowanie jednoznacznego **powiązania** badanych obiektów **z przedmiotem oceny (identyfikacja ze zleceniem)**
- **Zabezpieczenie obiektu** będącego własnością klienta oraz jego magazynowanie, przechowywanie lub pozbywanie się (poufność informacji, prawa własności, umożliwienie powtórzenia badań)

Cele prowadzonych działań

Nadrzędnym i wspólnym celem etapu pobierania próbek i postępowania z obiektami badań jest zapewnienie, że próbka / obiekt badań

nie zmieni swoich właściwości podlegających badaniu i pozostanie reprezentatywna dla przedmiotu oceny (badań)

Pobieranie próbek a postępowanie z obiektami badań

Dla wielu obiektów nie można rozdzielić jednoznacznie etapu pobierania próbek oraz postępowania z obiektem do badań.

W badaniach np.:

Hałasu

Pola elektromagnetycznego

Mikroklimatu

strategia pomiarowa jest „specyficznym" rodzajem „pobierania próbek pomiarowych"

W tych przypadkach postępowanie z obiektem badań jest postępowaniem laboratorium w miejscu wykonywania badań (poza laboratorium)

Istotne elementy etapu pobierania próbek

- **Plany i procedury** pobierania próbek powinny być dostępne w miejscu pobierania próbek
- **Algorytm postępowania w trakcie pobierania próbek i w procesie ich przygotowania (np. utrwalanie) oraz transportu** powinien być zgodny z ustanowionymi procedurami
- System zarządzania powinien określać rodzaje i zakres **prowadzonych zapisów z etapu pobierania próbek** (potrzebne zapisy powinny być uzgadniane z wykonującym analizę)

Istotne elementy etapu pobierania próbek

- Powinien być stosowany jednolity **system oznaczania pobranych próbek** zapewniający ich identyfikowalność z przedmiotem oceny
- **Czynniki środowiskowe**, które mają wpływ na jakość pobierania próbek (w trakcie pobierania i w transporcie) powinny być zidentyfikowane i monitorowane
- **Istotne parametry meteorologiczne/środowiskowe to** np. temperatura, wilgotność, prędkość wiatru, ciśnienie atmosferyczne w trakcie pobierania

PN-ISO 5667-10:1997

„Sposoby utrwalania oraz późniejszego transportowania i przechowywania powinny być zawsze przedmiotem **szczegółowych konsultacji z Laboratorium** odpowiedzialnym za wykonanie analizy pobranych próbek”

Przykłady - temperatura, czas, utrwalanie

EN ISO 5667-1:2006+AC:2007 Pobieranie próbek wody

„(…) wartość BZT próbki transportowanej w pojeździe do pobierania próbek w wysokiej temperaturze otoczenia lub warunkach dostępu światła może zmniejszyć się o 40% w ciągu 8h

„(…) próbki często przechowuje się w chłodziarce lub zamrażarce. W czasie rozmrażania w próbkach często następuje strącanie się osadu. Może to powodować otrzymanie błędnych wyników analiz, szczególnie przy oznaczaniu pestycydów oraz polichlorowanych bifenyli

„(…) zastosowane sposoby utrwalenia powinny być odnotowane w protokole”

PN-ISO 6439:1994 Oznaczanie indeksu fenolowego

„(…) Jeśli pobrane próbki nie mogą być poddane analizie w ciągu 4h od pobrania, powinno się je utrwalić zaraz po pobraniu w podany sposób”

PN EN ISO 9377-2:2000 Indeks oleju mineralnego

„(…) próbkę przechowywać w temp. ok. 4 °C i ekstrahować tak szybko jak to tylko możliwe, ale zawsze przed upływem 4 dni

Istotne elementy etapu postępowania z obiektami badań

- **Ustanowione kryteria** dla przyjmowanych obiektu badań (próbek) wynikające z potrzeb metody badawczej (czy obiekt nadaje się do badań)
- Ustanowione zasady związane z dokumentowaniem stwierdzonych w obiektach **anomalii lub odstępstw** od stanu normalnego i wyspecyfikowanych warunków opisanych w stosownej metodzie badawczej
- Ustanowione zasady uzgadniania z klientem możliwości **wykonania badań w przypadku stwierdzenia anomalii lub odstępstw** i informowania o tych uwarunkowaniach personelu wykonującego badania
- Ustanowiony **system identyfikacji badanych obiektów** w trakcie przebywania w laboratorium (możliwość zidentyfikowania w zapisach i powiązania ze zleceniem/przedmiotem oceny

Istotne elementy etapu postępowania z obiektami badań

- Ustanowiony system **przekazywania badanych obiektów wewnątrz laboratorium** oraz **sposób przekazywania ich na zewnątrz** (np. podwykonawcy)
- Ustanowione procedury i dysponowanie środkami zapobiegającymi pogorszeniu się właściwości badanych obiektów. Należy zapewnić ich przechowywanie w ustalonych warunkach lub ich odpowiednie kondycjonowanie, w tym zabezpieczenie obiektów i ich ochronę, jeżeli to istotne
- Ustanowione zasady **opracowania i nadzorowania zapisów** dokumentujących proces postępowania z obiektem badań, w tym danych istotnych dla wykonania badania.

Przyjmowanie próbek

Na ocenę czy próbka nadaje się do badania mają wpływ różne czynniki np.:

- Wielkość/ilość próbki
- Temperatura przyjęcia/przechowywania próbki
- Informacje o terminie pobrania próbki
- Informacje o warunkach transportowania/przechowywania – aby zapewnić niezmienność cech próbki

Wszystkie anomalie dotyczące przyjętej próbki powinny być odnotowane.

Powiązanie etapów pobierania próbek i postępowania z obiektami badań

1. Laboratorium **samodzielnie** pobiera próbki oraz wykonuje analizę / wykonuje badanie w miejscu wskazanym przez klienta
2. Laboratorium wykonuje analizę, ale próbki pobierane są przez pracowników **innej komórki organizacyjnej** tego samego podmiotu (w **tej samej lub innej lokalizacji co laboratorium**)
3. Laboratorium **jednego podmiotu** pobiera próbki i przekazuje je do analizy do Laboratorium **drugiego podmiotu** (podwykonawstwo analizy)
4. Laboratorium wykonuje analizę próbki pobranej i/lub dostarczonej **przez klienta**

Powiązanie etapów pobierania próbek i postępowania z obiektami badań

Dla wszystkich przypadków powiązań etapów pobierania próbek i postępowania z obiektami badań

istotne elementy tych etapów powinny być zapewnione i udokumentowane (działania oraz ich wyniki)

z taką samą starannością i rzetelnością.

Jest to podstawowy warunek przedstawienia klientowi **miarodajnego wyniku badania – w tym użytecznego dla celu badania.**

Informacja o braku danych z etapu pobierania próbek (klient dostarczył próbkę bez przekazania istotnych danych), lub przypadku próbki jednostkowej

jest informacją istotną i użyteczną

Dokumentowanie etapu pobierania próbek i postępowania z obiektami badań w sprawozdaniu z badań

Pkt. 5.10 normy PN-EN ISO/IEC 17025:2005+Ap1:2007

Sprawozdanie z badań powinno zawierać, między innymi, informacje:

- **wymagane przez klienta**
- **niezbędne do interpretacji wyników badań (miarodajność wyników, zastosowanie)**
- **wymagane w zastosowanej metodzie**

Dokumentowanie etapu pobierania próbek i postępowania z obiektami badań w sprawozdaniu z badań

W sprawozdaniu z badań powinno być (zawsze):

- odwołanie do **planu pobierania** próbek i procedur wykorzystywanych przez laboratorium lub inne organizacje, gdy jest to istotne dla miarodajności wyników lub dla ich zastosowania

Gdy sprawozdanie zawiera wyniki pobierania próbek, zamieszcza się:

- datę pobierania
- jednoznaczną i pełną identyfikację przedmiotu oceny zgodności podlegającego pobieraniu (materiału, wyrobu)
- **miejsca** pobierania próbek, łącznie ze szkicami lub fotografiami
- dane dotyczące warunków środowiskowych w trakcie pobierania, mogących mieć wpływ na interpretację wyniku badania
- przywołanie odnośnych procedur i planów pobierania
- Informacje nt. odchyleń, uzupełnień lub ograniczeń w zakresie stosowanych procedur pobierania, norm lub specyfikacji dotyczących pobierania i warunków środowiskowych

Wyniki pobierania próbek mogą stanowić załącznik do sprawozdania z badań

Dokumentowanie etapu pobierania próbek i postępowania z obiektami badań w sprawozdaniu z badań

W sprawozdaniu z badań podaje się:

- opis stan i jednoznaczna identyfikację obiektu/obiektów badania
- datę przyjęcia obiektu badania i datę wykonania badania wówczas gdy jest to istotne dla miarodajności wyników lub dla ich zastosowania

W sprawozdaniu z badań zamieszcza się **oświadczenie**, że wynik badania odnosi się wyłącznie do badanej próbki/obiektu

Przedmiotem badań w laboratorium jest próbka (próbki) /obiekt (substancji, materiału lub wyrobu podlegającego pobieraniu),

a nie przedmiot oceny zgodności - substancja materiał lub wyrób

Informacje dodatkowe zamieszczane w sprawozdaniu nie powinny sugerować, że laboratorium odnosi wynik badania próbki/obiektu do substancji, materiału lub wyrobu

Sprawozdanie z badań

W sprawozdaniach z badań należy odnotować i opisać:

- wszystkie **odstępstwa**, **uzupełnienia** lub **wyłączenia** od procedury pobierania próbek oraz specyficznych warunków mających wpływ na jakość pobierania próbek
- **stan** i ewentualne **anomalia** odnośnie próbki/obiektu oraz **odstępstwa** od specyficznych warunków postępowania przy pobieraniu, transporcie, przygotowaniu i przechowywaniu obiektu badań

Sprawozdanie z badań

Przy przedstawianiu w sprawozdaniu z badań stwierdzenia dotyczącego oszacowanej niepewności pomiarów, należy określić, jeżeli to istotne dla zastosowania wyniku (wynik badania próbki/obiektu będzie wykorzystany do oceny zgodności przedmiotu podlegającego pobieraniu) czy została uwzględniona **składowa niepewności pochodząca od etapu pobierania** badanej próbki/próbek

Wyniki przedstawiane w sprawozdaniu z badań

Pobieranie próbek w działalności inspekcyjnej

Monika Obara
Koordynator
Dział Akredytacji Laboratoriów Badawczych
Dział Akredytacji Jednostek Certyfikujących i Inspekcyjnych

Wymagania akredytacyjne - nowe

Jednostki przeprowadzające inspekcje

EN ISO/IEC 17020:2012

Ocena zgodności. Wymagania dotyczące działania różnych rodzajów jednostek przeprowadzających inspekcję

- polskie wydanie od 20 stycznia 2014 roku

Komunikat nr 107 z dnia 25.07.2012

Działalność inspekcyjna

Jednostki inspekcyjne przeprowadzają oceny

w imieniu indywidualnych klientów, ich macierzystych organizacji lub władz,

w celu dostarczenia informacji o zgodności przedmiotów poddanych inspekcji z przepisami, normami, specyfikacjami, programami inspekcji lub umowami.

Działalność inspekcyjna

Poddawane inspekcji parametry obejmują takie zagadnienia jak:

- ilość,
- jakość,
- bezpieczeństwo,
- funkcjonalność i ciągłą zgodność z wymaganiami bezpieczeństwa działających instalacji lub systemów.

Działalność inspekcyjna

Inspekcja może dotyczyć wszystkich etapów cyklu życia przedmiotów inspekcji, łącznie z etapem projektowania. Takie działania wymagają zwykle wykonania profesjonalnego osądu podczas przeprowadzania inspekcji.

Działalność inspekcyjna

Działalność inspekcyjna może obejmować zadania właściwe dla badań i certyfikacji tam, gdzie zadania inspekcji mają wspólne cechy z badaniami i certyfikacją.

Niemniej jednak ważną różnicą jest fakt, że w wielu rodzajach inspekcji profesjonalny osąd ma na celu określenie zgodności z wymaganiami ogólnymi, dlatego też jednostka inspekcyjna musi mieć niezbędne kompetencje do wykonania tego zadania.

Działalność inspekcyjna

Działania włączone w szerszy proces np. inspekcja może być wykorzystana do działań nadzorczych w programach certyfikacji wyrobu.

Inspekcja może być działalnością poprzedzającą utrzymywanie lub po prostu dostarczającą informacji o poddawanym inspekcji przedmiocie, bez określania zgodności z wymaganiami. W takich wypadkach może być niezbędna dalsza interpretacja.

Definicje

inspekcja

- badanie (examination) **wyrobu** (3.2), **procesu** (3.3), **usługi** (3.4), lub instalacji czy ich projektów i określanie ich zgodności z wyspecyfikowanymi wymaganiami lub na podstawie profesjonalnego osądu, z ogólnymi wymaganiami

UWAGA 1 Inspekcja procesów może obejmować personel, środki, technologię lub metodologię.

UWAGA 2 Procedury lub programy inspekcji mogą ograniczać inspekcję wyłącznie do badania.

UWAGA 3 Przyjęta z ISO/IEC 17000:2004, definicja 4.3

UWAGA 4 Termin „przedmiot" jest używany w niniejszej Normie Międzynarodowej odpowiednio w odniesieniu do wyrobu, procesu, usługi lub instalacji.

Metody i procedury inspekcji

Wymagania dotyczące metod i procedur inspekcji:
- określone w przepisach, normach lub
- opracowane przez jednostkę wg specyfikacji klienta lub/i wymagań wewnętrznych

Poinformowanie klienta, gdy metoda zaproponowana przez klienta jest niewłaściwa
- przy przeglądzie umowy, zlecenia

Nieznormalizowane metody
– właściwie i w pełni udokumentowane.

Metody i procedury inspekcji

Udokumentowanie instrukcji dotyczących:
- planowania inspekcji
- technik pobierania próbek
- technik inspekcyjnych

w przypadkach gdy ich brak zagraża skuteczności procesu inspekcji.

Wiedza na temat:
- metod statystycznych pobierania próbek
- prawidłowej obróbki i interpretacji wyników.

Metody i procedury inspekcji

Wszystkie wymagania techniczne normy PN-EN ISO/IEC 17020 mają zastosowanie przy pobieraniu próbek:

- wyznaczenie kierownika technicznego,
- kompetencje personelu,
- wyposażenie,
- metody,
- postępowanie z próbkami,
- zapisy,
- sprawozdania.

Sprawozdania z inspekcji i świadectwa inspekcji

Sprawozdanie z inspekcji lub świadectwie inspekcji – odtworzenie pracy jednostki inspekcyjnej

Zawartość sprawozdania z inspekcji lub świadectwa inspekcji:
- identyfikacja jednostki wydającej;
- jednoznaczna identyfikacja i data wydania;
- data (daty) inspekcji;
- identyfikacja przedmiotu (-ów) inspekcji;
- podpis lub inny znak zatwierdzenia przez upoważniony personel;
- oświadczenie o zgodności, tam gdzie ma to zastosowanie;
- wyniki inspekcji, jeśli nie są wyszczególnione zgodnie z 7.4.3.

Opcjonalne elementy w sprawozdaniach z inspekcji i świadectwach inspekcji: Załącznik B (informacyjny)

- oznaczenie dokumentu
- identyfikacja klienta
- opis zamówionych prac inspekcyjnych
- informacja o tym, co zostało pominięte z zaplanowanego zakresu prac
- metody i procedury, które zostały zastosowane
- podanie odstępstw, uzupełnień lub wyłączeń
- identyfikacja wyposażenia
- odniesienie do metod pobierania próbek
- informacja o miejscu, gdzie inspekcja została przeprowadzona
- informacja, gdy ma to znaczenie, o warunkach środowiskowych
- stwierdzenie, że wyniki inspekcji odnoszą się wyłącznie do zamówionych prac lub przedmiotu (-ów) czy partii
- stwierdzenie, że sprawozdanie z inspekcji może być odtwarzane jedynie w całości
- znak lub pieczęć inspektora
- nazwiska (lub niepowtarzalna identyfikacja) członków personelu, który wykonywał inspekcję i ich podpisy.

Sprawozdania z inspekcji i świadectwa inspekcji

Świadectwo inspekcji powinno zawierać wyniki inspekcji,

chyba że możliwe jest sporządzenie

Sprawozdania z inspekcji zawierające wyniki inspekcji i obydwa dokumenty są wzajemnie identyfikowalne.

Pobieranie próbek węgla w działalności inspekcyjnej

Umowa w zakresie usługowego pobierania próbek i wykonania oznaczeń jakościowych parametrów węgla.

Pobieranie próbek węgla wg normy PN-90/G-04502.

Przygotowanie próbki laboratoryjnej na miejscu pobrania

Sporządzenie „Protokołu pobrania próbek węgla".

Przetransportowanie przygotowanej próbki do laboratorium.

Poddanie próbki dalszej obróbce - wydzielenie z niej próbki analitycznej do wykonania zleconych badań.

Sprawozdanie z badań.

Sprawozdanie z inspekcji.

Pobieranie próbek węgla w działalności inspekcyjnej

Zapisy dotyczące realizacji zlecenia - wszystkie informacje istotne dla odtworzenia procesu inspekcji:
- ustalenie ilości próbek pierwotnych, ich wielkości i masy próbki ogólnej
- pobieranie i przygotowanie próbek zgodnie z normą
- odpowiednie zabezpieczenie pobranych próbek.

Pobieranie próbek węgla w działalności inspekcyjnej

Z próbkobrania inspektorzy sporządzają „Raport z próbkobrania węgla”, w którym zawarte są między innymi dane dotyczące:

- próbki, obiektu badań
- miejsca poboru,
- zleceniodawcy,
- inspektorów,
- warunki pogodowe,
- zaobserwowane nieprawidłowości.

Pobieranie próbek węgla w działalności inspekcyjnej

Próbka przeznaczona do badań chemicznych i/lub fizykochemicznych jest przekazywana do akredytowanego laboratorium wraz ze „Zleceniem wykonania analiz”.

Wyniki przeprowadzonych analiz zapisywane są w Sprawozdaniach z badań przesyłanych z Laboratorium.

Z przeprowadzonych inspekcji jednostka (osoba upoważniona) sporządza Sprawozdanie z inspekcji.

Sprawozdania opatrzone symbolem akredytacji zawierają orzeczenie o zgodności.

Zakres akredytacji

Symbol inspekcji	Rodzaj inspekcji	Dziedzina inspekcji	Metody i procedury inspekcji
IT.1	inspekcje ilości i jakości towarów	Zboża	Procedura P-X wyd. Y z dnia dd.mm.rrrr **Usługi inspekcyjne** Instrukcja I-X wyd. Y z dnia dd.mm.rrrr **Instrukcja pobierania próbek do celów kontroli zbóż**
IT.4	inspekcje ilości i jakości towarów	Paliwa stałe (węgiel kamienny i koks)	Procedura P-X wyd. Y z dnia dd.mm.rrrr **Usługi inspekcyjne** PN-90/G-04502 **Węgiel kamienny i brunatny. Metody pobierania i przygotowania próbek do badań laboratoryjnych.**
IT.5	inspekcje ilości i jakości towarów	Paliwa płynne (ropa naftowa)	Procedura P-X wyd. Y z dnia dd.mm.rrrr **Usługi inspekcyjne** Procedura PB-X wyd. Y z dnia dd.mm.rrrr **Procedura pobierania próbek ciekłych przetworów naftowych**

Zakres akredytacji

Symbol inspekcji	Rodzaj inspekcji	Dziedzina inspekcji	Metody i procedury inspekcji
ID.1	inspekcje dozorowe	Urządzenia ciśnieniowe i zbiorniki ciśnieniowe	Procedura P-X wyd. Y z dnia dd.mm.rrrr Uzgadnianie dokumentacji, modernizacji i napraw urządzeń technicznych Procedura P-X wyd. Y z dnia dd.mm.rrrr Badanie i dokumentowanie uszkodzeń urządzeń technicznych lub/i wypadków przy tych urządzeniach Procedura P-X wyd. Y z dnia dd.mm.rrrr Badania okresowe i doraźne urządzeń ciśnieniowych, zbiorników niskociśnieniowych i bezciśnieniowych
ID.2	inspekcje dozorowe	Zbiorniki transportowe	Procedura P-X wyd. Y z dnia dd.mm.rrrr Wykonywanie czynności poprzedzających wydanie pierwszej decyzji zezwalającej na eksploatację urządzeń ciśnieniowych, badania odbiorcze zbiorników niskociśnieniowych i bezciśnieniowych oraz rurociągów

DAK -07 wydanie 7 z dnia 13.02.2014

Akredytacja Jednostek Inspekcyjnych
Wymagania Szczegółowe

Działalność jednostki inspekcyjnej polegająca tylko i wyłącznie na pobieraniu próbek nie może być akredytowana w ramach normy PN-EN ISO/IEC 17020.

Aktualności ILAC - Działanie grupy WG 10

- ILAC G 19:2002 Guidelines for Forensic Science Laboratories

- przewodnik dla akredytacji laboratoriów kryminalistycznych według normy ISO/IEC 17025

- ILAC G 19:20XX Modules in a forensic science proces

W 2007 roku na forum IAF i ILAC zdecydowano poszerzyć zakres tego dokumentu i objąć nim wymagania kompetencyjne dla jednostek prowadzących działania na miejscach zdarzeń kryminalistycznych, w przypadku akredytacji jednostek oceniających zgodność w odniesieniu do wymagań norm ISO/IEC 17020 lub ISO/IEC 17025

Aktualności ILAC - Działanie grupy WG 10

Działalność na miejscu zdarzeń kryminalistycznych obejmuje:
- pobieranie próbek – materiału dowodowego,
- badania (na miejscu i/lub w laboratoriach)
- postępowanie charakterystyczne dla działalności inspekcyjnej.

W działania na miejscu zdarzeń kryminalistycznych mogą być zaangażowane:
- laboratoria badawcze
- jednostki inspekcyjne

stosownie do zadań wynikających z zakresu prowadzonego śledztwa.

Aktualności ILAC - Działanie grupy WG 10

Jednostki prowadzące działalność w tym zakresie mogą wykonywać tylko oddzielne czynności lub realizować cały proces lub kombinacje badań, oględzin i innych czynności śledczych.

Wg dokumentu ILAC G19 wszystkie badania wykonywane na miejscu zdarzeń kryminalistycznych mogą być wykonywane wg właściwych procedur w ramach systemu zarządzania jakością zgodnego z wymaganiami normy ISO/IEC 17020 pod warunkiem uwzględnienia, mających zastosowanie, wymagań normy ISO/IEC 17025.

Pobieranie próbek w działalności certyfikacyjnej

Joanna Skrzypczak
Asystent ds. procesu
Dział Akredytacji Jednostek Certyfikujących i Inspekcyjnych

Możliwości badawcze

Warunkiem udzielenia akredytacji jednostce certyfikującej wyroby oraz jej utrzymywania jest posiadanie przez nią możliwości badawczych we wnioskowanym lub akredytowanym zakresie, o ile w przyjętym przez jednostkę systemie certyfikacji występują badania laboratoryjne.

Za posiadanie możliwości badawczych uważa się spełnienie przynajmniej jednego z poniższych warunków:

a) posiadanie przez jednostkę w strukturze organizacji, akredytowanego laboratorium w odpowiednim zakresie;

b) podpisany przez jednostkę kontrakt (lub inny dokument prawny) o współpracy z akredytowanym lub upoważnionym na mocy właściwego przepisu prawnego (w odpowiednim zakresie) laboratorium, zgodnie z danym programem certyfikacji;

Możliwości badawcze c.d.

c) posiadanie przez jednostkę uznanego przez nią laboratorium wchodzącego w skład struktury organizacji lub zewnętrznego. W tym przypadku jednostka certyfikująca powinna wykazać kompetencje takiego laboratorium zgodne z wymaganiami PN-EN ISO/IEC 17025, w zakresie niezbędnym dla danego programu certyfikacji, np. poprzez udokumentowaną ocenę kompetencji laboratorium przeprowadzoną przez wykwalifikowany personel zgodnie z odpowiednimi procedurami, obejmującą ocenę początkową kompetencji i bieżące monitorowanie funkcjonowania laboratorium. Jeżeli dowód dostarczony przez jednostkę certyfikującą nie daje zaufania do działalności badawczej, PCA zastrzega sobie prawo do przeprowadzenia dodatkowej oceny w miejscu prowadzenia badań. W przypadku korzystania z laboratoriów nieakredytowanych jednostka powinna wymagać uczestnictwa laboratorium w badaniach biegłości (PT).

Możliwości badawcze c.d.

d) podpisany przez jednostkę kontrakt (lub inny dokument prawny) o współpracy z laboratorium producenta, pod warunkiem, że przedstawiony do akredytacji program certyfikacji przewiduje taką możliwość i określa warunki wykorzystywania takiego laboratorium, z zachowaniem zasady podanej w punkcie b) lub c).

(Dokument PCA DACW-01 Akredytacja jednostek certyfikujących wyroby. Wymagania szczegółowe)

Rolnictwo ekologiczne

Jednostka certyfikująca pobiera i poddaje badaniu próbki celem wykrycia produktów niedozwolonych w produkcji ekologicznej, sprawdzenia technik produkcji niezgodnych z zasadami produkcji ekologicznej lub celem wykrycia ewentualnego skażenia produktami niedozwolonymi w produkcji ekologicznej. Liczba próbek, jaką jednostka certyfikująca pobiera i poddaje analizie co roku, odpowiada co najmniej 5 % liczby podmiotów gospodarczych objętych jego/jej kontrolą.

(Rozporządzenie wykonawcze Komisji (UE) nr 392/2013 z dnia 29 kwietnia 2013 roku)

Rolnictwo ekologiczne

W przypadku konieczności pobierania próbek potrzebnych w procesie certyfikacji, jednostka certyfikująca powinna posiadać procedury zapewniające jednakowe postępowanie podczas pobierania (łącznie z planami pobierania), identyfikowania oraz postępowania z próbkami.

Jednostka certyfikująca powinna posiadać wykazy kompetentnych próbkobiorców i kompetentnych laboratoriów do przeprowadzania badań.

(dokument PCA: DAC-13 Program akredytacji jednostek certyfikujących w zakresie rolnictwa ekologicznego)

Rolnictwo ekologiczne

Zgodnie z zaleceniem Komisji Europejskiej po ocenie przeprowadzonej w Polsce w dniach 11-21 września 2011 roku należy zapewnić przeprowadzanie przez wyznaczone laboratoria analizy próbek produktów ekologicznych pobranych w trakcie kontroli urzędowych zgodnie z wymogami art. 12 rozporządzenia (WE) nr 882/2004 tj. właściwy organ (Minister Rolnictwa i Rozwoju Wsi) wyznacza laboratoria, które mogą przeprowadzić analizę próbek. Wyznaczone laboratoria muszą być laboratoriami akredytowanymi.

Integrowana Produkcja Roślin

Czynności kontrolne przeprowadzane przez Jednostkę Certyfikująca obejmują między innymi pobieranie próbek roślin i produktów roślinnych do badań na obecność pozostałości środków ochrony roślin oraz poziomu azotanów, azotynów i metali ciężkich w celu sprawdzenia określonych wymagań

Badaniom poddaje się rośliny lub produkty roślinne u nie mniej niż 20% producentów.

(Ustawa o środkach ochrony roślin z dnia 8 marca 2013 r.)

Integrowana Produkcja Roślin

Badania przeprowadza się w laboratoriach posiadających akredytację w odpowiednim zakresie udzieloną w trybie przepisów ustawy z dnia 30 sierpnia 2002 roku o systemie oceny zgodności lub przepisów rozporządzenia nr 765/2008.

(Ustawa o środkach ochrony roślin z dnia 8 marca 2013 r.)

Pobieranie próbek

W obszarze próbkobrania oczekuje się od Jednostki certyfikującej:

1. udokumentowania procedur dotyczących:
- planowania
- sposobu pobierania próbek do badań laboratoryjnych
- sposobu zabezpieczenia próbek
- sposób postępowania z pobranymi próbkami do badań

2. Udokumentowania w protokole:
- Danych podstawowych (identyfikacja podmiotu u którego pobrano próbkę, data, miejsce pobrania, rodzaj i wielkość próbki, opakowanie, powierzchnia uprawy/wielkość partii)
- Innych danych np. zastosowane środki ochrony roślin

Pobieranie próbek

Przykłady wytycznych do procedur:

- Rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 27 listopada 2013 r. w sprawie pobierania próbek roślin, produktów roślinnych lub przedmiotów do badań na obecność pozostałości środków ochrony roślin,

- Rozporządzenie Ministra Zdrowia z dnia 17 października 2007 r. w sprawie pobierania próbek żywności w celu oznaczania poziomów pozostałości pestycydów

Akredytacja działalności w zakresie pobierania próbek

Hanna Tugi
Zastępca Kierownika
Dział Akredytacji Laboratoriów Badawczych

Zharmonizowane wymagania akredytacyjne

„akredytacja" oznacza poświadczenie przez krajową jednostkę akredytującą, że jednostka oceniająca zgodność spełnia wymagania określone w **normach zharmonizowanych** oraz – w stosownych przypadkach – **wszelkie dodatkowe wymagania**, w tym wymagania określone w odpowiednich systemach sektorowych konieczne do realizacji określonych czynności związanych z oceną zgodności.

Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) Nr 765/2008 z dnia 9 lipca 2008 r.

Zharmonizowane wymagania akredytacyjne

Zgodnie z Wielostronnym Porozumieniem EA (EA MLA), Sygnatariusz EA MLA powinien prowadzić działalność zgodnie z kryteriami określonymi w odpowiednich **zharmonizowanych normach** publikowanych przez CEN/CENELEC lub ISO/IEC oraz, jeżeli to stosowne, uzupełnionych dokumentami interpretacyjnymi EA.

Brak jest międzynarodowych wymagań akredytacyjnych umożliwiających akredytację pobierania próbek jako „**stand-alone activity**".

Zharmonizowane wymagania akredytacyjne

Pobieranie próbek jako element integralny akredytowanej działalności:

a) Wymagania normy PN-EN ISO/IEC 17025:2005 umożliwiają ocenę kompetencji laboratorium (mającego wdrożony system zarzadzania wg ISO 17025 i kompetencje w zakresie realizacji badań) **w obszarze pobierania próbek do wykonywanych badań** - ISO 17025 uznaje jako zasadę, że badania w laboratorium są wykonywane wraz z pobieraniem próbek przez to laboratorium.

b) w pozostałych normach zharmonizowanych brak jest wymagań akredytacyjnych do pełnej oceny kompetencji w zakresie pobierania próbek

Prace w ILAC i EA w zakresie akredytacji pobierania próbek

ILAC Accreditation Committee (AIC)

Grupa Robocza WG 5 pracowała przez ponad 5 lat (ankiety, warsztaty w 2010 r.) nad zasadnością i potrzebą ustanowienia przewodnika dla jednostek akredytujących do akredytacji pobierania próbek, w tym z uwzględnieniem akredytacji pobierania jako stand-alone activity.

Prace zakończono – stwierdzono na obecnym etapie brak możliwości ustalenia jednolitego podejścia w formie przewodnika dla jednostek akredytujących.

Wyniki prac zebrano i uogólniono w dokumencie „**Position statement**", który zawiera rekomendacje dla jednostek akredytujących, które akredytują pobieranie próbek.

Dokument „Position statement" wskazuje:

- Pobieranie próbek może stanowić tzw. stand-alone activity prowadzoną przez organizację bądź stanowić integralną część działalności prowadzonej przez jednostkę oceniającą zgodność – laboratorium badawcze lub jednostkę inspekcyjną,
- Kryterium akredytacji - dostosowane do przeznaczenia pobierania próbek - która norma jest najbardziej odpowiednia: ISO 17020 lub ISO 17025 - kwestia do rozstrzygnięcia

Dokument „Position statement" wskazuje:

- Procedury/ strategia/plany pobierania próbek (występowanie krajowych bądź międzynarodowych przewodników, wymagań prawnych, norm, procedur badawczych, potrzeba ew. przewodnika dotyczącego krytycznych aspektów pobierania próbek)
- Zakres oceny – ocena kompetencji wraz z obserwacją pobierania próbek w najbardziej efektywny i ekonomiczny sposób, z uwzględnieniem następujących aspektów, jeśli dotyczy:

- Appropriateness pobierania próbek i jego wpływ na działalność badawczą/inspekcyjną
- Potrzeba: obserwacji pobierania próbek, planów pobierania próbek, oceny ich wiarygodności, kto przygotowuje plany
- Postępowanie z próbkami i transport próbek
- Identyfikowalność i oznakowanie próbek
- Znaczenie wymagań dotyczących spójności pomiarowej oraz niepewności pomiaru

- Znaczenie oraz możliwość zastosowania wymagań dotyczących udziału w badaniach biegłości (PT) oraz innych metod zapewniania jakości wyników badań
- Kryteria akceptacji/odrzucenia dla próbek
- Kompetencje personelu pobierającego próbki
- Bezpieczne usuwanie próbek
- Zapisy oraz przedstawianie pobierania próbek w sprawozdaniach z badań

Dokument „Position statement" wskazuje:

- Posiadanie przez jednostkę akredytującą zasobów - kompetentni auditorzy/eksperci. Współpraca z innymi jednostkami akredytującymi w tym obszarze
- Potwierdzenie kompetencji w zakresach akredytacji – konieczne rozstrzygnięcie dotyczące następujących elementów dla opisu kompetencji: miejsca pobierania próbek, procedury pobierania próbek, rodzaje próbek, cel pobierania próbek, plany pobierania próbek)

Ankieta i omówienie zagadnienia w ramach posiedzeń komitetów ILAC AIC i ILAC LC wykazała:

- większość jednostek akredytujących ocenia kompetencje do pobierania próbek wyłącznie w ramach oceny działalności laboratoriów badawczych, z uwzględnieniem wymagań ISO17025,
- występują różnice w odniesieniu do sposobu dokumentowania potwierdzonych kompetencji w zakresach akredytacji

Prace w ILAC i EA w zakresie akredytacji pobierania próbek

Stanowisko Komitetu wskazuje na następujące uwarunkowania występujące na obecnym etapie w zakresie akredytacji pobierania próbek:

Brak jest zharmonizowanych wymagań akredytacyjnych dla pobierania próbek jako stand-alone activity.
Stosowanie w tym celu norm ISO 17025 lub ISO 17020 wymaga opracowania wytycznych harmonizacyjnych.

Prace w ILAC i EA w zakresie akredytacji pobierania próbek

Przeważająca większość badań powinna być wykonywana wraz z pobieraniem próbek jako integralnej części procesu badawczego – to jest dobrze opisane wymaganiami normy ISO 17025 i może być potwierdzane w ramach akredytacji laboratoriów badawczych.

Zasadność akredytacji dla pobierania próbek jako stand-alone activity?

Argumenty za:

- ISO 17025 przewiduje, ze badania mogą być wykonywane łącznie z pobieraniem próbek i w odniesieniu do próbek dostarczonych do laboratorium – mogą więc występować jednostki, które tylko pobierają próbki i będą chciały mieć do tego potwierdzone kompetencje w ramach akredytacji
- W działalności inspekcyjnej jednostki kontrolujące same pobierają próbki lub wykonują to wyspecjalizowane komórki organów inspekcji (również może wystąpić taka potrzeba)

Zasadność akredytacji dla pobierania próbek jako stand-alone activity?

Argumenty za:

- Przepisy prawne wskazują np. konieczność posiadania akredytacji w działaniach kontrolnych lub w badaniach bazujących na pobieraniu próbek, lub też, wskazują na posiadanie akredytacji i możliwość pobierania próbek i badań przez oddzielne organizacje (emisja gazów odlotowych)
- Obecnie obserwuje się wysoką specjalizację organizacji w działaniach związanych z oceną zgodności i skomplikowanie oraz zróżnicowanie działań odnoszących się do pobierania próbek w porównaniu z analityką – brak uzasadnienia technicznego merytorycznego do łączenia tych dwóch działań w ramach jednej organizacji

Zasadność akredytacji dla pobierania próbek jako stand-alone activity?

Argumenty przeciw:

- Brak jest dostatecznych zharmonizowanych wymagań i kryteriów dla oceny kompetencji jako stand-alone activity (jednolite metody pobierania, planowania i strategii, określenia reprezentatywności, szacowania niepewności etapu pobierania i jego uwzględnienia w procesie badań)
- Brak jest wystarczających narzędzi dla zapewnienia jakości wyników pobierania próbek (kryteria jakościowe, PT/ILC)

Akredytacja pobierania próbek w Polsce

W laboratoriach badawczych - ocena kompetencji do pobierania próbek jako elementu integralnego metody badawczej.

W uzasadnionych przypadkach (np. przepis prawa wskazuje akredytacje pobierania próbek) – ocena kompetencji laboratorium do pobierania próbek nie poddawanych analizom w laboratorium w odniesieniu do wymagań zawartych w ISO 17025 w zakresie pobierania.

Akredytacja pobierania próbek w Polsce

Brak wyszczególniania pobierania próbek w zakresach akredytacji - gdy pobieranie próbek stanowi integralną część akredytowanej metody badawczej.

Jeżeli laboratorium nie pobiera próbek do badań, a pobieranie próbek stanowi integralną część metody badawczej zidentyfikowanej w zakresie akredytacji lub metoda badawcza wskazuje pobieranie próbek (np. poprzez zidentyfikowanie właściwej normy), w zakresie akredytacji jako obiekt badań wskazuje się „**próbki ….**”

POLSKIE CENTRUM AKREDYTACJI

Dziękujemy za uwagę