

Plan PT/ILC

Obecność substancji niedozwolonych oraz pozostałości chemicznych w żywności i paszach – II-D/2024

(nazwa PT/ILC)

L.P.	Nazwa i adres organizatora PT/ILC	Krajowe Laboratorium Referencyjne w kierunku badań pestycydów chloroorganicznych, pestycydów fosforoorganicznych, karbaminianów i pyretroidów w żywności pochodzenia zwierzęcego Zakład Farmakologii i Toksykologii, Państwowy Instytut Weterynaryjny – Państwowy Instytut Badawczy Al. Partyzantów 57, 24-100 Puławy
1	Imię i nazwisko, organizacja koordynatora i innych osób zaangażowanych w projektowanie i działanie programu PT/ILC	Główna osoba do kontaktu: prof. dr hab. Piotr Jedziniak e-mail: piotr.jedziniak@piwet.pulawy.pl sekretariat: zft@piwet.pulawy.pl Koordynator w ramach podkategorii ‘Pestycydy (Multi)’: • Runda: <i>PIWet-PT2024/ZFT/2 – mięso wieprzowe</i> dr Tomasz Kiljanek e-mail: tomasz.kiljanek@piwet.pulawy.pl tel. 81 8893146
2	Działania, które będą podzlecane oraz nazwy i adresy podwykonawców włączonych w realizację programu PT/ILC	Nie dotyczy.
3	Kryteria uczestnictwa, które należy spełnić	Uczestnikami mogą być wyłącznie laboratoria urzędowe biorące udział w realizacji Krajowego Planu Kontroli (KPK) pozostałości pestycydów w żywności pochodzenia zwierzęcego.
4	Liczba i rodzaj oczekiwanych uczestników programu PT/ILC	Maksymalnie 4 laboratoria: ZHW: Białystok, Gdańsk, Katowice; PIWet Puławy
5	Wybór wielkości mierzonej (-ych)/ nazwa obiektu lub właściwości objętych badaniem PT/ILC, łącznie z informacją co uczestnicy mają identyfikować, mierzyć lub badać	<i>PIWet-PT2024/ZFT/2 – Oznaczanie pestycydów w mięsie wieprzowym.</i>

6	Opis zakresu wartości lub właściwości, lub obydwu, spodziewanych dla obiektów PT/ILC	<p><i>PIWet-PT2024/ZFT/2:</i></p> <table border="0"> <tr><td>2,4'-DDT</td><td>Fipronil</td></tr> <tr><td>4,4'-DDD</td><td>Fipronil-sulfon</td></tr> <tr><td>4,4'-DDE</td><td>Foksym</td></tr> <tr><td>4,4'-DDT</td><td>Fosmet</td></tr> <tr><td>4,4'-Metoksychlor</td><td>HCB</td></tr> <tr><td>Aldryna</td><td>Heptachlor</td></tr> <tr><td>alfa-Endosulfan</td><td>Indoksakarb</td></tr> <tr><td>alfa-HCH</td><td>Karbaryl</td></tr> <tr><td>Azynofos</td><td>Kwintocen</td></tr> <tr><td>Azynofos metylowy</td><td>Lambda-Cyhalotryna</td></tr> <tr><td>beta-Endosulfan</td><td>Lindan (gamma-HCH)</td></tr> <tr><td>beta-HCH</td><td>Malation</td></tr> <tr><td>Bifentryna</td><td>Metydation</td></tr> <tr><td>Boskalid</td><td>Oksychlordan</td></tr> <tr><td>Chlorfenwinfos</td><td>Paration</td></tr> <tr><td>Chlorobenzylat</td><td>Paration metylowy</td></tr> <tr><td>Chloropiryfos</td><td>Pendimetalina</td></tr> <tr><td>Chloropiryfos metylowy</td><td>Permetryna</td></tr> <tr><td>cis-Chlordan</td><td>Piryminyfos metylowy</td></tr> <tr><td>cis-Epoksyd heptachloru</td><td>Profenofos</td></tr> <tr><td>Cyflutryna</td><td>Propoksur</td></tr> <tr><td>Cypermetryna</td><td>Pyrazofos</td></tr> <tr><td>Cyprokonazol</td><td>Resmetryna</td></tr> <tr><td>Deltametryna</td><td>Siarczan endosulfanu</td></tr> <tr><td>Diazynon</td><td>tau-Fluwalinat</td></tr> <tr><td>Dieldryna</td><td>trans-Chlordan</td></tr> <tr><td>Endryna</td><td>trans-Epoksyd heptachloru</td></tr> <tr><td>Etofenproks</td><td>Triazofos</td></tr> <tr><td>Famoksadon</td><td>Winklozolina</td></tr> <tr><td>Fenitrotion</td><td></td></tr> <tr><td>Fention</td><td></td></tr> <tr><td>Fention-sulfon</td><td></td></tr> <tr><td>Fention-sulfotlenek</td><td></td></tr> <tr><td>Fenwalerat</td><td></td></tr> </table>	2,4'-DDT	Fipronil	4,4'-DDD	Fipronil-sulfon	4,4'-DDE	Foksym	4,4'-DDT	Fosmet	4,4'-Metoksychlor	HCB	Aldryna	Heptachlor	alfa-Endosulfan	Indoksakarb	alfa-HCH	Karbaryl	Azynofos	Kwintocen	Azynofos metylowy	Lambda-Cyhalotryna	beta-Endosulfan	Lindan (gamma-HCH)	beta-HCH	Malation	Bifentryna	Metydation	Boskalid	Oksychlordan	Chlorfenwinfos	Paration	Chlorobenzylat	Paration metylowy	Chloropiryfos	Pendimetalina	Chloropiryfos metylowy	Permetryna	cis-Chlordan	Piryminyfos metylowy	cis-Epoksyd heptachloru	Profenofos	Cyflutryna	Propoksur	Cypermetryna	Pyrazofos	Cyprokonazol	Resmetryna	Deltametryna	Siarczan endosulfanu	Diazynon	tau-Fluwalinat	Dieldryna	trans-Chlordan	Endryna	trans-Epoksyd heptachloru	Etofenproks	Triazofos	Famoksadon	Winklozolina	Fenitrotion		Fention		Fention-sulfon		Fention-sulfotlenek		Fenwalerat	
2,4'-DDT	Fipronil																																																																					
4,4'-DDD	Fipronil-sulfon																																																																					
4,4'-DDE	Foksym																																																																					
4,4'-DDT	Fosmet																																																																					
4,4'-Metoksychlor	HCB																																																																					
Aldryna	Heptachlor																																																																					
alfa-Endosulfan	Indoksakarb																																																																					
alfa-HCH	Karbaryl																																																																					
Azynofos	Kwintocen																																																																					
Azynofos metylowy	Lambda-Cyhalotryna																																																																					
beta-Endosulfan	Lindan (gamma-HCH)																																																																					
beta-HCH	Malation																																																																					
Bifentryna	Metydation																																																																					
Boskalid	Oksychlordan																																																																					
Chlorfenwinfos	Paration																																																																					
Chlorobenzylat	Paration metylowy																																																																					
Chloropiryfos	Pendimetalina																																																																					
Chloropiryfos metylowy	Permetryna																																																																					
cis-Chlordan	Piryminyfos metylowy																																																																					
cis-Epoksyd heptachloru	Profenofos																																																																					
Cyflutryna	Propoksur																																																																					
Cypermetryna	Pyrazofos																																																																					
Cyprokonazol	Resmetryna																																																																					
Deltametryna	Siarczan endosulfanu																																																																					
Diazynon	tau-Fluwalinat																																																																					
Dieldryna	trans-Chlordan																																																																					
Endryna	trans-Epoksyd heptachloru																																																																					
Etofenproks	Triazofos																																																																					
Famoksadon	Winklozolina																																																																					
Fenitrotion																																																																						
Fention																																																																						
Fention-sulfon																																																																						
Fention-sulfotlenek																																																																						
Fenwalerat																																																																						
7	Potencjalne główne źródła błędów występujących w odniesieniu do PT/ILC	<ul style="list-style-type: none"> • Uszkodzenie próbek w trakcie transportu, • Nieprzestrzeganie harmonogramu małego ILC, • Postępowanie niezgodne z wytycznymi zawartymi w instrukcji dla uczestnika, • Postępowanie niezgodne z wytycznymi zawartymi w odpowiedniej normie badawczej, z której korzysta Uczestnik, • Zmowa lub fałszowanie wyników przez Uczestników. 																																																																				
8	Wymagania dotyczące wytwarzania, nadzorowania jakości, magazynowania i dystrybucji obiektów PT/ILC	<p>Obiekty badań dostarczane są do uczestników za pośrednictwem firmy kurierskiej. Obiekty pakowane są w taki sposób, aby ich właściwości do chwili dostarczenia do Uczestnika nie uległy zmianom.</p>																																																																				



9	Racjonalne środki zapobiegawcze w celu zapobieżenia znowie pomiędzy uczestnikami lub fałszowaniu wyników oraz procedury, które będą uruchomione jeżeli mieć będzie miejsce podejrzenie znowy lub fałszowania wyników.	W celu zapobieżeniu znowy i fałszowaniu wyników każdy Uczestnik programu pozostaje anonimowy a jego identyfikacja odbywa się za pomocą indywidualnie przypisanego oznaczenia kodowego. Uczestników obowiązuje zasada zachowania poufności. W przypadku podejrzenia fałszowania wyników lub znowy Koordynator powiadamia Uczestnika na piśmie. W przypadku stwierdzenia znowy i/lub fałszowania wyników, rezultaty Uczestnika/Uczestników nie zostaną uwzględnione w raporcie.
10	Opis informacji, którą należy dostarczyć uczestnikom oraz harmonogram realizacji kolejnych etapów programu	<p>Zgłoszenie uczestnictwa w programie następuje po zalogowaniu się w portalu elektronicznym dostępnym pod adresem www.eklient.piwet.pulawy.pl zakładka 'Badanie biegłości', poprzez wybór dostępnych badań biegłości spośród kategorii „Obecność substancji niedozwolonych oraz pozostałości chemicznych w żywności i paszach” przed upływem terminu nadsyłania zgłoszeń.</p> <p>Uczestnik w systemie e-klient ma nadany kod, pod którym przedstawione zostaną wyniki badań w Sprawozdaniu z badań.</p> <p>Organizator w systemie e-klient dokonuje potwierdzenia przyjęcia zgłoszenia poprzez zatwierdzenie jego udziału w badaniach. Brak zatwierdzenia w wyznaczonym terminie należy niezwłocznie zgłosić Organizatorowi na adres e-mail.</p> <p>Zgłoszenia uczestnictwa przesłane inną drogą niż przez portal www.eklient.piwet.pulawy.pl oraz po upływie terminu nadsyłania zgłoszeń nie będą uwzględniane.</p> <p>Wraz z obiektami badań Uczestnicy otrzymują:</p> <ul style="list-style-type: none"> • list przewodni, • formularz 'Potwierdzenie otrzymania obiektów PT/ILC' (I-14/ZFT/F-07), który należy wypełnić i odesłać na adres e-mail Koordynatora niezwłocznie po otrzymaniu obiektów, • instrukcję dla uczestników (I-14/ZFT/F-06) zawierającą informacje dotyczące obiektu badań oraz sposobu postępowania z obiektem. <p>Uczestnicy uzyskane przez siebie wyniki badań raportują w systemie www.eklient.piwet.pulawy.pl w terminie podanym w harmonogramie.</p> <p>Organizator sporządza sprawozdanie z badań w terminie wskazanym w harmonogramie.</p>
11	Częstość lub daty dystrybucji obiektów PT/ILC do uczestników, ostateczne terminy przekazania wyników przez uczestników i, jeżeli zasadne, daty, kiedy uczestnicy powinni wykonać badania lub pomiary	<p>Harmonogram:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Termin nadsyłania zgłoszeń – do 11.04.2024 • Zatwierdzenie zgłoszenia przez organizatora – 12.04.2024 • Planowany termin rozesłania próbek – 15.04.2024 • Doręczenie próbek do Uczestnika – do 17.04.2024 • Potwierdzenie otrzymania obiektów przez Uczestników – niezwłocznie • Raportowanie wyników badań – do 30.04.2024 • Potwierdzenie zaraportowania wyników badań przez uczestników – automatycznie w chwili wysłania • Sprawozdanie z badań – do 17.05.2024.

12	Wszelkie informacje dotyczące metod lub procedur, potrzebne uczestnikom do przygotowania materiału do badań i przeprowadzenia badań lub pomiarów	Uczestnicy powinni analizować otrzymaną próbkę tak samo jak próbki badane podczas realizacji zleceń z KPK.
13	Procedury dotyczące metod badań lub pomiarów, które jeżeli ma to zastosowanie, będą wykorzystane do badania jednorodności i stabilności obiektów PT/ILC oraz określenie ich żywotności biologicznej	<p>Przed dystrybucją próbek do Uczestników wykonywana jest ocena jednorodności obiektów badań biegłości na podstawie losowo wybranych próbek gotowych do wysłania. Ocena dokonywana jest na podstawie wybranego parametru zgodnego z daną rundą.</p> <p>Metody obliczeniowe stosowane do oceny jednorodności obiektów badań są zgodne z normą ISO 13528:2015 Załącznik B. Wyznaczone zostają:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Wartości średniej ogólnej \bar{x} • Odchylenia standardowe średnich z próbek s_x • Odchylenie standardowe wewnątrz próbek s_w • Odchylenie standardowe między próbkami s_s <p>Próbki uważane są za wystarczająco jednorodne, jeżeli spełnione jest kryterium: $s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$ gdzie: s_s- odchylenie standardowe między próbkami, σ_{pt}- odchylenie standardowe do oceny badań biegłości.</p> <p>Metody obliczeniowe stosowane do oceny stabilności obiektów badań są zgodne z normą ISO 13528:2015 Załącznik B. Próbki uważa się za stabilne, jeżeli spełnione jest kryterium: $\bar{y}_1 - \bar{y}_2 \leq 0,3 \sigma_{pt}$ gdzie: \bar{y}_1, \bar{y}_2 średnie ogólne z wyników otrzymanych przed rozpoczęciem rundy i po jej zakończeniu, σ_{pt} - odchylenie standardowe do oceny badań biegłości.</p>

14	Dokładny opis analizy statystycznej, która będzie stosowana	<p>Do identyfikacji wartości odstających stosuje się test Grubbsa ($\alpha = 0,01$).</p> <p>Wartość przypisana x_{pt} zostanie wyznaczona jako wartość uzgodniona przez laboratorium eksperckie (laboratorium referencyjne) – wartość średniej ogólnej \bar{x} z badań jednorodności.</p> <p>Odchylenie standardowe σ_{pt} zostanie wyznaczone metodą niezależną od wyników rundy jako wartość wymagana przepisami, opinią ekspertów, zgodnie z EUPT General Protocol, edycja 11 – σ_{pt} zostanie obliczone przy użyciu podejścia Fit-For-Purpose ze stałym względnym odchyleniem standardowym (FFP-RSD) w oparciu o doświadczenia z poprzednich EUPT, wartość procentowa 25% jest obecnie stosowana jako FFP-RSD dla wszystkich kombinacji analit-matryca, a docelowe odchylenie standardowe ($FFP-\sigma_{pt}$) oblicza się w następujący sposób: $FFP-\sigma_{pt} = 0,25 \times x_{pt}$</p> <p>Dla wszystkich wartości przypisanych szacuje się niepewność standardową $u(x_{pt})$. Jeśli spełniony jest warunek $u(x_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$ to wtedy niepewność wartości przypisanej jest pomijalna i nie musi być uwzględniana w obliczeniach a do zestawienia osiągnięć uczestników stosuje się wskaźnik z, wyrażony wzorem: $z_i = (x_i - x_{pt}) / \sigma_{pt}$ gdzie: x_i - wynik uzyskany przez uczestnika ILC x_{pt} - wartość przypisana; σ_{pt} - odchylenie standardowe do oceny biegłości. Przyjęto następujące kryterium oceny wskaźnika z: $z \leq 2,0$ - wynik zadowolający $2,0 < z < 3,0$ - wynik wątpliwy (sygnał ostrzegawczy) $z \geq 3,0$ - wynik niezadowolający (sygnał do działania) W przypadku gdy warunek $u(x_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$ nie jest spełniony, wówczas do oceny wyników Uczestników stosuje się wskaźnik z' wyznaczony według wzoru:</p> <p>gdzie: x_i - wynik uzyskany przez uczestnika x_{pt} - wartość przypisana; σ_{pt} - odchylenie standardowe dla oceny biegłości; $u(x_{pt})$ - niepewność wartości przypisanej Wskaźnika z' interpretuje się w taki sam sposób jak wskaźnik z, stosując te same wartości krytyczne 2,0 i 3,0.</p>
15	Źródło, spójność pomiarowa i niepewność pomiaru wartości przypisanej	<p>Wartości przypisane oraz niepewności wartości przypisanej dla parametrów objętych badaniami, zostaną wyznaczone z wyników uczestników zgodne z PN-EN ISO/IEC 17043:2011.</p> <p>Zastosowane wyposażenie pomiarowo-badawcze jest nadzorowane metrologicznie zgodnie z wymaganiami.</p>

16	Kryteria oceny rezultatów działania uczestników	<p>Wyniki badań uzyskane przez Uczestników będą analizowane pod względem uzyskanych wyników zadawalających, wątpliwych i niezadawalających. Do oceny zastosowany zostanie wskaźnik z lub z'. Kryteria oceny są następujące:</p> <p>$z \leq 2,0$ - wynik zadowolający $2,0 < z < 3,0$ - wynik wątpliwy $z \geq 3,0$ - wynik niezadawalający</p>
17	Przygotowanie jednolitych form sprawozdań, które będą stosować uczestnicy	<p>Każdy z Uczestników po przeprowadzonej rundzie otrzymuje sprawozdanie zawierające szczegółowe informacje, takie jak:</p> <ul style="list-style-type: none"> • nazwa i dane kontaktowe Organizatora badań biegłości; • nazwa i dane kontaktowe koordynatora; • nazwiska, funkcje i podpisy osób autoryzujących sprawozdanie; • data wydania sprawozdania; • kod nadany Uczestnikowi; • numer sprawozdania i identyfikacja programu badania biegłości; • opis obiektów badania biegłości wraz z niezbędnymi szczegółami dotyczącymi przygotowywania obiektów badania biegłości oraz oceny jednorodności i stabilności; • wyniki Uczestników; • dane statystyczne oraz podsumowanie wraz z wartościami przypisanymi i zakresem akceptowalnych wyników oraz prezentacją graficzną; • procedury stosowane do wyznaczania wartości przypisanych; • szczegóły dotyczące spójności pomiarowej i niepewności pomiaru wartości przypisanych; • procedury wykorzystywane do wyznaczenia odchylenia standardowego dla oceny biegłości; • komentarz i wskazówki dotyczący interpretacji rezultatów Uczestników; • procedury wykorzystywane do statystycznej analizy danych. <p>Dostęp do Sprawozdania z badań możliwy jest wyłącznie po zalogowaniu się w portalu elektronicznym pod adresem www.eklient.piwet.pulawy.pl w zakładce 'Badania biegłości/do pobrania/Sprawozdanie z badań biegłości, w terminie wskazanym w punkcie 11.</p>
18	Opis danych, raportów pośrednich lub informacji, które należy przekazać zwrócić uczestnikom	Nie dotyczy.

19	Określenie zakresu w jakim zostaną opublikowane wyniki uczestników i wnioski wynikające z programu PT/ILC	Wyniki w formie sprawozdania otrzyma każdy Uczestnik badania. Sprawozdanie końcowe z badań biegłości zamieszczone zostanie w systemie e-klient. Koordynator gwarantuje uczestnikom poufność wszelkich informacji związanych z uczestnictwem w programie. Nazwy uczestników zostaną zakodowane. Każdy uczestnik zna tylko swój kod, który umożliwia identyfikację tylko swoich wyników. W przypadku laboratoriów urzędowych w rozumieniu Art. 25 Ustawy z dnia 29 stycznia 2004 r. o Inspekcji Weterynaryjnej, informacje o przeprowadzonych badaniach oraz uzyskanych wynikach zostaną przekazane Głównemu Lekarzowi Weterynarii.
20	Działania, które należy podjąć w wypadku zaginięcia lub uszkodzenia obiektów PT/ILC	W przypadku nie otrzymania obiektu badania w spodziewanym terminie, otrzymania uszkodzonej przesyłki lub otrzymania obiektu badania w stanie budzącym wątpliwość co do możliwości przeprowadzenia badań należy ten fakt niezwłocznie zgłosić koordynatorowi programu. Koordynator podejmuje decyzję o możliwości ponownego wysłania obiektu badań.

Imię i nazwisko	Data	Podpis
Sporządzili: <i>dr Tomasz Kiljanek</i>	2024.04.08	
Sprawdziła: <i>mgr Iwona Szymanek-Bany</i>	2024.04.08	
Zatwierdził: <i>prof. dr hab. Piotr Jedziniak</i>	2024.04.08	