

PROGRAM BADAŃ BIEGŁOŚCI W ZAKRESIE POBIERANIA PRÓBEK
Environment SAMP-4
NA ROK 2021

1. Ogólne informacje

Program badań biegłości w zakresie pobierania próbek Environment SAMP-4 jest organizowany i realizowany w oparciu o wymagania normy PN-EN ISO/IEC 17043:2011 „Ocena zgodności. Ogólne wymagania dotyczące badania biegłości” oraz dokument PCA – DAPT-01 „Akredytacja organizatorów badań biegłości. Wymagania szczegółowe”.

Głównym celem programu jest umożliwienie uczestnikom potwierdzenia swoich kompetencji w pobieraniu próbek wody do spożycia przez ludzi, wody powierzchniowej, wody podziemnej oraz ścieków oczyszczonych.

Adresatami programu Environment SAMP-4 są zarówno akredytowane laboratoria środowiskowe jak i zakłady starające się o uzyskanie certyfikatu akredytacji.

Laboratorium ARQUES, które jest organizatorem badań; jest jednostką badawczą posiadającą akredytację Polskiego Centrum Akredytacji zarówno w zakresie pobierania wszystkich ujętych w programie badania biegłości rodzajów próbek (za wyjątkiem pobierania próbek wody powierzchniowej z jezior), jak również w zakresie wszystkich badanych w laboratorium cech fizykochemicznych pobranych w ramach prowadzonych badań biegłości próbek.

2. Organizator

Organizatorem badań biegłości jest:

ARQUES sp. z o.o.

64-800 Chodzież, ul. Mostowa 9

Koordynator badań PT/ILC:

Rafał Ziółkowski, tel. 661 296 587, email: r.ziolkowski@arques.pl

3. Cele i zasady programu

3.1 Cele programu

Celem programu badań biegłości Environment SAMP-4 jest:

- Umożliwienie laboratorium rutynowo pobierającym próbki sprawdzenie jakości swojej pracy,
- Dostarczenie dowodów umożliwiających potwierdzenie kompetencji technicznych w zakresie pobierania próbek do badań,
- Dostarczenie dodatkowych elementów zaufania do laboratorium jego klientom,
- Sprostanie wymaganiom stawianym przez jednostki akredytacyjne

3.2 Zasady programu

Program badania biegłości ENVIRONMENT SAMP-4 jest programem ciągłym o częstotliwości rund określonej w Tabeli 1. Zasada programu badania biegłości oparta jest na porównywaniu wyników uzyskanych na podstawie badań próbek pobranych przez podmioty uczestniczące w danej rundzie programu z przyjętymi kryteriami.

4. Podwykonawstwo

Badania jednorodności i stabilności oraz badania fizykochemiczne pobranych przez uczestników próbek (poza parametrami badanymi bezpośrednio przez uczestników w terenie) będą realizowane przez akredytowane laboratorium organizatora.

Organizator w ramach programu Environment SAMP-4 korzysta z podwykonawstwa w zakresie mikrobiologicznego badania pobieranych próbek wody do spożycia przez ludzi. Laboratorium wykonującym badania w zakresie oznaczania liczby bakterii tlenowych w 22°C po 72 godzinach oraz liczby enterokoków jest Niezależne Laboratorium Badawcze STANLAB Sp. z o.o. z siedzibą w Nakle nad Notecią; posiadające Certyfikat Polskiego Centrum Akredytacji o numerze AB 819.

Podwykonawstwo jest także możliwe w przypadku wystąpienia nagłej sytuacji np. awarii wyposażenia, postępowanie w zaistniałej sytuacji jest zgodne z zapisami normy PN-EN ISO 17043:2011, a uczestnicy z wyprzedzeniem są poinformowani o usługach które są lub będą podzlecane.

5. Zakres programu ENVIROMENT SAMP-4

W ramach programu porównywane będą pobierania próbek:

- Wody do spożycia przez ludzi
- Wody powierzchniowej z rzeki
- Wody powierzchniowej z jeziora
- Ścieku oczyszczonego z oczyszczalni ścieków - POBIERANIE RĘCZNE I AUTOMATYCZNE
- Wody podziemnej

Oznaczane parametry:

- Ścieki oczyszczone pobierane ręcznie: pH (pomiar w terenie), temperatura (pomiar w terenie), przewodność w 25 ° C (pomiar w terenie), fosfor ogólny, odczyn pH
- Ścieki oczyszczone pobierane automatycznie: pH (pomiar w terenie), temperatura (pomiar w terenie), przewodność w 25 ° C (pomiar w terenie), fosfor ogólny, zawiesiny ogólne
- Woda do spożycia przez ludzi pobierana do badań fizykochemicznych: pH (pomiar w terenie), temperatura (pomiar w terenie), przewodność w 25 ° C (pomiar w terenie), mętność, barwa
- Woda do spożycia przez ludzi pobierana do badań mikrobiologicznych: Liczba drobnoustrojów tlenowych w 22 ° C po 72 godzinach, liczba enterokoków, temperatura (pomiar w terenie)
- Woda powierzchniowa (z rzeki/jeziora): pH (pomiar w terenie), temperatura (pomiar w terenie), przewodność w 20 ° C (pomiar w terenie), fosfor ogólny, odczyn pH
- Woda podziemna: pH (pomiar w terenie), temperatura (pomiar w terenie), przewodność w 20 ° C (pomiar w terenie), poziom zwierciadła wody (pomiar w terenie), mętność, barwa

Uczestnicy zobowiązani są do pobierania próbek i wykonywania pomiarów terenowych (pH, temperatury, przewodności elektrycznej właściwej oraz poziomu zwierciadła wody w studni) **własnym sprzętem i do własnych pojemników/butelek** używanych do pobierania rutynowych próbek przeznaczonych do ww. badań. Każdy uczestnik pobiera dany obiekt i dokonuje jego pomiarów dwukrotnie w wylosowanej kolejności.

Wszystkie oznaczane parametry chemiczne (poza mierzonymi w terenie), wykonywane są w Akredytowanym Laboratorium firmy ARQUES Sp. z o.o. (AB 1539). W celu zapewnienia

jakości uzyskanych wyników podczas wykonywanych badań, stosowane są wewnętrzne narzędzia kontroli jakości min. analiza CRM, próbki powtórzone oraz próbki ślepe. Wyposażenie pomiarowe, użyte do wykonywania badań w laboratorium, jest objęte nadzorem metrologicznym i posiada aktualne świadectwa wzorowania.

Parametry mikrobiologiczne wykonywane będą w Akredytowanym Laboratorium Podwykonawcy (AB 819), które posiada wieloletnie doświadczenie w badaniach próbek wody do spożycia przez ludzi.

6. Terminarz i koszty:

Tabela 1. Program badań biegłości Environment SAMP-4 w roku 2021 realizowany jest w dwóch rundach:

	Runda I	Runda II
Symbol rundy	SAMP-4-21-I	SAMP-4-21-II
Termin nadsyłania zgłoszeń	02.04.2021 r.	24.09.2021 r.
Termin PT	13-16.04.2021 r.	05-08.10.2021 r.
Termin otrzymania raportu z PT	14.05.2021 r.	05.11.2021 r.

Uczestnicy badania biegłości mogą brać udział w pobieraniu dowolnej ilości wybranych przez siebie matryc.

Koszt uczestnictwa w rundzie PT wynosi:

Woda do spożycia przez ludzi do badań fizykochemicznych: 250,00 zł netto

Woda do spożycia przez ludzi do badań mikrobiologicznych: 180,00 zł netto

Woda powierzchniowa z rzeki: 350,00 zł netto

Woda powierzchniowa z jeziora: 350,00 zł netto

Ściek oczyszczony-pobieranie ręczne: 300,00 zł netto

Ściek oczyszczony-pobieranie automatyczne: 300,00 zł netto

Woda podziemna: 330,00 zł netto

W przypadku uczestnictwa więcej niż jednego pracownika tego samego zakładu w danej rundzie, każdej kolejnej osobie pobierającej próbkę przysługuje **5%** rabatu. W przypadku

pobierania różnych matryc, rabat doliczany jest do ceny niższej. Rabat przysługuje również w przypadku ponownego uczestnictwa w badaniu organizowanym przez ARQUES.

7. Warunki uczestnictwa

Warunkiem koniecznym uczestnictwa w programie badań biegłości Environment SAMP-4 jest przesłanie wypełnionego zgłoszenia w terminie podanym przez organizatora; na adres: **r.ziolkowski@arques.pl**, bądź pocztą na adres: ARQUES sp. z o.o., ul. Mostowa 9, 64-800 Chodzież. Wysłanie formularza zgłoszeniowego jednoznacznie jest z akceptacją ceny i warunków. Rezygnacja z badania biegłości do pięciu dni roboczych przed rozpoczęciem badań nie skutkuje obciążeniem finansowym Klienta. Rezygnacja na 1-4 dni przed rozpoczęciem, bądź niepojawienie się Klienta na badaniu, skutkuje obciążeniem finansowym Klienta w wysokości 70% wartości zamawianych badań biegłości.

Uczestnicy zobowiązani są dojechać na miejsce wskazane przez Organizatora.

Ponadto uczestnicy zobowiązani będą w czasie badań biegłości do wskazania stosowanych metod pobierania próbek oraz prowadzonych pomiarów wraz ze statusami tychże metod (akredytowana / nieakredytowana), niepewnościami rozszerzonymi, współczynnikiem rozszerzenia i poziomem ufności, dla których niepewność została określona. Wyniki przeprowadzonych pomiarów terenowych wraz z niepewnościami rozszerzonymi, przekazywane są Koordynatorowi bezpośrednio po ich uzyskaniu.

8. Liczba i rodzaj oczekiwanych uczestników programu badania biegłości:

Maksymalna liczba uczestników w badaniu biegłości w zakresie pobierania próbek pojedynczej matrycy wynosi 25 uczestników. Organizator zastrzega sobie możliwość odwołania organizowanych badań w przypadku liczby uczestników mniejszej niż 5.

9. Jednorodność i stabilność obiektów badań

Jednorodność i stabilność próbek do badań przeprowadza się za pomocą procedur opisanych w normie ISO 13528:2015- Załącznik B.

9.1 Jednorodność

Jednorodność obiektów badań sprawdzana jest poprzez pobranie w dniu badania biegłości w zakresie pobierania próbek danego obiektu, w wyznaczonych punktach pobierania; nie

mniej niż 10 próbek. W każdej z tych próbek oznacza się odczyn pH podwójnie w warunkach powtarzalności. Na podstawie uzyskanych wyników obliczane jest odchylenie standardowe średnich z próbek $s_{\bar{x}}$. Następnie odchylenie standardowe wewnątrzpróbkowe s_w (odchylenie powtarzalności próbek podwójnie wykonanych) oraz międzypróbkowe odchylenie standardowe s_s .

Dodatkowo zostanie sprawdzona statystyczna istotność różnic między obiektami badania biegłości za pomocą analizy wariancji, stosując test F przy $\alpha = 0,05$ (ISO 2854).

Organizator stwierdza, że obiekty badań biegłości są wystarczająco jednorodne, jeżeli spełniony jest warunek:

$$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$$
$$F \leq F_{kr}$$

Gdzie:

s_s - odchylenie standardowe między próbkami

σ_{pt} - odchylenie standardowe do badania biegłości

9.2 Stabilność

Obiekty badań można uznać za stabilne, jeśli spełnione jest kryterium:

$$|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| \leq 0,3\sigma_{pt}$$

Gdzie:

σ_{pt} - odchylenie standardowe do oceny badań biegłości

\bar{y}_1 - średnia wartość oznaczanego parametru dla próbek otrzymana podczas badania jednorodności, przed rozpoczęciem rundy badań biegłości

\bar{y}_2 -średnia wartość oznaczanego parametru dla próbek otrzymana podczas badania stabilności, po zakończeniu pobierania próbek przez wszystkich uczestników badania biegłości

9.3 Postępowanie w przypadku braku jednorodności i stabilności obiektów badań

Jeżeli uzyskanie jednorodności i stabilności nie będzie możliwe organizator do oszacowania włączy odchylenie standardowe międzypróbkowe S_s i obliczy σ'_{pt} według wzoru :

$$\sigma'_{pt} = \sqrt{\sigma_{pt}^2 + s_s^2}$$

Wyniki uzyskane przez uczestników zostaną ocenione za pomocą wskaźnika z' .

10. Środki zapobiegawcze w celu zapobieżenia znowie

Program badań biegłości ENVIRONMENT SAMP-4 jest tak projektowany aby zapewnić jak najmniejszą możliwość znowy i fałszowania wyników. Każdy uczestnik programu pozostaje anonimowy a jego identyfikacja odbywa się za pomocą indywidualnie, losowo przypisanego oznaczenia kodowego. Uczestnicy badań biegłości są zobowiązani do unikania znowy i fałszowania wyników.

W przypadku stwierdzenia znowy i/lub fałszowania wyników, organizator:

- odrzuca rezultaty uczestnika/uczestników i nie zostają one uwzględnione w sprawozdaniu
- decyduje o obciążeniu uczestnika kosztami uczestnictwa w badaniu biegłości
- powiadamia na piśmie najwyższe kierownictwo uczestnika

Organizator przy okazji kontaktowania się z uczestnikami porusza temat znowy i apeluje o etyczne zachowania w tym względzie.

11. Kryteria oceny i interpretacja wyników badań biegłości

11.1 Wartości odstające

Do wykrywania wartości odstających stosowany będzie dwustronny test Grubbsa na poziomie istotności 0,01. Jeśli wartość statystyki testowej jest większa niż wartość krytyczna to badany wynik uznaje się za wartość odstającą i oznacza się dwiema gwiazdkami.

11.2 Raportowanie wyników

Każdy uczestnik badania biegłości dokonujący w terenie pomiarów badanych cech, zobowiązany jest do przedstawienia jednej, uśrednionej wartości badanej cechy z dokładnością **do trzech cyfr znaczących** wraz z jej niepewnością rozszerzoną oraz współczynnikiem rozszerzenia i poziomem ufności. Wyniki należy przekazać Koordynatorowi badań niezwłocznie po wykonaniu pomiarów w miejscu pobierania próbek.

11.3 Wyznaczanie wartości przypisanej x_{pt}

Wartość x_{pt} zostanie wyznaczona zgodnie z ISO 13528 jako wartość uzgodniona na podstawie wyników uzyskanych od uczestników.

Wariant I

Wartość przypisana x_{pt} jako średnia arytmetyczna

$$x_{pt} = \bar{x}$$

gdzie: \bar{x} - średnia arytmetyczna z wyników uzyskanych przez uczestników danej rundy po odrzuceniu wartości odstających.

Niepewność $u(x_{pt})$ szacuje się ze wzoru:

$$u(x_{pt}) = \frac{s}{\sqrt{p}}$$

gdzie: s - odchylenie standardowe, p - liczba wyników po odrzuceniu wartości odstających.

Wariant II

$$x_{pt} = Me$$

gdzie: Me - mediana z wyników uzyskanych przez uczestników danej rundy.

Niepewność $u(x_{pt})$ szacuje się ze wzoru:

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

gdzie: s^* - odchylenie standardowe odporne, wyznaczone za pomocą algorytmu A lub jako unormowane odchylenie standardowe MADe; p - liczba uzyskanych wyników.

Wariant III

$$x_{pt} = x^*$$

gdzie: x^* - średnia odporna obliczona za pomocą algorytmu A.

Niepewność $u(x_{pt})$ szacuje się ze wzoru:

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

gdzie: s - odchylenie standardowe odporne wyznaczone za pomocą algorytmu A, p - liczba uzyskanych wyników.

Kryteria stosowania:

- Jeżeli $p \geq 15$, zaleca się stosować x^* (algorytm A);
- Jeżeli $p < 15$, można przyjąć:
 - x^* ,
 - medianę,
 - średnią arytmetyczną, jeżeli wartości odstające zdarzają się sporadycznie i nie ma silnej asymetrii rozkładu,

11.4 Wyznaczanie odchylenia standardowego σ_{pt}

Jako wartość odchylenia standardowego wyników uzyskanych przez Uczestników danej rundy po odrzuceniu wartości odstających;

Kryteria stosowania:

Jeżeli $p \geq 20$

- należy preferować s^* (algorytm A),
- można stosować MADe,
- dopuszcza się stosowanie odchylenia standardowego s , pod warunkiem, że wartości odstające zdarzają się sporadycznie i nie ma silnej asymetrii rozkładu.

Jeżeli $p < 20$

W takim przypadku, w razie braku możliwości pozyskania miarodajnej wartości dopuszcza się wyznaczenie na podstawie wyników we wcześniejszych rundach lub jako odchylenia standardowego s , pod warunkiem, że wartości odstające zdarzają się sporadycznie i nie ma silnej asymetrii rozkładu.

O wyborze wariantu decyduje organizator.

11.5 Wskaźnik do oceny uczestników badań PT

Jeżeli zostanie spełniony warunek $u(x_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$ to do oceny zostanie wykorzystany wskaźnik z :

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

Interpretacja wskaźnika z :

$|z| \leq 2$ - wynik odpowiedni (zadowolający);

$2 < |z| < 3$ - sygnał ostrzegawczy;

$|z| \geq 3$ - wynik nieodpowiedni, sygnał do działania.

Gdy warunek $u(x_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$ nie zostanie spełniony to do oceny zostanie wykorzystany wskaźnik z'

$$z_i' = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})}}$$

12. Poufność i bezstronność

Firma ARQUES sp. z o.o., jako organizator badań biegłości, zapewnia zachowanie poufności w zakresie uzyskanych wyników swoich klientów oraz bezstronności podczas oceny tych wyników.

Organizator ogranicza możliwość zmowy uczestników, poprzez nadanie każdemu z uczestników indywidualnego kodu od przyjęcia zgłoszenia do wydania raporty z badań. Organizator nie udostępnia listy uczestników biorących udział w badaniach PT/ILC.

13. Określenie zakresu w jakim zostaną opublikowane wyniki uczestników i wnioski wynikające z programu badania biegłości

Uczestnicy po zakończonych badaniach biegłości otrzymują raport z badań biegłości.

W raporcie tym znajdują się następujące informacje:

- Nazwa i dane kontaktowe organizatora badań biegłości
- Nazwa i dane kontaktowe koordynatora
- Nazwisko, funkcje i podpisy osoby autoryzującej raporty
- Data wydania i status raportu
- Oświadczenie dotyczące stopnia poufności wyników
- Numer raportu i jednoznaczna identyfikacja programu badań biegłości
- Wskazanie działań, które były podzleczone przez organizatora badań biegłości
- Dokładny opis wykorzystywanych obiektów badania biegłości, łącznie z niezbędnymi szczegółami dotyczącymi przygotowania obiektów badania biegłości oraz oceny jednorodności i stabilności
- Wyniki uczestników
- Wartości przypisane i zestawienia statystyczne dla metod badań stosowane przez uczestników
- Procedury stosowane do wyznaczenia wartości przypisanej
- Szczegóły dotyczące zapewnienia spójności pomiarowej i niepewności pomiaru wartości przypisanej.
- Procedury wykorzystywane w celu wyznaczenia odchylenia standardowego dla oceny biegłości
- Dane statystyczne oraz podsumowanie, łącznie z wartościami przypisanymi i zakresem akceptowalnych wyników oraz prezentacją graficzną
- Komentarz organizatora dotyczący rezultatów działania uczestników
- Informacje o projekcie i wdrożeniu programu badania biegłości
- Procedury wykorzystywane do statystycznej analizy danych

Koordynator badań PT/ILC

Rafał Ziółkowski

tel.: 661 296 587