

## **PROGRAM BADAŃ BIEGŁOŚCI W ZAKRESIE BADANIA PRÓBEK GLEB ROLNYCH (gleb mineralnych) ENVIRONMENT SA-1 NA ROK 2021**

### **1. Ogólne informacje**

Program badań biegłości w zakresie badania próbek gleb rolnych ENVIRONMENT SA-1, 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 badaniach gleb rolnych (właściwości fizyko-chemicznych).

Adresatami programu ENVIRONMENT SA-1 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 w zakresie wszystkich wymienionych w programie badań biegłości ENVIRONMENT SA-1 cech próbek gleb.

### **2. Organizator**

Organizatorem badań biegłości jest

**ARQUES Sp. z o. o.**

64-800 Chodzież, ul. Mostowa 9

### **Koordynatorem badań PT/ILC jest**

Rafał Ziółkowski tel. 661-296-587, [r.ziolkowski@arques.pl](mailto:r.ziolkowski@arques.pl)

### **3. Cele i zasady programu**

#### **3.1 Cele programu**

Celem programu badań biegłości ENVIRONMENT SA-1 jest:

- umożliwienie laboratoriom wykonującym rutynowe badania sprawdzenie jakości swojej pracy,
- dostarczenie dowodów umożliwiających potwierdzenie kompetencji technicznych,
- dostarczenie dodatkowych elementów zaufania do laboratorium jego klientom,
- sprostanie wymaganiom stawianym przez jednostki akredytacyjne.

#### **3.2 Zasady programu**

Program badań biegłości ENVIRONMENT SA-1 jest programem ciągłym o częstotliwości rund określonej w Tabeli 1. Zasada programu badań biegłości oparta jest na porównywaniu wyników otrzymanych przez podmioty uczestniczące w danej rundzie programu z przyjętymi kryteriami.

### **4. Podwykonawstwo**

Organizator w ramach programu ENVIRONMENT SA-1 nie korzysta z podwykonawstwa. Badania jednorodności i stabilności oraz przygotowanie, magazynowanie obiektów badań biegłości będzie realizowane przez akredytowane laboratorium organizatora. Podwykonawstwo jest 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 podzleczone.

## 5. Zakres programu ENVIRONMENT SA-1 - oznaczane parametry:

W ramach programu, porównywane będą metody badawcze :

- *Metale:*
  - Pb** zakres ( 1,0-100 mg/kg)
  - Cd** zakres ( 0,050-7,00 mg/kg)
  - Ni** zakres (1,0-100 mg/kg)
  - Zn** zakres (1,0-500 mg/kg)
  - Cu** zakres (1,0-150 mg/kg)
  - Cr** zakres ( 1,0-250 mg/kg)
  - Hg** zakres (0,025-2,50 mg/kg)
- *Fosfor przyswajalny* zakres ( 1,0-50,0 mg/100g P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)
- *pH w KCl* zakres (4-10)
- *Sucha masa* zakres (75,0-99,9 %)
- *Straty przy prażeniu* zakres (1,0-75,0%)

W ramach realizacji programu, uczestnicy otrzymują próbkę gleb w której wcześniej zostały określone stężenia ww. parametrów. Uzyskane wartości zostały potwierdzone w laboratorium Organizatora, posiadającego akredytację w porównywanym zakresie badań.

W celu zapewnienia jakości uzyskanych wyników podczas wykonywanych badań, stosowane są wewnętrzne narzędzia kontroli jakości, min. analiza CRM, próby powtórzone oraz próbki ślepe.

Wyposażenie pomiarowe użyte do wykonywania badań jest objęte nadzorem metrologicznym i posiada aktualne świadectwa wzorowania.

## 6. Terminarz i koszty

Tabela 1. Program badań biegłości ENVIRONMENT SA-1 w roku 2021 realizowany jest w dwóch rundach:

	Runda I	Runda II
Symbol rundy	SA-1-21-I	SA-1-21-II
Termin nadsyłania zgłoszeń	<i>Realizacja rundy została zawieszona do czasu uzyskania przez Organizatora akredytacji w odniesieniu do PN-EN ISO/IEC 17043:2011</i>	<b>03.09.2021 r.</b>
Termin PT		<b>15.09.2021 r.</b>
Termin nadsyłania wyników		<b>29.09.2021 r.</b>
Otrzymanie raportów z badań PT		<b>29.10.2021 r.</b>

Koszt uczestnictwa w jednej rundzie badań biegłości wynosi: **510,00 zł netto**

W przypadku uczestnictwa pracowników z jednego zakładu w dwóch rundach, przysługuje **5%** rabat. Rabat przysługuje również w przypadku ponownego uczestnictwa w badaniu organizowanym przez ARQUES.

## 7. Warunki uczestnictwa oraz sposób przesyłania wyników badań

Warunkiem koniecznym uczestnictwa w programie badań biegłości ENVIRONMENT SA-1 jest przesłanie zgłoszenia w terminie podanym przez organizatora oraz opłacenie wystawionej faktury proforma.

Uczestnicy zobowiązani są dotrzymać wszystkich wskazanych terminów. Wyniki otrzymane po terminie nie zostaną przez organizatora uznane.

Każdy z uczestników otrzymuje karty przekazania wyników, na których umieszczony jest indywidualny kod uczestnika. W kartach tych zapisać należy : wynik średni, niepewność wyniku, współczynnik rozszerzenia oraz poziom ufności, dla których niepewność została określona; metodę wg której wykonano analizę, status metody (akredytowane/nieakredytowane). Wypełnione Karty z podpisem osoby nadzorującej należy przesać do organizatora na adres mailowy: [r.ziolkowski@arques.pl](mailto:r.ziolkowski@arques.pl)

## 8. Liczba oczekiwanych uczestników programu badania biegłości

Minimalna liczba uczestników w badaniach biegłości wynosi 5. Jeżeli do dnia nadsyłania zgłoszeń, liczba ta będzie mniejsza, organizator zastrzega możliwość odwołania organizowanych badań.

## 9. Termin rozpoczęcia badań

Objekt badań jakim jest gleba rolna został sprawdzony pod względem stabilności badanych parametrów oraz jednorodności przekazanego materiału.

Badania należy wykonać możliwie najszybciej po otrzymaniu próbek przez organizatora. Przed rozpoczęciem analiz próbki należy przechowywać w szczelnie zamkniętym opakowaniu dostarczonym przez organizatora.

## 10. Jednorodność i stabilność obiektów badań

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

### 10.1 Jednorodność

Jednorodność obiektów badań sprawdzana jest poprzez pobranie nie mniej niż 10 próbek z partii materiału przeznaczonego do wysyłki. W każdej z tych próbek oznacza się określony parametr podwójnie w warunkach powtarzalności. Na podstawie uzyskanych wyników obliczane jest odchylenie standardowe średnich z próbek  $s_{\bar{x}}$ . Następnie odchylenie standardowe wewnątrz próbkowe  $s_w$  (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,

$\sigma_{pt}$  – odchylenie standardowe do badania biegłości

### 10.2 Stabilność

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

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

Gdzie:

$\sigma_{pt}$  – odchylenie standardowe do oceny badań biegłości

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

$\bar{y}_2$  - średnia wartość oznaczanego parametru dla próbek jednostkowych otrzymana podczas badania stabilności, po zakończeniu badań biegłości

### 10.3 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  $\sigma'_{pt}$  według wzoru :

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

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

### 11. Środki zapobiegawcze w celu zapobieżenia zмовie

Program badań biegłości ENVIRONMENT SA-1 jest tak projektowany aby zapewnić jak najmniejszą możliwość zмовy 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 zмовy i fałszowania wyników.

W przypadku stwierdzenia zмовy 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 różnych kontaktów z uczestnikami porusza temat zмовy i apeluje o etyczne zachowania w tym względzie.

### 12. Kryteria oceny i interpretacja wyników badań biegłości

#### 12.1 Pomyłkowe dane od uczestników badań biegłości i wartości odstające

Dane błędne, spowodowane oczywistymi pomyłkami (np. błędne jednostki, miejsca dziesiętne), wykryte podczas wstępnego wizualnego przeglądu danych, będą usuwane przed analizą danych. Nie będą uwzględniane w testach danych odstających ani w metodach odpornych.

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.

#### 12.2 Raportowanie wyników

Raportowanie wyników odbywa się za pomocą formularza: Karta przekazania wyników badań biegłości. Uzyskane wyniki należy przedstawiać z dokładnością **do trzech cyfr znaczących**.

Każdy uczestnik badania biegłości zobowiązany jest do przedstawienia jednej wartości badanej cechy wraz z jej niepewnością rozszerzoną oraz współczynnik rozszerzenia i poziom ufności. Wyniki należy dostarczyć w terminie określonym w Tabeli nr 1. W przypadku wystąpienia wartości „mniej niż” / „więcej niż” znaki „<” / „>” będą odrzucane, wartości będą oznaczone „#” i dane będą analizowane jako dane ilościowe.

Wyniki należy przesyłać do organizatora w sposób przedstawiony w punkcie 7. Wyniki dostarczone po upływie wskazanego terminu nie będą poddane ocenie.

### 12.3 Wyznaczenie wartości przypisanej $x_{pt}$

Wartość  $x_{pt}$  zostanie wyznaczona zgodnie z ISO 13528 jako wartość uzgodniona na podstawie wyników uzyskanych od uczestników albo jako wynik z jednego laboratorium (laboratorium organizatora)

#### Wariant I

Wartość przypisana  $x_{pt}$  jako średnia arytmetyczna

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

gdzie:  $\bar{x}$  - średnia arytmetyczna z wyników dostarczonych 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 dostarczonych 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 dostarczonych 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 dostarczonych wyników.

#### Wariant IV

Wartość przypisana  $x_{pt}$  będzie średnią z wyników pomiarów otrzymanych w laboratorium organizatora przy użyciu więcej niż jednego obiektu PT, przy odpowiedniej liczbie powtórzeń.

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,
  - średnia z wyników uzyskanych w laboratorium organizatora.

#### 12.4 Wyznaczanie odchylenia standardowego $\sigma_{pt}$

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

Kryteria stosowania:

Jeżeli  $\geq 20$

- 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.

#### 12.5 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  $z'$

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

### 13. Wymagania dotyczące wytwarzania, nadzorowania jakości, magazynowania i dystrybucji obiektów badania biegłości

Organizator zapewnia właściwe przygotowanie, nadzorowanie oraz magazynowanie obiektów badań zapewniając ich stałość i jednorodność.

Dystrybucja obiektów badań odbywa się za pośrednictwem kuriera w szczelnie zamkniętych i zabezpieczonych naczyniach.

W przypadku kiedy obiekt badań ulegnie zaginięciu lub zostanie uszkodzony podczas transportu, uczestnik zobowiązany jest niezwłocznie poinformować o tym fakcie organizatora. Organizator zapewni dostarczenie uczestnikowi kolejnej próbki obiektu badań.

#### 14. Poufność i bezstronność

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

Organizator ogranicza możliwość zмовy 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.

#### 15. 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
- Dokładny opis wykorzystywanych obiektów badania biegłości, łącznie z niezbędnymi szczegółami dotyczącymi przygotowania obiektów badania biegłości oraz oceny ich 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
- Procedury wykorzystywane do statystycznej analizy danych

**Koordynator badań PT/ILC**

**Rafał Ziółkowski**

**tel. 661 296 587**