

**PROGRAM BADAŃ BIEGŁOŚCI W ZAKRESIE POBIERANIA PRÓBEK
Environment SAMP-4
NA ROK 2022**

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 (certyfikat akredytacji laboratorium badawczego nr AB 1539) zarówno w zakresie pobierania ujętych w programie badania biegłości obiektów (za wyjątkiem pobierania próbek wody powierzchniowej z jezior), jak również w zakresie wszystkich badanych w ramach PT cech fizykochemicznych i mikrobiologicznych tychże obiektów.

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

Organizator w ramach programu Environment SAMP-4 nie korzysta z podwykonawstwa. Badania jednorodności i stabilności oraz badania fizykochemiczne i mikrobiologiczne pobranych przez uczestników próbek (poza parametrami badanymi bezpośrednio przez uczestników w terenie) będą 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 zostaną poinformowani o usługach, które będą podzleczone w przypadku jej wystąpienia.

5. Zakres programu ENVIROMENT SAMP-4

W ramach programu porównywane będą pobierania próbek:

- Wody powierzchniowej z rzeki
- Wody powierzchniowej z jeziora
- Ścieku oczyszczonego z oczyszczalni ścieków - POBIERANIE RĘCZNE

- Ścieku oczyszczonego z oczyszczalni ścieków - POBIERANIE AUTOMATYCZNE próbki średniej dobowej, pobieranej w dwugodzinnych odstępach czasu, uśrednionej poprzez połączenie równych objętości próbek jednorazowych (C.T.C.V.)
- Wody podziemnej (ze studni)
- Wody do spożycia przez ludzi do badań fizykochemicznych
- Wody do spożycia przez ludzi do badań mikrobiologicznych

Oznaczane parametry:

- Woda powierzchniowa z rzeki: pH (pomiar w terenie), temperatura (pomiar w terenie), przewodność elektryczna właściwa w 20 ° C (pomiar w terenie), fosfor ogólny, odczyn pH
- Woda powierzchniowa z jeziora: pH (pomiar w terenie), temperatura (pomiar w terenie), przewodność elektryczna właściwa w 20 ° C (pomiar w terenie), fosfor ogólny, odczyn pH
- Ścieki oczyszczone POBIERANE RĘCZNIE: pH (pomiar w terenie), temperatura (pomiar w terenie), przewodność elektryczna właściwa w 25 ° C (pomiar w terenie), fosfor ogólny, odczyn pH
- Ścieki oczyszczone POBIERANE AUTOMATYCZNIE: pH (pomiar w terenie – w próbkach jednorazowych i/lub w próbce złożonej), temperatura (pomiar w terenie w próbkach jednorazowych), przewodność elektryczna właściwa w 25 ° C (pomiar w terenie w próbce złożonej), fosfor ogólny, odczyn pH
- Woda podziemna: pH (pomiar w terenie), temperatura (pomiar w terenie), przewodność elektryczna właściwa w 20 ° C (pomiar w terenie), poziom zwierciadła wody (pomiar w terenie), mętność, barwa
- Woda do spożycia przez ludzi pobierana do badań fizykochemicznych: pH (pomiar w terenie), temperatura (pomiar w terenie), przewodność elektryczna właściwa w 25 ° C (pomiar w terenie), mętność, barwa
- Woda do spożycia przez ludzi pobierana do badań mikrobiologicznych: ogólna liczba mikroorganizmów w temperaturze 22 ° C, liczba enterokoków, temperatura (pomiar w terenie)

Uczestnicy zobowiązani są do pobierania próbek **do własnych pojemników/butelek** i wykonywania pomiarów terenowych (pH, temperatury, przewodności elektrycznej właściwej oraz poziomu zwierciadła wody w studni) **własnym sprzętem**; 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 (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 m.in. analiza CRM, próbki powtórzone oraz próbki ślepe. Wyposażenie pomiarowe, użyte do wykonywania badań w laboratorium, jest objęte nadzorem metrologicznym i posiada aktualne świadectwa wzorowania.

6. Terminarz i koszty:

Tabela 1. Program badań biegłości Environment SAMP-4 w roku 2022 realizowany jest w dwóch rundach:

	Runda I	Runda II
Symbol rundy	SAMP-4-22-I	SAMP-4-22-II
Termin nadsyłania zgłoszeń	15.04.2022 r.	30.09.2022 r.
Termin PT	25-28.04.2022 r.	11-14.10.2022 r.
Termin otrzymania raportu z PT	13.06.2022 r.	30.11.2022 r.

Uczestnicy badania biegłości mogą brać udział w pobieraniu dowolnej ilości wybranych przez siebie matryc. **W badaniu biegłości w zakresie pobierania próbek danego obiektu, może wziąć udział maksymalnie dwóch uczestników reprezentujących daną jednostkę.**

Tabela 2. Koszt uczestnictwa w jednej rundzie programu badań biegłości Environment SAMP-4 w roku 2022:

Pobierany obiekt PT	I uczestnik*	II uczestnik
Woda powierzchniowa z rzeki	430,00 zł netto	350,00 zł netto
Woda powierzchniowa z jeziora	430,00 zł netto	350,00 zł netto
Ściek oczyszczony pobierany ręcznie	380,00 zł netto	300,00 zł netto
Ściek oczyszczony pobierany automatycznie	380,00 zł netto	300,00 zł netto
Woda podziemna	410,00 zł netto	330,00 zł netto
Woda do spożycia przez ludzi pobierana do badań fizykochemicznych	330,00 zł netto	250,00 zł netto
Woda do spożycia przez ludzi pobierana do badań mikrobiologicznych	260,00 zł netto	180,00 zł netto
*Pakiet wszystkich matryc (I uczestnik) = 2.400,00 zł netto – TANIEJ o 220,00 zł netto!!!		
Pakiet wszystkich matryc (II uczestnik) = 2.060,00 zł netto – TANIEJ o 560,00 zł netto!!!		

w przypadku **ponownego uczestnictwa danej jednostki** w badaniu biegłości organizowanym przez ARQUES, przysługuje **rabat w wysokości 5 %** od całkowitego obliczonego kosztu udziału w PT.

7. Warunki uczestnictwa

Warunkiem koniecznym uczestnictwa w programie badań biegłości Environment SAMP-4 jest przesłanie wypełnionego zgłoszenia w terminie podanym przez organizatora, na adres e-mail: **szkolenia@arques.pl** Wysłanie formularza zgłoszeniowego jednoznacznie jest z akceptacją ceny i warunków (w tym ogólnych warunków świadczenia usług w zakresie organizacji badań biegłości, opisanych w zakładce **OWŚU-Badania Biegłości** na stronie internetowej **www.arques.pl**).

Rezygnację z udziału w badaniu biegłości uznaje się za ważną, jeśli zostanie zgłoszona Organizatorowi w formie mailowej na adres: **szkolenia@arques.pl** Rezygnacja z udziału w badaniu biegłości na 5 i więcej dni roboczych przed rozpoczęciem badania biegłości nie skutkuje obciążeniem finansowym Klienta. Rezygnacja na 1-4 dni robocze przed terminem PT skutkuje obciążeniem finansowym Klienta w wysokości 50% opłaty za udział w badaniu biegłości. W przypadku niestawienia się uczestnika na badaniu biegłości, bądź rezygnacji w dniu badania biegłości, Organizator obciąży Klienta w wysokości 75% opłaty za uczestnictwo w badaniu biegłości.

Uczestnicy zobowiązani są dojechać na miejsce wskazane przez Organizatora.

Ponadto uczestnicy zobowiązani będą w czasie badań biegłości do wskazania stosowanych metod pobierania próbek wraz ze statusami tychże metod (akredytowana / nieakredytowana) i niepewnościami rozszerzonymi (wyznaczonymi dla współczynnika rozszerzenia $k=2$ oraz poziomu istotności $\alpha=0,05$). 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 danego obiektu wynosi 25 uczestników. Organizator zastrzega sobie możliwość odwołania organizowanych badań w przypadku liczby uczestników mniejszej niż 5, jak również możliwość ograniczenia maksymalnej liczby uczestników poniżej 25.

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. Wyjątek stanowi obiekt - woda do spożycia przez ludzi do badań mikrobiologicznych, gdzie oznaczany parametr stanowi liczba drobnoustrojów tlenowych w 22 ° C po 72 godzinach. 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 badania biegłości

\bar{y}_2 -średnia wartość oznaczanego parametru dla próbek otrzymana podczas badania stabilności, po zakończeniu pobierania próbek przez wszystkich uczestników danej rundy 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 jednego miejsca po przecinku - w przypadku temperatury
- do dwóch miejsc po przecinku - w przypadku odczynu pH
- do pełnych jednostek - w przypadku przewodności elektrycznej właściwej mierzonej w $\mu\text{S} / \text{cm}$;

wraz z jej niepewnością rozszerzoną wyznaczoną dla współczynnika rozszerzenia $k=2$ oraz poziomu istotności $\alpha=0,05$. 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'

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

Aby zostać uznanym za biegłego w zakresie pobierania próbek danego obiektu, uczestnik może uzyskać co najwyżej 1 wynik nieodpowiedni*. Jednak w przypadku, gdy ocenie podlegają nie więcej niż 2 cechy, uczestnik nie może uzyskać żadnego wskaźnika $|z/z'| \geq 3$. Jednocześnie, aby uczestnik mógł zostać uznany za biegłego w pobieraniu próbek danego obiektu, obliczona z wartości bezwzględnych wszystkich uzyskanych wskaźników z/z' średnia arytmetyczna, musi być mniejsza bądź równa 2. Do liczenia średniej nie bierze się pod uwagę wartości obciążonych błędem grubym (odrzuconych na podstawie wykonanego dwustronnego testu Grubbsa na poziomie istotności 0,01).

*W przypadku badania biegłości w zakresie pobierania próbek wody do spożycia do badań mikrobiologicznych, jako wynik nieodpowiedni traktowany jest również wynik niezgodny (w przypadku, gdy wartość przypisana któregoś z badanych w laboratorium organizatora parametrów mikrobiologicznych wyniesie 0).

$$z'_{\text{średnie}} / z_{\text{średnie}} = (|z'_i / z_i| + \dots + |z'_n / z_n|) / n, \text{ warunek: } z'_{\text{średnie}} / z_{\text{średnie}} \leq 2$$

gdzie:

z'_i / z_i - wartość z'-score / z-score wyznaczona dla danego parametru,

n - liczba parametrów, które objęte były porównaniem w przypadku danego uczestnika.

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 raportu z badań. Organizator nie udostępnia listy uczestników biorących udział w badaniu biegłości.

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 (w przypadku, gdy taka sytuacja zaistnieje)
- 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