

**PROGRAM BADANIA BIEGŁOŚCI W ZAKRESIE BADANIA PRÓBEK GLEB ROLNYCH
(gleb mineralnych)
Environment SA-1
NA ROK 2023**

1.Ogólne informacje

Program badania 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”.

ARQUES Sp. z o.o. jest akredytowanym przez Polskie Centrum Akredytacji organizatorem badań biegłości (certyfikat nr PT 013). Program badania biegłości Environment SA-1 jest programem objętym zakresem akredytacji.

Głównym celem programu, jest umożliwienie uczestnikom potwierdzenia swoich kompetencji w badaniach cech fizycznych i chemicznych gleb rolnych (mineralnych).

Adresatami programu Environment SA-1 są zarówno akredytowane laboratoria środowiskowe jak i zakłady starające się o uzyskanie certyfikatu akredytacji.

ARQUES Sp. z o.o., które jest organizatorem badania biegłości posiada w swoich strukturach laboratorium badawcze, posiadające akredytację Polskiego Centrum Akredytacji w zakresie wszystkich wymienionych w programie badania biegłości ENVIRONMENT SA-1 cech próbek gleby, jak również w zakresie pobierania próbek gleby.

2.Organizator

Organizatorem badania biegłości jest

ARQUES Sp. z o. o.

64-800 Chodzież, ul. Mostowa 9A

Koordynator PT:

Rafał Ziółkowski

tel. 661-296-587

email: r.ziolkowski@arques.pl

Kierownik Techniczny:

Paulina Kończak

Statystyk:

Rafał Ziółkowski

3. Cele i zasady programu

3.1 Cele programu

Celem programu badania biegłości ENVIRONMENT SA-1 jest:

- umożliwienie laboratoriom wykonującym rutynowo badania właściwości fizycznych i chemicznych próbek gleby rolnej sprawdzenia jakości swojej pracy,
- dostarczenie dowodów umożliwiających potwierdzenie kompetencji technicznych w zakresie wykonywania badań chemicznych i fizycznych próbek gleby rolnej,
- dostarczenie dodatkowych elementów zaufania do laboratorium jego klientom,
- sprostanie wymaganiom stawianym przez jednostki akredytacyjne.

3.2 Zasady programu

Program badania biegłości ENVIRONMENT SA-1 jest programem jednoczesnego uczestnictwa i programem ciągłym o częstotliwości rund określonej w tabeli 1. Zasada programu badania biegłości oparta jest na porównywaniu uzyskanych przez uczestników biorących udział w danej rundzie PT wyników badań dostarczonych przez organizatora próbek obiektu badania biegłości – gleby rolnej – z przyjętymi kryteriami.

4. Podwykonawstwo

Organizator w ramach programu ENVIRONMENT SA-1 nie korzysta z podwykonawstwa. Badania jednorodności i stabilności oraz przygotowanie, magazynowanie obiektów badania 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 zostaną poinformowani o usługach które będą podzleczone w przypadku jej wystąpienia.

5. Zakres programu ENVIRONMENT SA-1

W ramach badania biegłości Environment SA-1, porównane zostaną wyniki wykonywanych przez uczestników analiz dostarczonych przez organizatora próbek obiektu PT, w zakresie:

- *Metale:*
 - Pb** zakres (1,0-100) mg/kg
 - Cd** zakres (0,50-7,0) 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 (0,050-2,50) mg/kg
- **Fosfor przyswajalny** zakres (1,0-100) mg/100g P₂O₅
- **pH w KCl** zakres (4-10)
- **Sucha masa** zakres (75,0-99,9) %
- **Straty przy prażeniu** zakres (5,0-75,0) %

W ramach realizacji danej rundy programu, uczestnicy otrzymują próbki obiektu PT – gleby rolnej mineralnej, dla którego wcześniej zostały określone stężenia ww. parametrów. Uzyskane wartości zostały potwierdzone w laboratorium organizatora, posiadającym akredytację w pełnym zakresie wykonywanych 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. Harmonogram programu badania biegłości Environment SA-1 w roku 2023:

	Runda I	Runda II
Symbol rundy	SA-1-23-I	SA-1-23-II

Termin nadsyłania zgłoszeń	14.07.2023 r.	18.10.2023 r.
Ostateczny termin dostarczenia próbek obiektu PT do uczestników	26.07.2023 r.	10.11.2023 r.
Termin nadsyłania wyników przez uczestników	18.08.2023 r.	24.11.2023 r.
Termin wydania raportu końcowego	15.09.2023 r.	29.12.2023 r.

Pojedyncza jednostka organizacyjna może w danej rundzie programu PT otrzymać tylko jedną próbkę obiektu PT do analiz.

Koszt uczestnictwa w jednej rundzie programu badania biegłości Environment SA-1 w roku 2023 wynosi **800,00 zł netto**.

7. Warunki uczestnictwa oraz sposób przesyłania wyników badania biegłości

Warunkiem koniecznym uczestnictwa w danej rundzie programu badania biegłości Environment SA-1 jest przesłanie wypełnionego formularza zgłoszeniowego w terminie podanym przez organizatora, na adres e-mail: **badaniabieglosci@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**). Warunkiem koniecznym uczestnictwa otrzymania raportu końcowego z badania biegłości jest opłacenie faktury w wyznaczonym terminie.

Uczestnicy zobowiązani są dotrzymać wszystkich wskazanych terminów.

Rezygnację z udziału w badaniu biegłości uznaje się za ważną, jeśli zostanie zgłoszona organizatorowi w formie mailowej na adres: **badaniabieglosci@arques.pl** Rezygnacja

z udziału w badaniu biegłości na 5 i więcej dni roboczych przed rozpoczęciem badania biegłości (ostatecznym terminem dostarczenia próbek obiektu PT do uczestników) nie skutkuje obciążeniem finansowym Klienta. Rezygnacja na 1-4 dni robocze przed tym terminem skutkuje obciążeniem finansowym Klienta w wysokości 50% opłaty za udział w badaniu biegłości. Rezygnacja w terminie ostatecznego dostarczenia próbek do uczestników lub późniejsze jej zgłoszenie a także niedostarczenie wyników wykonywanych analiz w wyznaczonym terminie spowoduje obciążenie Klienta kosztami w wysokości 75% opłaty za uczestnictwo w badaniu biegłości.

Każdy z uczestników otrzymuje *Kartę przekazania wyników*, na której umieszczony jest indywidualny kod uczestnika. W kartach tych zapisać należy: wynik średni (z odpowiednią dokładnością), niepewność wyniku dla **współczynnika rozszerzenia $k = 2$ oraz poziomu istotności $\alpha = 0,05$** ; metodę według której wykonano analizę, status metody (akredytowane/nieakredytowane). Wypełnioną *Kartę* z podpisem osoby nadzorującej należy przesłać do organizatora na adres mailowy: **badaniabieglosci@arques.pl** w terminie określony w Tabeli nr 1.

8. Liczba oczekiwanych uczestników programu badania biegłości

Minimalna liczba uczestników w badaniu biegłości wynosi 5. Jeżeli do wyznaczonego terminu nadsyłania zgłoszeń, liczba ta będzie mniejsza, organizator zastrzega możliwość odwołania organizowanego badania biegłości.

9. Termin rozpoczęcia badania biegłości

Obiekt badania biegłości jakim jest gleba rolna (mineralna) zostanie 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. Szczegóły postępowania z obiektem określone zostaną w dostarczonej wraz z obiektem *INSTRUKCJI przygotowania próbek i raportowania wyników badania próbki gleby rolnej mineralnej*.

10. Jednorodność i stabilność obiektu badania biegłości

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

10.1 Jednorodność

Jednorodność obiektu badania biegłości sprawdzana jest poprzez pobranie nie mniej niż 10 próbek z partii materiału przeznaczonego do wysyłki. W każdej z tych próbek w laboratorium organizatora oznaczane są podwójnie, w warunkach powtarzalności: zawartość suchej masy – zgodnie z akredytowaną normą PN-ISO 11465:1999 oraz zawartość miedzi – zgodnie z akredytowaną normą PN-ISO 11047:2001. Na podstawie uzyskanych wyników obliczane jest dla każdego z oznaczonych parametrów 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 określana jest statystyczna istotność różnic między obiektami badania biegłości za pomocą analizy wariancji, stosując test F przy $\alpha = 0,05$ (ISO 2854).

Organizator stwierdza, że próbki obiektu badania 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

10.2 Stabilność

Obiekt badania biegłości można uznać za stabilny, jeśli spełnione jest kryterium:

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

Gdzie:

σ_{pt} - odchylenie standardowe do oceny badania biegłości

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

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

10.3 Postępowanie w przypadku braku jednorodności i stabilności obiektów badania biegłości

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'.

11. Środki zapobiegawcze w celu zapobieżenia znowie

Program badania biegłości ENVIRONMENT SA-1 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 badania 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 różnych kontaktów z uczestnikami porusza temat znowy i apeluje o etyczne zachowania w tym względzie.

12. Kryteria oceny i interpretacja wyników badania biegłości

12.1 Pomyłkowe dane od uczestników badania 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 badania 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 dla współczynnika rozszerzenia $k = 2$ i poziomu istotności $\alpha = 0,05$. Wyniki należy dostarczyć w terminie określonym w Tabeli nr 1. W przypadku wystąpienia wartości „mniej niż” znaki „<” będą odrzucane, wartości będą oznaczone „#” i dane będą analizowane jako dane ilościowe.

Wyniki należy przysyłać 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 z 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 z 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 σ_{pt}

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

Kryteria stosowania:

Jeżeli ≥ 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 Statystyk wraz z Koordynatorem

12.5 Wskaźnik do oceny uczestników badania biegłości

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 :

$|z| \leq 2,0$ - wynik odpowiedni (zadowolający);

$2,0 < |z| < 3,0$ - sygnał ostrzegawczy;

$|z| \geq 3,0$ - 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 badania próbek gleby rolnej (mineralnej), 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 $|z/z'| \geq 3,0$. Jednocześnie, aby uczestnik mógł zostać uznany za biegłego w badaniu próbek gleby rolnej (mineralnej), obliczona z wartości bezwzględnych wszystkich uzyskanych wskaźników z/z' średnia arytmetyczna, musi być mniejsza bądź równa 2,0. Do liczenia średniej nie bierze się pod uwagę wartości obciążonych błędem grubym (odrzuconych na podstawie wykonanego dwustronnego testu Grubbsa na poziomie istotności 0,01).

$$z'_{\text{średnie}} / z_{\text{średnie}} = (|z'_1 / z_1| + \dots + |z'_n / z_n|) / n, \text{ warunek: } z'_{\text{średnie}} / z_{\text{średnie}} \leq 2,0$$

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.

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

Organizator zapewnia właściwe przygotowanie, nadzorowanie oraz magazynowanie obiektów badania zapewniając ich stabilność i jednorodność.

Dystrybucja obiektów badania biegłości odbywa się za pośrednictwem kuriera w szczelnie zamkniętych i zabezpieczonych pojemnikach.

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

14. Poufność i bezstronność

Firma ARQUES Sp. z o.o. jako organizator badania 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 raportu końcowego z badania biegłości. Organizator nie udostępnia listy uczestników biorących udział w badaniu biegłości.

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

Uczestnicy po zakończonej rundzie badania biegłości otrzymują raport końcowy z badania biegłości.

W raporcie tym znajdują się następujące informacje:

- Nazwa i dane kontaktowe organizatora badania 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 badania biegłości;
- Wskazanie działań, które były podzleczone przez organizatora badania biegłości (w przypadku, gdy taka sytuacja zaistnieje);
- 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;
- Informacje o projekcie i wdrożeniu programu badania biegłości;
- Procedury wykorzystywane do statystycznej analizy danych.

Koordinator PT
Rafał Ziółkowski

tel. 661 296 587
adres e-mail: r.ziolkowski@arques.pl