

PROGRAM BADANIA BIEGŁOŚCI W ZAKRESIE BADANIA PRÓBEK OSADÓW ŚCIEKOWYCH

Environment SL-7

NA ROK 2024

PROGRAM NIEAKREDYTOWANY

1.Ogólne informacje

Program badania biegłości w zakresie badania próbek osadów ściekowych Environment SL-7 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 cech fizycznych i chemicznych próbek osadów ściekowych.

Adresatami programu Environment SL-7 są zarówno akredytowane laboratoria środowiskowe jak i zakłady starające się o uzyskanie certyfikatu akredytacji.

ARQUES Sp. z o.o., jest akredytowanym przez Polskie Centrum Akredytacji organizatorem badań biegłości (certyfikat nr PT 013). Jednakże program badania biegłości Environment SL-7 nie jest programem objętym zakresem akredytacji.

ARQUES Sp. z o.o., posiada w swoich strukturach laboratorium badawcze, posiadające akredytację Polskiego Centrum Akredytacji w zakresie wszystkich wymienionych w programie badania biegłości ENVIRONMENT SL-7 cech próbek osadów ściekowych, jak również w zakresie pobierania próbek osadów ściekowych. Laboratorium organizatora posiada certyfikat akredytacji o numerze AB 1539.

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 SL-7 jest:

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

3.2 Zasady programu

Program badania biegłości ENVIRONMENT SL-7 jest ciągłym programem jednoczesnego uczestnictwa 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 –osadu ściekowego – z przyjętymi kryteriami.

4. Podwykonawstwo

Organizator w ramach programu ENVIRONMENT SL-7 nie korzysta z podwykonawstwa. Badania jednorodności i stabilności oraz przygotowanie, magazynowanie obiektów badania biegłości będzie realizowane przez akredytowane laboratorium organizatora. Podwykonawstwo jest jednak możliwe, na przykład w przypadku wystąpienia 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 SL-7

W ramach badania biegłości Environment SL-7, porównane zostaną wyniki wykonywanych przez uczestników analiz dostarczonych przez organizatora próbek obiektu PT, w zakresie:

- **Metale:**
 - Pb** zakres (1,0 - 1500) mg/kg
 - Cd** zakres (0,25 - 50,0) mg/kg
 - Ni** zakres (2,5 - 500) mg/kg
 - Zn** zakres (5,0 - 5000) mg/kg
 - Cu** zakres (2,5 - 2000) mg/kg
 - Cr** zakres (2,5 - 2500) mg/kg
 - Hg** zakres (0,050 - 15,0) mg/kg
 - Ca** zakres (2,0 - 50,0) %
 - Mg** zakres (0,20 - 5,0) %
- **Fosfor ogólny** zakres (0,50 - 4,0) %
- **pH w H₂O** zakres (4,0 - 13,0)
- **Sucha masa** zakres (6,0 - 99,9) %
- **Straty przy prażeniu** zakres (1,0 - 99,0) %
- **Azot Kjeldahla** zakres (0,50 - 10,0) %
- **Azot amonowy** zakres (0,10 - 2,50) %

W ramach realizacji danej rundy programu, uczestnicy otrzymują próbki obiektu PT – osadu ściekowego, 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, m.in. analiza CRM, próbki 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 SL-7 w roku 2024:

	Runda I
Symbol rundy	SL-7-24-I
Termin nadsyłania zgłoszeń	16.02.2024 r.
Ostateczny termin dostarczenia próbek obiektu PT do uczestników	28.02.2024 r.
Ostateczny termin nadsyłania wyników przez uczestników	15.03.2024 r.
Termin wydania raportu końcowego	10.04.2024 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 SL-7 w roku 2024 wynosi **800,00 zł netto**.

7. Warunki uczestnictwa oraz sposób przesyłania wyników badania biegłości

Warunkiem koniecznym uczestnictwa w danej rundzie programu badania biegłości Environment SL-7 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

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 dla każdej badanej cechy: wyniki cząstkowe (maksymalnie 3), 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.

Każdy uczestnik ma prawo do przedstawienia maksymalnie dwóch średnich* wyników badań danego parametru dwiema różnymi metodami. W sytuacji, gdy uczestnik raportuje wyniki uzyskane dwoma metodami, zobowiązany jest do wskazania wyniku tzw. nominowanego, który zostanie uwzględniony w wyznaczaniu wartości przypisanej i odchylenia do oceny badania biegłości (w przypadku gdy do ich wyznaczania będą wykorzystane wyniki z bieżącej rundy PT). Wynik niewskazany jako nominowany również zostanie oceniony względem wybranego kryterium, jednakże nie zostanie uwzględniony podczas oceny kompetencji uczestnika w zakresie badania próbek osadu ściekowego.

*uczestnicy są również proszeni o raportowanie wyników cząstkowych (maksymalnie trzech), na podstawie których obliczone zostały wyniki średnie. Organizator wykorzysta tak pozyskane dane do własnych opracowań statystycznych.

8. Liczba oczekiwanych uczestników programu badania biegłości

Minimalna liczba uczestników w badaniu biegłości dla każdej badanej cechy 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 osad ściekowy zostanie sprawdzony pod względem jednorodności oraz stabilności badanych parametrów.

Analizy otrzymanego obiektu PT należy wykonać możliwie najszybciej, w czasie pomiędzy określonym dla danej rundy ostatecznym terminem otrzymania próbek od organizatora, a ostatecznym terminem nadsyłania wyników analiz przez uczestników. Przed rozpoczęciem analiz próbki należy przechowywać w szczelnie zamkniętym opakowaniu dostarczonym przez organizatora, w temperaturze od 0 ° C do 4 ° C, w miejscu nie narażonym na nasłonecznienie – najlepiej w lodówce. Szczegóły postępowania z obiektem określone zostaną w dostarczonej wraz z obiektem *INSTRUKCJI przygotowania próbek i raportowania wyników badania próbki osadu ściekowego*.

10. Jednorodność i stabilność obiektu badania biegłości

Jednorodność i stabilność próbek obiektu badania biegłości przeprowadza się za pomocą procedur opisanych w załączniku B normy ISO 13528.

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 azotu amonowego – zgodnie z akredytowanymi normami PN-EN 14671:2007 (przygotowanie), PN-ISO 5664:2002 oraz zawartość miedzi – zgodnie z akredytowanymi normami PN-EN

13346:2002 (przygotowanie), PN-ISO 8288:2002. 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 zмовie

Program badania biegłości ENVIRONMENT SL-7 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 przypisanego oznaczenia kodowego.

Uczestnicy badania 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 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 (średniej) badanej cechy wraz z jej niepewnością **dla współczynnika rozszerzenia $k = 2$ i poziomu istotności $\alpha = 0,05$** . Ponadto uczestnicy proszeni są o podawanie wyników cząstkowych (maksymalnie trzech), na podstawie których uzyskano raportowane wyniki średnie. W przypadku wystąpienia wartości „mniej 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.

UWAGA: Wynik uzyskany przez uczestnika biorącego udział w danej rundzie badania biegłości, który posiada akredytację na parametr poddany ocenie uważa się, że taki wynik jest spójny pomiarowo. Wynik taki może być uwzględniony przy wyznaczeniu wartości x_{pt} . W przypadku gdy uczestnik nie posiada akredytacji na parametr poddany ocenie musi wyczerpująco i jasno opisać metodę oraz udokumentować jej spójność pomiarową. O wykorzystaniu takiego wyniku do wyznaczenia wartości x_{pt} decyduje Kierownik techniczny wraz ze Statystykiem i Koordynatorem.

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 z 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.

Kryteria stosowania:

- Jeżeli $p \geq 15$, zaleca się stosować x^* (algorytm A);
- Jeżeli $p < 15$, można przyjąć:
 - x^* ,
 - medianę, dla liczby uczestników ≥ 8 ;
 - średnią arytmetyczną, dla liczby uczestników < 8 , jeżeli wartości odstające zdarzają się sporadycznie i nie ma silnej asymetrii rozkładu.

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 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 biegłości w zakresie oznaczania danego parametru zostanie wykorzystany wskaźnik z :

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

Interpretacja wskaźnika z :

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

$2,0 < |z| < 3,0$ - wynik wątpliwy;

$|z| \geq 3,0$ - wynik nieodpowiedni.

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

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

Interpretacja wskaźnika z' :

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

$2,0 < |z'| < 3,0$ - wynik wątpliwy,

$|z'| \geq 3,0$ - wynik nieodpowiedni,

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

Organizator zapewnia właściwe przygotowanie, nadzorowanie oraz magazynowanie obiektów badania biegłości zmierzające do zapewnienia ich stabilności i jednorodności.

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 zmowy 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 podzlecane 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