

**PROGRAM BADANIA BIEGŁOŚCI W ZAKRESIE POBIERANIA PRÓBEK
GLEBY ROLNEJ DO BADAŃ FIZYKOCHEMICZNYCH
oraz
OSADU ŚCIEKOWEGO DO BADAŃ FIZYKOCHEMICZNYCH
i do badań mikrobiologicznych*
ENVIRONMENT SAMP-5
NA ROK 2024**

*badanie biegłości w zakresie pobierania próbek osadu ściekowego przeznaczonego do badań mikrobiologicznych nie jest objęte zakresem akredytacji nr PT 013

1. Ogólne informacje

Program badania biegłości w zakresie pobierania próbek Environment SAMP-5 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 SAMP-5 jest programem objętym zakresem akredytacji. Wyjątek stanowi pobieranie próbek osadu ściekowego do badań mikrobiologicznych, które nie jest objęte tym zakresem.

Głównym celem programu jest umożliwienie uczestnikom potwierdzenia swoich kompetencji w pobieraniu próbek gleby rolnej oraz osadu ściekowego.

Adresatami programu Environment SAMP-5 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 SAMP-5 cech próbek osadów ściekowych i gleb rolnych.

2. Organizator

Organizatorem badania biegłości jest:

ARQUES sp. z o.o.

64-800 Chodzież, ul. Mostowa 9a

Koordinator PT:

Rafał Ziółkowski

tel. 661 296 587

email: r.ziolkowski@arques.pl

Kierownik Techniczny, Statystyk:

Rafał Ziółkowski

3. Cele i zasady programu

3.1 Cele programu

Celem programu badania biegłości Environment SAMP-5 jest:

- Umożliwienie laboratoriom 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-5 jest ciągłym programem jednoczesnego uczestnictwa 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-5 nie korzysta z podwykonawstwa. Badania jednorodności i stabilności oraz badania pobranych przez uczestników próbek będą realizowane przez akredytowane laboratorium organizatora.

Podwykonawstwo jest jednak możliwe przede wszystkim 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-5

Oznaczane parametry:

➤ **Osad ściekowy:**

-zawartość suchej masy, zakres: (6,0 – 99,9) %;

-nikiel, zakres: (2,5 – 500) mg / kg;

-obecność bakterii z rodzaju Salmonella w 100 g, zakres: (obecna/nieobecna) – parametr nieobjęty zakresem akredytacji organizatora badań biegłości (PT 013).

➤ **Gleba rolna (pobieranie próbek z głębokości 0 cm ppt -25 cm ppt):**

-zawartość suchej masy, zakres: (75,0 – 99,9) % ;

-cynk, zakres: (1,0 – 500) mg / kg;

Uczestnicy zobowiązani są do pobierania próbek **własnym sprzętem i do własnych pojemników** używanych rutynowo do pobierania próbek przeznaczonych do ww. badań. Każdy uczestnik pobiera dany obiekt badania biegłości dwukrotnie.

Wszystkie oznaczane parametry 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 wzorcowania.

6. Terminarz i koszty

Tabela 1. Harmonogram programu badania biegłości Environment SAMP-5 organizowanego w roku 2024:

	Runda I	Runda II
Symbol rundy	SAMP-5-24-I	SAMP-5-24-II
Termin nadsyłania zgłoszeń	02.04.2024 r.	29.08.2024 r.
Termin PT	16.04.2024 r.	12.09.2024 r.
Termin wydania raportu końcowego	17.05.2024 r.	15.10.2024 r.

Uczestnicy badania biegłości mogą brać udział w pobieraniu jednego lub dwóch wybranych obiektów PT (osadu ściekowego i/lub gleby rolnej). **W badaniu biegłości w zakresie pobierania próbek danego obiektu, może wziąć udział maksymalnie dwóch uczestników reprezentujących daną jednostkę.**

Tabela 2. Koszty uczestnictwa w jednej rundzie programu badania biegłości Environment SAMP-5 w roku 2024:

Pobierany obiekt PT	I uczestnik	II uczestnik
Osad ściekowy <i>(fizykochemia + mikrobiologia)</i>	950,00 zł netto	570,00 zł netto
Gleba rolna	950,00 zł netto	570,00 zł netto

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

7. Warunki uczestnictwa

Warunkiem koniecznym uczestnictwa w programie badania biegłości Environment SAMP-5 jest przesłanie wypełnionego formularza zgłoszeniowego w terminie podanym przez organizatora, na adres e-mail: **badaniabieglosci@arques.pl** Wysłanie formularza zgłoszeniowego jednoznaczne 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: **badaniabieglosci@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 badania 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 $\alpha=0,05$**).

8. Liczba i rodzaj oczekiwanych uczestników programu badania biegłości

Maksymalna liczba uczestników badania biegłości w zakresie pobierania próbek danego obiektu wynosi 25. Organizator zastrzega sobie możliwość odwołania organizowanego

badania w przypadku liczby uczestników mniejszej niż 5, jak również możliwość ograniczenia maksymalnej liczby uczestników poniżej 25. Organizator zastrzega sobie również prawo do odwołania rundy badania biegłości w przypadku wystąpienia warunków atmosferycznych / zjawisk pogodowych uniemożliwiających przeprowadzenie rundy PT.

9. Jednorodność i stabilność obiektów badania biegłości

Jednorodność i stabilność próbek do badań przeprowadza się za pomocą procedur opisanych w załączniku B normy ISO 13528.

9.1 Jednorodność

Jednorodność obiektów badania biegłości sprawdzana jest poprzez pobranie nie wcześniej niż 2 dni przed terminem badania biegłości, w wyznaczonych punktach pobierania, nie mniej niż 10 próbek. Próbki te pobierane są według akredytowanych metod. W przypadku obiektu PT – osadu ściekowego – zgodnie z normą PN-EN ISO 5667-13:2011 oraz procedury badawczej PB-13 edycja 3 z dnia 07.04.2022 r.; zaś w przypadku gleby rolnej – zgodnie z normą PN-ISO 10381-4:2007. W każdej z tych próbek oznacza się określone parametry podwójnie, w warunkach powtarzalności, metodami akredytowanymi w laboratorium organizatora. W przypadku próbek obiektu PT – osadu ściekowego - oznacza się zawartość suchej masy zgodnie z normą PN-ISO 12880:2004, zawartość niklu zgodnie z normą PN-ISO 8288:2002 (metoda A) przy wcześniejszym przygotowaniu próbek zgodnie z punktem 8.4 normy PN-EN 13346:2002 oraz określa się obecność bakterii z rodzaju Salmonella zgodnie z procedurą badawczą PB-16 edycja 3 z dnia 01.06.2022 r. W przypadku próbek obiektu PT – gleby rolnej - oznacza się zawartość suchej masy zgodnie z normą PN-ISO 11465:1999 oraz zawartość cynku zgodnie z normą PN-ISO 11047:2001. 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 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

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 badania biegłości

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

10. Środki zapobiegawcze w celu zapobieżenia znowie

Program badania biegłości ENVIRONMENT SAMP-5 jest tak projektowany aby zapewnić jak najmniejszą możliwość znowie 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 zmywy i fałszowania wyników.

W przypadku stwierdzenia zmywy 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 zmywy i apeluje o etyczne zachowania w tym względzie.

11. Kryteria oceny i interpretacja wyników badania 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 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 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 uzyskanych 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 uzyskanych 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 uzyskanych 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.

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 badania biegłości

Warunkiem, który bezwzględnie należy spełnić, aby możliwe było dokonanie oceny rezultatów działania uczestników badania biegłości, określa poniższa nierówność:

$$s_r < 0,5 \sigma_{pt} \text{ lub } s_r < \delta_E / 6;$$

gdzie: s_r – odchylenie standardowe powtarzalności stosowanej metody badawczej.

Organizator przyjął zasadę, iż niezależnie od spełnienia warunku $u(x_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$; do oceny zostanie wykorzystany wskaźnik z' :

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

Interpretacja wskaźnika z' :

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

$2 < |z'| < 3,0$ – wynik wątpliwy;

$|z'| \geq 3,0$ – wynik nieodpowiedni.

Aby zostać uznanym za biegłego w zakresie pobierania próbek gleby rolnej i/lub osadu ściekowego przeznaczonych do badań fizykochemicznych, uczestnik nie może uzyskać w przypadku żadnego z dwóch badanych parametrów wskaźnika $|z'| \geq 3,0$. Jednocześnie, aby uczestnik mógł zostać uznany za biegłego w pobieraniu próbek gleby rolnej i/lub osadu ściekowego przeznaczonych do badań fizykochemicznych, obliczona z wartości bezwzględnych dwóch uzyskanych wskaźników z' średnia arytmetyczna, musi być mniejsza bądź równa 2,0.

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

z'_i - wartość z'-score wyznaczona dla danego parametru

n - liczba parametrów, które objęte były porównaniem (równa 2).

Aby zostać uznanym za biegłego w zakresie pobierania próbek osadu ściekowego przeznaczonych do badań mikrobiologicznych, uczestnik musi uzyskać wynik zgodny (obecne / nieobecne).

gdzie:

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 zмовы uczestników, poprzez nadanie każdemu z uczestników indywidualnego kodu od przyjęcia zgłoszenia do wydania raportu(ów) końcowego(ych) z badania biegłości. 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 zakończonej rundzie badania biegłości otrzymują raport(y) końcow(y/e) z badania biegłości.

W raporcie/raportach 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
- 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

Koordinator PT

Rafał Ziółkowski

tel.: 661 296 587

adres e-mail: r.ziolkowski@arques.pl