

**PROGRAM BADANIA BIEGŁOŚCI W ZAKRESIE POBIERANIA PRÓBEK
GLEBY ROLNEJ DO BADAŃ FIZYKOCHemiczNYCH
oraz
OSADU ŚCIEKOWEGO DO BADAŃ FIZYKOCHemiczNYCH
i OSADU ŚCIEKOWEGO DO BADAŃ MIKROBIOLOGICZNYCH
ENVIRONMENT SAMP-5
NA ROK 2026**

1. Ogólne informacje

Program badania biegłości w zakresie pobierania próbek Environment SAMP-5 jest organizowany i realizowany zgodnie z wymaganiami normy PN-EN ISO/IEC 17043:2023-10 „Ocena zgodności. Ogólne wymagania dotyczące kompetencji organizatorów badania biegłości” oraz dokument PCA – DAPT-01 „Akredytacja organizatorów badań biegłości”.

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.

Głównym celem programu jest umożliwienie uczestnikom potwierdzenia swoich kompetencji w zakresie pobierania próbek gleby rolnej do badań fizykochemicznych oraz osadu ściekowego do badań fizykochemicznych i mikrobiologicznych.

Adresatami programu Environment SAMP-5 są zarówno akredytowane laboratoria środowiskowe, zakłady starające się o uzyskanie certyfikatu akredytacji, jak również jednostki chcące potwierdzić swoje kompetencje w zakresie pobierania próbek gleby rolnej i/lub osadu ściekowego.

ARQUES Sp. z o.o., które jest organizatorem badania biegłości posiada w swoich strukturach laboratorium badawcze akredytowane przez Polskie Centrum Akredytacji (certyfikat nr AB 1539) w zakresie badania wszystkich wymienionych w programie badania biegłości ENVIRONMENT SAMP-5 cech próbek gleb rolnych i osadów ściekowych oraz w zakresie pobierania tychże próbek.

2. Organizator

Organizatorem badania biegłości jest:

ARQUES sp. z o.o.

64-800 Chodzież, ul. Mostowa 9a

Koordynator PT, Kierownik Techniczny, Statystyk:

Rafał Ziółkowski

tel. 661 296 587

email: r.ziolkowski@arques.pl

3. Cele i zasady programu

3.1 Cele programu

Celem programu badania biegłości Environment SAMP-5 jest:

- Umożliwienie laboratorium rutynowo pobierającym próbki gleb rolnych / osadów ściekowych sprawdzenie jakości swojej pracy,
- Dostarczenie dowodów umożliwiających potwierdzenie zdolności do pobierania próbek gleb rolnych / osadów ściekowych,
- Dostarczenie dodatkowych elementów zaufania do laboratorium jego klientom,
- Sprostanie wymaganiom stawianym przez jednostki akredytacyjne,
- Potwierdzenie poprawności oszacowania niepewności raportowanych wyników,
- Pozyskanie danych do doskonalenia w obszarze pobierania próbek.

3.2 Zasady programu

Program badania biegłości ENVIRONMENT SAMP-5 jest programem ciągłym 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 PT 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 17043:2023-10, a uczestnicy z wyprzedzeniem zostaną poinformowani o usługach, które będą podzlecone w przypadku jej wystąpienia.

5. Zakres programu ENVIRONMENT SAMP-5

W ramach programu PT porównywane będą pobierania próbek:

- Gleby rolnej do badań fizykochemicznych;
- Osadu ściekowego do badań fizykochemicznych;
- Osadu ściekowego do badań mikrobiologicznych.

Oznaczone parametry:

➤ **Osad ściekowy do badań fizykochemicznych:**

- zawartość suchej masy, zakres: (6,0 – 99,9) %;
- nikiel, zakres: (2,5 – 500) mg / kg s.m.;

➤ **Osad ściekowy do badań mikrobiologicznych:**

- obecność bakterii z rodzaju Salmonella w 100 g, zakres: (obecna/nieobecna).

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

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

i/lub*

- cynk, zakres: (1,0 – 500) mg / kg s.m.;

i/lub*

-miedź, zakres: (1,0-150) mg / kg s.m.

*próbki pobrane przez uczestników zostaną poddane badaniom w zakresie dwóch spośród trzech wymienionych parametrów.

Uczestnicy zobowiązani są do pobierania próbek **własnym sprzętem i do własnych pojemników**. Każdy uczestnik pobiera wybrany obiekt badania biegłości przeznaczony do badań fizykochemicznych DWUKROTNIE. W przypadku, gdy uczestnik bierze udział w PT w zakresie pobierania próbek osadu ściekowego do badań mikrobiologicznych próbki pobiera TRZYKROTNIE. Wszystkie czynności winny być wykonywane w sposób rutynowy.

Wszystkie cechy obiektów PT badane 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 2026:

	Runda I	Runda II
Symbol rundy	SAMP-5-26-I	SAMP-5-26-II
Termin nadsyłania zgłoszeń	02.04.2026 r.	24.09.2026 r.
Termin PT	14-15.04.2026 r.	07-08.10.2026 r.
Termin wydania raportu końcowego	14.05.2026 r.	04.11.2026 r.

Uczestnicy badania biegłości mogą brać udział w pobieraniu jednego, dwóch lub trzech wybranych obiektów PT. **W badaniu biegłości w zakresie pobierania próbek DANEGO obiektu, może wziąć udział maksymalnie dwóch uczestników reprezentujących daną jednostkę.**

Tabela 2. Koszty uczestnictwa w pojedynczej rundzie programu badania biegłości Environment SAMP-5 w roku 2026:

Pobierany obiekt PT	I uczestnik	II uczestnik
Gleba rolna	990,00 zł netto	700,00 zł netto
Osad ściekowy - fizykochemia	950,00 zł netto	650,00 zł netto
Osad ściekowy - mikrobiologia	850,00 zł netto	550,00 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 kwotą w wysokości 75% opłaty za uczestnictwo w badaniu biegłości.

Uczestnicy zobowiązani są dojechać na miejsce wskazane przez organizatora – w promieniu do 30 kilometrów od siedziby organizatora.

Ponadto uczestnicy zobowiązani będą w czasie badania biegłości do wskazania stosowanych metod pobierania próbek wraz ze **statusami** tychże **metod** (akredytowana / nieakredytowana) oraz w przypadku obiektów PT pobieranych do badań fizykochemicznych - **niepewnościami rozszerzonymi** (wyznaczonymi dla **współczynnika rozszerzenia $k=2$** oraz **poziomu istotności $\alpha=0,05$**).

Informacje dotyczące niepewności rozszerzonych przekazywane przez uczestników (bezpośrednio w czasie realizacji etapu pobierania próbek lub w określonym przez

organizatora terminie) zostaną przedstawione w raporcie do celów poglądowych. W przypadku pozyskania przez organizatora informacji o niepewnościach stosowanych przez wszystkich uczestników biorących udział w badaniu danej cechy obiektu PT, organizator przedstawi te informacje w postaci graficznej. Ma to na celu ułatwienie oceny rezultatów działania poszczególnych uczestników w rundzie PT w odniesieniu do założonych -przez jednostkę delegującą danego uczestnika – własnych kryteriów.

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 zmiany maksymalnej liczby uczestników w uzasadnionych przypadkach. 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 obiektów PT określa się za pomocą procedur opisanych w załączniku B normy ISO 13528.

9.1 Jednorodność

Jednorodność obiektów PT sprawdzana jest poprzez pobranie w wyznaczonych miejscach pobierania minimum 10 próbek. Pobieranie próbek odbywa się nie wcześniej niż 2 dni przed terminem badania biegłości w zakresie pobierania próbek danego obiektu PT. Próbki te pobierane są według obowiązujących w laboratorium organizatora akredytowanych metod pobierania zgodnych z normami PN-ISO 10381-4:2007, PN-EN ISO 5667-13:2011 oraz procedury badawczej PB-13 edycja 3 z dnia 07.04.2022 r. (odpowiednich dla danego obiektu PT). W każdej z pobranych próbek danego obiektu PT oznacza się w laboratorium organizatora podwójnie, w warunkach powtarzalności co najmniej jedną spośród badanych w ramach danej rundy PT cech:

- w przypadku gleby rolnej pobieranej do badań fizykochemicznych, są to: zawartość suchej masy – oznaczana zgodnie z normą PN-ISO 11465:1999, albo zawartość cynku lub miedzi – oznaczanych zgodnie z PN-ISO 11047:2001;
- w przypadku osadu ściekowego pobieranego do badań fizykochemicznych, są to: zawartość suchej masy – oznaczana zgodnie z normą PN-ISO 12880:2004, albo zawartość niklu – oznaczana zgodnie z PN-ISO 8288:2002 (metoda A) przy wcześniejszym przygotowaniu próbek zgodnie z punktem 8.4 normy PN-EN 13346:2002.
- w przypadku osadu ściekowego pobieranego do badań mikrobiologicznych, jest to obecność bakterii z rodzaju Salmonella zgodnie z procedurą badawczą PB-16 edycja 3 z dnia 01.06.2022 r.

O wyborze badanej(ych) cech(y) decyduje organizator.

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 określana jest statystyczna istotność różnic między obiektami badania biegłości poprzez zbadanie stosunku wariancji dwóch rozpatrywanych serii pomiarowych, stosując jednostronny 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 dla oceny biegłości

W przypadku obiektu PT - osadu ściekowego pobieranego do badań mikrobiologicznych, aby uznać że jest on jednorodny organizator musi jedynie stwierdzić w co najmniej 2/3 ($\geq 66,67\%$) pobranych próbek zgodność wyniku z wartością przypisaną (*Salmonella spp.* obecna lub nieobecna).

9.2 Stabilność

Stabilność danego obiektu badania biegłości sprawdzana jest poprzez pobranie w wyznaczonych miejscach pobierania minimum 2 próbek danego obiektu PT. Pobieranie próbek odbywa się w dniu badania biegłości bezpośrednio po zakończeniu pobierania próbek przez uczestników rundy PT.

Dany obiekt badania biegłości może zostać uznany za stabilny, jeśli spełnione jest kryterium:

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

gdzie:

σ_{pt} - odchylenie standardowe dla oceny biegłości

$\bar{y}_1$ - średnia wartość oznaczanej cechy, otrzymana podczas badania jednorodności obiektu PT;

$\bar{y}_2$ - średnia wartość oznaczanej cechy, otrzymana podczas badania stabilności obiektu PT.

W przypadku obiektu PT - osadu ściekowego pobieranego do badań mikrobiologicznych, aby uznać że jest on stabilny organizator musi jedynie stwierdzić w co najmniej 2/3 ($\geq 66,67\%$) pobranych próbek zgodność wyniku z wartością przypisaną (*Salmonella spp.* obecna lub nieobecna).

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' .

UWAGA: W przypadku, gdy odchylenie standardowe dla oceny biegłości wyznaczone jest na podstawie wyników z bieżącej rundy PT odchylenie standardowe międzypróbkowe s_s jest już uwzględnionym składnikiem obliczanego σ_{pt} . Organizator będzie uwzględniał s_s podczas obliczania współczynnika z' jedynie w przypadku cechy, dla której wykazano brak jednorodności i/lub stabilności obiektu PT i jednocześnie gdy σ_{pt} dla tej cechy wyznaczone zostanie w sposób inny niż w oparciu o wyniki uczestników z danej rundy programu PT.

W przypadku obiektu PT – osadu ściekowego pobieranego do badań mikrobiologicznych, gdy mniej niż 2/3 (< 66,67%) spośród wszystkich próbek pobranych do badań jednorodności i stabilności obiektu PT (łącznie) spełnia kryterium zgodności wyniku z wartością przypisaną (*Salmonella spp.* obecna lub nieobecna), wówczas organizator odstąpi od ocenienia rezultatów działania uczestników w zakresie pobierania próbek osadu ściekowego do badań mikrobiologicznych.

10. Środki zapobiegawcze w celu zapobieżenia znowie

Program badania biegłości ENVIRONMENT SAMP-5 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 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}

W przypadku obiektów PT pobieranych do badań fizykochemicznych wartość x_{pt} zostanie wyznaczona zgodnie z ISO 13528 jako wartość uzgodniona na podstawie wyników uzyskanych od kompetentnych uczestników (warianty: I, II i III).

Możliwe jest wyznaczenie x_{pt} na podstawie wyników uzyskanych przez laboratorium organizatora (wariant IV). Organizator może zastosować takie rozwiązanie w przypadku, gdy liczba uczestników pobierających próbki danego obiektu PT będzie mniejsza niż 5.

UWAGA: Uczestnika biorącego udział w danej rundzie badania biegłości, który posiada akredytację na metodę pobierania próbek danego rodzaju; uważa się za kompetentnego. Uzyskany przez takiego uczestnika rezultat (wyniki analiz pobranych przez niego próbek wykonanych w laboratorium organizatora) zostanie uwzględniony podczas wyznaczania wartości x_{pt} oraz jej niepewności standardowej. W przypadku, gdy liczba kompetentnych uczestników będzie mniejsza od 5 (co dotyczy również przypadku, kiedy wyniki któregoś z kompetentnych uczestników zostaną zidentyfikowane jako błędne lub odstające; przez co liczba uwzględnianych wyników od uczestników uznanych za kompetentnych zmniejszy się poniżej 5) organizator może oszacować x_{pt} na podstawie wyników uzyskanych przez wszystkich uczestników biorących udział w rundzie (poza wynikami błędnymi i/lub odstającymi).

Wariant I

Wartość przypisana x_{pt} jako średnia arytmetyczna

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

gdzie: $\bar{x}$ - średnia arytmetyczna z wyników uzyskanych przez (kompetentnych) 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 (kompetentnych) 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;

p - liczba uzyskanych wyników.

Wariant III

$$x_{pt} = x^*$$

gdzie: x^* - średnia odporna obliczona za pomocą algorytmu A (ISO 13528), ze zbioru wyników uzyskanych przez (kompetentnych) 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,

p - liczba uzyskanych wyników.

Wariant IV

Wartość przypisana x_{pt} jako wynik z jednego laboratorium (organizatora):

Laboratorium wyznacza wartość przypisaną x_{pt} metodą referencyjną (akredytowaną). Metoda ta powinna być wyczerpująco i jasno opisana. Należy udokumentować jej spójność pomiarową i przedstawić sposób wyznaczania niepewności. Wartość przypisana x_{pt} będzie średnią z wyników analiz otrzymanych przy użyciu więcej niż jednego obiektu PT, przy

odpowiedniej liczbie powtórzeń (wyniki analiz dokonywanych przy okazji pobierania próbek do celu oznaczania jednorodności obiektu PT).

Kryteria stosowania:

- Jeżeli $p \geq 15$ (kompetentnych), zaleca się stosować x^* (algorytm A);
- Jeżeli $p < 15$ (kompetentnych), można przyjąć:
 - x^* ,
 - medianę, dla liczby (kompetentnych) uczestników ≥ 8 ;
 - średnią arytmetyczną, dla liczby (kompetentnych) uczestników < 8 , jeżeli wartości odstające zdarzają się sporadycznie i nie ma silnej asymetrii rozkładu.
- Jeżeli $p < 5$ (kompetentnych) uczestników, można przyjąć wariant, gdzie wartość przypisaną stanowi wynik uzyskany przez laboratorium organizatora.

UWAGA: Sposób obliczania x^* (odpornościowa średnia) oraz s^* (odpornościowe odchylenie standardowe) na podstawie algorytmu A (zgodnie z załącznikiem C normy ISO 13528):

$$x^* = \text{mediana ze zbioru } x_i (i = 1, 2, \dots, p)$$

$$s^* = 1,483 \text{ mediana } |x_i - x^*| (i = 1, 2, \dots, p)$$

gdzie: p-liczba wyników (branych pod uwagę/spójnych pomiarowo) w analizowanym zbiorze

Kolejne wartości x^* i s^* otrzymuje się w następujący sposób:

$$\delta = 1,5s^*$$

Dla każdego x_i ($i=1,2,\dots,p$), należy obliczyć:

$$x_i^* = \begin{cases} x^* - \delta & \text{jeżeli } x_i < x^* - \delta \\ x^* + \delta & \text{jeżeli } x_i > x^* + \delta \\ x_i & \text{w pozostałych przypadkach} \end{cases}$$

$$x^* = \sum x_i^* / p$$

$$s^* = 1,134 \cdot \sqrt{\frac{(x^* - x_i^*)^2}{p - 1}}$$

Estymaty x^* oraz s^* wyznacza się iteracyjnie, aktualizując ich wartości wielokrotnie, aż do osiągnięcia zbieżności procesu, gdy w kolejnych iteracjach nie ma zmian na trzeciej znaczącej cyfrze obu wielkości.

W przypadku obiektu PT – osadu ściekowego pobieranego do badań mikrobiologicznych – wartość przypisana x_{pt} (bakterie z rodzaju Salmonella „obecne” lub „nieobecne” w 100 g) zostanie wyznaczona na podstawie wyników analiz próbek pobranych przez uczestników oraz próbek pobranych przez Organizatora w ramach badań jednorodności i stabilności obiektu PT. W tym przypadku, aby możliwe było określenie wartości przypisanej co najmniej 2/3 ($\geq 66,67\%$) wszystkich tych próbek musi uzyskać wyniki zgodne („obecne” lub „nieobecne”). W przypadku tego obiektu PT nie wyznacza się niepewności wartości przypisanej $u(x_{pt})$.

11.3 Wyznaczanie odchylenia standardowego σ_{pt}

σ_{pt} wyznacza się jako wartość odchylenia standardowego wyników uzyskanych przez (kompetentnych) uczestników danej rundy po odrzuceniu wartości odstających;

Kryteria stosowania:

Jeżeli $p \geq 20$

- należy preferować s^* (algorytm A),
- 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.

UWAGA: Sposoby wyznaczania σ_{pt} na podstawie wyników z poprzednich rund

W przypadku metody uśredniania wariancji, należy rozpocząć od wykonania jednostronnego testu Bartletta przy $\alpha = 0,01$ na jednorodność wariancji porównywanych serii (statystyczną równość wariancji). Pojedynczą serię wyników stanowią wyniki uzyskane przez uczestników w przypadku pojedynczej cechy obiektu PT w jednej z wcześniejszych rund PT. Przegląd poprzednich rund programu PT obejmuje tylko wyniki akceptowalne ($z' < 2,0$). Ponadto liczność dla każdej z tych rund musi być ≥ 8 , a sumaryczna liczba wszystkich wyników branych pod uwagę do wyznaczenia σ_{pt} musi być ≥ 20 . Test Bartletta powtarza się tak długo - eliminując odrzucane w kolejnych powtórzeniach testu serie - aż wszystkie pozostałe serie (minimum 3) przejdą test pozytywnie. Odchylenie standardowe dla oceny badania biegłości wyznaczone na podstawie wyników z wcześniejszych rund metodą uśredniania wariancji, oblicza się na podstawie poniższego wzoru:

$$\sigma_{pt} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^k s_i^2 \cdot (n_i - 1)}{\sum_{i=1}^k (n_i - 1)}}$$

gdzie: s_i^2 – wariancja dla i-tej serii wyników z wcześniejszej rundy ($i = 1, \dots, k$),

n_i – liczba wyników w i-tej serii ($i = 1, \dots, k$).

W przypadku, gdy stwierdzić można wpływ wartości przypisanych na wartości odchylenia standardowego; do wyznaczania σ_{pt} na podstawie wyników z wcześniejszych rund stosuje się funkcję regresji. Poszukujemy równania prostej, które oddawać będzie zależność między dwoma wielkościami oszacowanymi dla każdej z wcześniej przeprowadzonych rund – wartością przypisaną x_{pt} (zmienną niezależną – x) a odchyleniem dla oceny badania biegłości σ_{pt} (zmienna zależna – y). Zależność liniową przedstawiamy ogólnie w postaci równania:

$$y = a \cdot x + b$$

gdzie: a – współczynnik nachylenia prostej,
 b – wartością przecięcia prostej z osią y (współczynnik przecięcia).

Parametry a i b wyznacza się metodą najmniejszych kwadratów. Procedura ta generuje następujące wyrażenia na współczynniki a i b :

$$a = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x}) \cdot (y_i - \bar{y})}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

$$b = \bar{y} - a\bar{x}$$

gdzie: $\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$; zaś $\bar{y} = \frac{\sum_{i=1}^n y_i}{n}$;

n – liczba punktów wziętych do obliczeń na linii prostej (tożsame z liczbą rund branych pod uwagę).

11.4 Wskaźnik do oceny uczestników badania biegłości

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

$$s_r < 0,5 \sigma_{pt}$$

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' , obliczany według wzoru:

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

Interpretacja wskaźnika z' :

$|z'| \leq 2,0$ – wynik akceptowalny;

$2 < |z'| < 3,0$ – wynik wątpliwy;

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

Aby potwierdzić swoje kompetencje w zakresie pobierania próbek gleby rolnej i/lub osadu ściekowego przeznaczonych do badań fizykochemicznych, uczestnik może uzyskać co najwyżej 1 wynik nieakceptowalny. Jednak w przypadku, gdy ocenie podlegają nie więcej niż 2 cechy, uczestnik nie może uzyskać żadnego wskaźnika $|z'| \geq 3,0$. Jednocześnie, aby uczestnik mógł potwierdzić swoje kompetencje w zakresie pobierania próbek gleby rolnej i/lub osadu ściekowego przeznaczonych do badań fizykochemicznych, obliczona z wartości bezwzględnych wszystkich uzyskanych wskaźników z' średnia arytmetyczna, musi być mniejsza bądź równa 2,0. Do liczenia średniej bierze się pod uwagę także wartości obarczone błędem grubym (wartości odrzucone na podstawie wykonanego dwustronnego testu Grubbsa na poziomie istotności 0,01). Wartość pojedynczego wskaźnika z' branego do

obliczenia średniej, który uzyskał wartość $\geq 3,0$ (w tym wynik odrzucony - obarczony błędem grubym lub wynik niezgodny) przyjmuje wartość równą 3,0.

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

gdzie:

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

n - liczba cech obiektu PT, które objęte były porównaniem w przypadku danego uczestnika.

Aby potwierdzić swoje kompetencje w zakresie pobierania próbek osadu ściekowego przeznaczonych do badań mikrobiologicznych, uczestnik musi uzyskać wynik zgodny z wartością przypisaną („obecne” / „nieobecne”) w przypadku co najmniej dwóch spośród trzech pobranych próbek obiektu PT.

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 zмовy 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 raport;;
- Data wydania i status raportu;
- Jednoznaczna identyfikacja zapewniająca, że wszystkie elementy raportu są uznawane za część kompletnego raportu, oraz jednoznaczna identyfikacja końca.
- Oświadczenie dotyczące stopnia poufności wyników;
- Numer raportu i jednoznaczna identyfikacja programu badania biegłości;
- Wskazanie, które działania były wykonane przez zewnętrznego dostawcę, jeżeli mają one wpływ na produkcję, charakteryzowanie obiektów PT lub dostarczane usługi (w przypadku, gdy taka sytuacja zaistnieje);
- Dokładny opis wykorzystywanych obiektów badania biegłości, łącznie z niezbędnymi szczegółami dotyczącymi przygotowania / produkcji obiektów badania biegłości oraz oceny jednorodności i stabilności;
- Wyniki uczestników, obejmujące raportowane niepewności pomiaru;
- Wartości przypisane, ich niepewności i zestawienia statystyczne dla metod pomiarów lub badań stosowanych przez uczestników;
- Procedury stosowane do wyznaczenia każdej wartości przypisanej i jej niepewności;

- Szczegóły dotyczące zapewnienia spójności pomiarowej i niepewności każdej wartości przypisanej;
- Procedury wykorzystywane w celu wyznaczenia odchylenia standardowego dla oceny biegłości lub inne kryteria oceny;
- 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;
- Wskazówki dotyczące interpretacji analizy statystycznej;
- Komentarze i zalecenia wynikające z rezultatów danej rundy PT.

Koordinator PT

Rafał Ziółkowski

tel.: 661 296 587

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