



PLAN BADANIA BIEGŁOŚCI / PORÓWNIANIA MIĘDZYLABORATORYJNEGO

NR 12/2014

prowadzonych przez Klub POLLAB - Sekcję

PETROL-GAZ

Uwaga: Uzupełniając poniższą tabelę należy wypełnić te obszary, które są istotne dla konkretnego PT/ILC lub wpisać „nie dotyczy” w przypadku wyłączenia.

Nazwa i adres organizatora badania biegłości	Klub Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB ul. Kłobucka 23A; 02-699 Warszawa
Imię i nazwisko, organizacja koordynatora i innych osób zaangażowanych w projektowanie i działanie programu badania biegłości	Agnieszka Skibińska Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy ul. Lubicz 25A 31-503 Kraków Tel.: 12 61 77 575; fax.: 12 61 77 577; e-mail: skibinska@inig.pl Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy, Zespół Laboratoriów Badawczych Pionu Technologii Nafty posiada wdrożony system zarządzania wg normy PN-EN ISO/IEC 17025:2005 potwierdzony Certyfikatem Akredytacji nr AB 009 wydanym przez Polskie Centrum Akredytacji.
Działania, które będą podzlecane oraz nazwy i adresy podwykonawców włączonych w realizację programu badania biegłości	Nie dotyczy
Kryteria uczestnictwa, które należy spełnić	Do uczestnictwa w badaniach biegłości uprawnione są akredytowane i nieakredytowane laboratoria oraz laboratoria przygotowujące się do akredytacji będące członkami Klubu Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB oraz laboratoria niezrzeszone w Klubie.
Liczba i rodzaj oczekiwanych uczestników programu badania biegłości	Okolo 10 uczestników, Laboratoria badawcze Grupy LOTOS i ORLEN, Instytuty oraz inne laboratoria zajmujące się tematyką smarów oraz producenci smarów.
Wybór wielkości mierzonej (-ych) lub właściwości objętych badaniem biegłości, łącznie z informacją co uczestnicy mają zidentyfikować, mierzyć lub badać	Objekt badany: <u>Smar plastyczny:</u> penetracja po ugniataniu, temperatura kroplenia, właściwości przeciwrzdzewne, odporność na utlenianie, stabilność mechaniczna, lepkość strukturalna, odporność na wymywanie wodą metodą dynamiczną, skłonność do wydzielania oleju ze smaru w warunkach statycznych, ciśnienie przepływu, moment obrotowy.
Opis zakresu wartości lub właściwości, lub obydwu, spodziewanych dla obiektów badania biegłości	Wyniki w granicach dopuszczalnych procedurami badawczymi
Potencjalne główne źródła błędów występujących w odniesieniu do badania biegłości	Nie dotyczy
Wymagania dotyczące wytwarzania, nadzorowania jakości, magazynowania i dystrybucji obiektów badania biegłości	Materiał badawczy pozyskany zostanie bezpośrednio od producenta lub wytworzony przez koordynatora badań. W zależności od wielkości opakowań oraz sposobu pozyskania smaru, sposób postępowania z próbkami będzie następujący: ✓ próbki zostaną przepakowane do opakowań z PE, pojemności około 0,9 kg i przekazane do uczestników badań ✓ próbki po wytworzeniu zostaną włożone do opakowań z PE o pojemności ok.0.9 kg i przekazane do uczestników badań. Próbki przeznaczone dla uczestników zostaną wysłane firmą kurierską.

<p>Racjonalne środki zapobiegawcze w celu zapobieżenia znowie pomiędzy uczestnikami lub fałszowaniu wyników oraz procedury, które będą uruchomione jeżeli mieć będzie miejsce podejrzenie znowie lub fałszowania wyników.</p>	<p>Uczestnicy zostaną poinformowani o możliwości wykluczenia z oceny w programie, jeśli nastąpi podejrzenie znowie lub fałszowania wyników. Na „Formularzu Zgłoszeniowym”: zostanie umieszczony zapis deklarujący: Zobowiązanie Uczestnika do wykonania badań i przekazania wyników bez porozumiewania się z uczestnikami i fałszowania wyników.</p>																																																
<p>Opis informacji, którą należy dostarczyć uczestnikom oraz harmonogram realizacji kolejnych etapów programu</p>	<p>Uczestnikom zostanie dostarczony program badań zawierający informacje o:</p> <ul style="list-style-type: none"> ✓ metodach badań objętych programem, ✓ konieczności traktowania obiektów badania bieglności w taki sam sposób, jak większość rutynowo badanych próbek, ✓ podawaniu niepewności pomiaru każdego parametru w przypadku, gdy jest ona wyznaczona dla danej metody, ✓ ostatecznej dacie otrzymania przez koordynatora wyników badań, ✓ sposobie określenia wartości przypisanej i niepewności wartości przypisanej oraz odchylenia standardowego dostosowanego do celu badań, ✓ szczegółowych danych koordynatora (w razie potrzeby zapytań). <p>Harmonogram realizacji etapów programu:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Rozesłanie do potencjalnych uczestników programu badań formularza zgłoszeniowego oraz formularza wyników: 18.05.2014 2. Zebranie od uczestników formularzy zgłoszeniowych: 30.05.2014 3. Pozyskanie materiału badawczego: 11.06.2014 4. Rozesłanie próbek do uczestników: 20.06.2014 5. Otrzymanie od uczestników formularzy z wynikami: 31.08.2014 6. Opracowanie sprawozdania z badań bieglności: 26.09.2014 7. Weryfikacja sprawozdania przez weryfikatora: 10.10.2014 8. Rozesłanie do uczestników sprawozdań z wynikami badań bieglności: 30.10.2014 																																																
<p>Częstość lub daty dystrybucji obiektów badań bieglności do uczestników, ostateczne terminy przekazania wyników przez uczestników i, jeżeli zasadne, daty, kiedy uczestnicy powinni wykonać badania lub pomiary</p>	<p>Data rozesłania próbek: 20.06.2014 Data przesłania wyników badań do koordynatora: 31.08.2014 Data zakończenia sesji i rozesłania wyników: 30.10.2014</p>																																																
<p>Wszelkie informacje dotyczące metod lub procedur, potrzebne uczestnikom do przygotowania materiału do badań i przeprowadzenia badań lub pomiarów</p>	<p>Próbki należy przechowywać w warunkach typowych dla laboratorium. Przed pobraniem próbki, zawartość opakowania należy wymieszać. Warunki badania muszą być zgodne z procedurą badawczą.</p> <table border="1" data-bbox="564 1279 1501 1704"> <thead> <tr> <th>Lp.</th> <th>Właściwość</th> <th>Jednostka</th> <th>Metoda badania</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1.</td> <td>Penetracja w temperaturze 25°C po ugniataniu</td> <td>mm/10</td> <td>PN-ISO 2137:2011</td> </tr> <tr> <td>2.</td> <td>Penetracja w temperaturze 25°C po przedłużonym ugniataniu 100000x</td> <td>mm/10</td> <td>PN-ISO 2137:2011</td> </tr> <tr> <td>3.</td> <td>Temperatura kroplenia</td> <td>°C</td> <td>PN-ISO 2176:2011</td> </tr> <tr> <td>4.</td> <td>Właściwości przeciwrzdzewne</td> <td>-</td> <td>PN-ISO 11007:2010</td> </tr> <tr> <td>5.</td> <td>Wydzielanie oleju ze smaru w temperaturze 100°C w czasie 24 godzin</td> <td>% (m/m)</td> <td>PN-V-04047:2002</td> </tr> <tr> <td>6.</td> <td>Odporność na utlenianie – spadek ciśnienia tlenu po 100 h badania w temperaturze 100°C</td> <td>MPa</td> <td>PN-C-04143:1956</td> </tr> <tr> <td>7.</td> <td>Stabilność mechaniczna – wzrost mikropenetracji w temperaturze 25°C, po 4 h wałkowania smaru w temperaturze 60°C</td> <td>%</td> <td>PN-C-04144:1962</td> </tr> <tr> <td>8.</td> <td>Odporność smaru na wymywanie wodą</td> <td>% (m/m)</td> <td>PN-ISO 11009:2011</td> </tr> <tr> <td>9.</td> <td>Lepkość strukturalna</td> <td>Pa·s</td> <td>PN-C-04146:1963</td> </tr> <tr> <td>10.</td> <td>Ciśnienie przepływu smaru w temperaturze -35°C</td> <td>mbar</td> <td>DIN 51805:1974</td> </tr> <tr> <td>11.</td> <td>Moment obrotowy</td> <td>N·m</td> <td>ASTM D 1478-11</td> </tr> </tbody> </table>	Lp.	Właściwość	Jednostka	Metoda badania	1.	Penetracja w temperaturze 25°C po ugniataniu	mm/10	PN-ISO 2137:2011	2.	Penetracja w temperaturze 25°C po przedłużonym ugniataniu 100000x	mm/10	PN-ISO 2137:2011	3.	Temperatura kroplenia	°C	PN-ISO 2176:2011	4.	Właściwości przeciwrzdzewne	-	PN-ISO 11007:2010	5.	Wydzielanie oleju ze smaru w temperaturze 100°C w czasie 24 godzin	% (m/m)	PN-V-04047:2002	6.	Odporność na utlenianie – spadek ciśnienia tlenu po 100 h badania w temperaturze 100°C	MPa	PN-C-04143:1956	7.	Stabilność mechaniczna – wzrost mikropenetracji w temperaturze 25°C, po 4 h wałkowania smaru w temperaturze 60°C	%	PN-C-04144:1962	8.	Odporność smaru na wymywanie wodą	% (m/m)	PN-ISO 11009:2011	9.	Lepkość strukturalna	Pa·s	PN-C-04146:1963	10.	Ciśnienie przepływu smaru w temperaturze -35°C	mbar	DIN 51805:1974	11.	Moment obrotowy	N·m	ASTM D 1478-11
Lp.	Właściwość	Jednostka	Metoda badania																																														
1.	Penetracja w temperaturze 25°C po ugniataniu	mm/10	PN-ISO 2137:2011																																														
2.	Penetracja w temperaturze 25°C po przedłużonym ugniataniu 100000x	mm/10	PN-ISO 2137:2011																																														
3.	Temperatura kroplenia	°C	PN-ISO 2176:2011																																														
4.	Właściwości przeciwrzdzewne	-	PN-ISO 11007:2010																																														
5.	Wydzielanie oleju ze smaru w temperaturze 100°C w czasie 24 godzin	% (m/m)	PN-V-04047:2002																																														
6.	Odporność na utlenianie – spadek ciśnienia tlenu po 100 h badania w temperaturze 100°C	MPa	PN-C-04143:1956																																														
7.	Stabilność mechaniczna – wzrost mikropenetracji w temperaturze 25°C, po 4 h wałkowania smaru w temperaturze 60°C	%	PN-C-04144:1962																																														
8.	Odporność smaru na wymywanie wodą	% (m/m)	PN-ISO 11009:2011																																														
9.	Lepkość strukturalna	Pa·s	PN-C-04146:1963																																														
10.	Ciśnienie przepływu smaru w temperaturze -35°C	mbar	DIN 51805:1974																																														
11.	Moment obrotowy	N·m	ASTM D 1478-11																																														
<p>Procedury dotyczące metod badań lub pomiarów, które będą wykorzystane do badania jednorodności i stabilności obiektów badania bieglności oraz, jeżeli ma zastosowanie, określenie ich żywotności biologicznej</p>	<p>Celem potwierdzenia jednorodności i stabilności smaru zostanie wykonane badanie temperatury kroplenia. W przypadku, gdy materiał badawczy zostanie pozyskany bezpośrednio od producenta badanie temperatury kroplenia zostanie wykonane dla 3 próbek: - pobranych z góry, ze środka i z dołu opakowania – dla smaru w 1 dużym opakowaniu, - z pierwszego, środkowego i ostatniego opakowania – dla smaru w wielu mniejszych opakowaniach. Otrzymane wyniki mieszczące się w powtarzalności metody będą potwierdzeniem jednorodności i stabilności smaru. W przypadku, gdy materiał badawczy zostanie wytworzony przez koordynatora badań smar przed pakowaniem zostanie wymieszany i poddany homogenizacji w tarczowym młynie koloidalnym Fryma przy szczelinie 0,2 mm. Następnie, po zapakowaniu smaru do poszczególnych opakowań, dla próbek pobranych z pierwszego, środkowego i ostatniego opakowania, zostanie oznaczona temperatura kroplenia. Otrzymane wyniki mieszczące się w powtarzalności metody będą potwierdzeniem jednorodności i stabilności smaru.</p>																																																

Przygotowanie jednolitych form sprawozdań, które będą stosować uczestnicy	Sprawozdanie przekazane uczestnikom zostanie opracowane zgodnie z załącznikiem nr 3 do procedury KPLB Nr 1 PT/ILC wyd. 6 z dnia 06.12.2013. dostępnej na stronie: www.pollab.pl
Dokładny opis analizy statystycznej, która będzie stosowana	Obliczenia statystyczne obejmować będą wyznaczenie wartości przypisanej, niepewności wartości przypisanej, odchylenia standardowego oraz wyznaczenia wskaźnika „z” Wyznaczenie powyższych wielkości przeprowadzone zostanie zgodnie z wymaganiami zawartymi w normach PN-EN ISO/IEC 17043:2011 oraz ISO 13528:2005 Zastosowana zostanie również technika minimalizacji wpływu wyników skrajnych (algorytm A norma ISO 13528:2005) Niepewność wartości przypisanej zostanie wyznaczona wg normy ISO 13528:2005 pkt. 5.6.2 Do oceny wyników zostanie zastosowane odchylenie standardowe odtwarzalności S_R charakteryzujące precyzję metod znormalizowanych lub odchylenie standardowe z wyników nadesłanych przez uczestników. W przypadku mniejszej liczby uczestników nie będzie zastosowana technika statystyczna minimalizująca wpływ wyników skrajnych. Wyniki zostaną sprawdzone testem Dixona, w celu sprawdzenia i eliminacji wyników odstających, które nie będą brane do dalszej obróbki. Wyniki zostaną poddane obróbce statystycznej jeżeli będzie co najmniej 5 wyników w zakresie badawczym danej metodyki. W przypadku mniejszej ilości – ocena wyników będzie miała charakter poglądowy. W przypadku gdy wyników będzie mniej niż 3 zostaną podane tylko dane z wynikami otrzymane od uczestników.
Źródło, spójność pomiarowa i niepewność pomiaru każdej wartości przypisanej	Wartości przypisane oraz niepewności wartości przypisanej dla parametrów (objętych programem) zostaną wyznaczone z wyników uczestników z uwzględnieniem techniki minimalizującej wpływ wyników skrajnych z zastosowaniem odpornej metody statystycznej Algorytmu A wg normy ISO 13528:2005 (Załącznik C) oraz pkt. 5.6.2.
Kryteria oceny rezultatów działania uczestników	Wyniki badań uzyskane przez uczestników poddane zostaną ocenie stosując kryteria wg wskaźnika <i>z-score</i> : Kryteria oceny będą następujące: $ z \leq 2$ – <i>wynik zadawalający</i> $2 < z < 3$ – <i>wynik wątpliwy</i> $ z \geq 3$ – <i>wynik niezadawalający</i>
Opis danych, raportów pośrednich lub informacji, które należy przekazać zwrotnie uczestnikom	Nie dotyczy
Określenie zakresu w jakim zostaną opublikowane wyniki uczestników i wnioski wynikające z programu badania biegłości	Wyniki zostaną opublikowane w formie sprawozdania z badań biegłości tylko dla uczestników biorących udział w programie.
Działania, które należy podjąć w wypadku zaginięcia lub uszkodzenia obiektów badania biegłości	Zostanie przygotowana odpowiednia ilość obiektu do badań biegłości, tak aby była możliwość przekazania dodatkowej próby, w przypadku zagubienia lub uszkodzonego w trakcie dystrybucji.

Koordynator

Agnieszka Skibińska (08.04.2014 r.)

nie wymaga podpisu

Weryfikator

Marek Domański (16.04.2014 r.)

*nie wymaga podpisu*Przewodniczący/Członek Kolegium Sekcji/
Sekcji PETROL - GAZ

Ewa Rostek (18.04.2014 r.)

nie wymaga podpisu

Prezes Klubu POLLAB

Krystyna Krzyško, (28.04.2014.)

nie wymaga podpisu