



PLAN BADANIA BIEGŁOŚCI / PORÓWNANIA MIĘDZYLABORATORYJNEGO

NR 21/2014

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	Iwona Rycaj Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy ul. Lubicz 25A, 31-503 Kraków Tel.: 12 61 77 585; fax.: 12 61 77 577; e-mail: rycaj@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 6 uczestników, Laboratoria badawcze Grupy LOTOS i ORLEN, Instytuty oraz inne laboratoria zajmujące się tematyką olejów hartowniczych
Wybór wielkości mierzonej (-ych) lub właściwości objętych badaniem biegłości, łącznie z informacją co uczestnicy mają identyfikować, mierzyć lub badać	Objekt badany: <u>olej hartowniczy:</u> lepkość kinematyczna w temperaturze 100°C, lepkość kinematyczna w temperaturze 40°C, wskaźnik lepkości, temperatura płynięcia, temperatura zapłonu metodą otwartego tygla Clevelanda, temperatura zapłonu metodą zamkniętego tygla Penskiego-Martensa, właściwości termokinetyczne: – temperatura kąpieli – temperatura maksymalnej szybkości chłodzenia – maksymalna szybkość chłodzenia.
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 zostanie skomponowany przez koordynatora badań. Następnie zostanie rozlany do pojemników jednorazowego użytku, odpowiednich do magazynowania i transportu olejów hartowniczych. Próbkę przeznaczoną dla uczestników zostaną wysłane firmą kurierską.
Racjonalne środki zapobiegawcze w celu zapobieżenia zмовie pomiędzy uczestnikami lub fałszowaniu wyników oraz procedury, które będą uruchomione jeżeli mieć będzie miejsce podejrzenie zмовy lub fałszowania wyników.	Uczestnicy zostaną poinformowani o możliwości wykluczenia z oceny w programie, jeśli nastąpi podejrzenie zмовy 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>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"> ✓ konieczność traktowania obiektów badania biegleści w taki sam sposób, jak większość rutynowo badanych próbek, ✓ podawanie niepewność pomiaru każdego parametru w przypadku, gdy jest ona wyznaczona dla danej metody, ✓ ostateczną datę otrzymania przez koordynatora wyników badań, ✓ sposób określenia wartości przypisanej i niepewności wartości przypisanej oraz odchylenia standardowego dostosowanego do celu badań ✓ informacje o 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: 31.07.2014. 2. Przygotowanie materiału badawczego: 04.08.2014. 3. Zebranie uwag do programu badań biegleści: 08.08.2014. 4. Zebranie od uczestników formularzy zgłoszeniowych: 22.08.2014. 5. Sprawdzenie stabilności i jednorodności oleju hartowniczego: 11.09.2014. 6. Rozesłanie próbek do uczestników: 12.09.2014. 7. Otrzymanie od uczestników formularzy z wynikami: 31.10.2014. 8. Sprawdzenie stabilności oleju hartowniczego: po 31.10.2014. 9. Opracowanie sprawozdania z badań biegleści: 26.11.2014. 10. Weryfikacja sprawozdania przez weryfikatora: 10.12.2014. 11. Rozesłanie do uczestników sprawozdań z wynikami badań biegleści: 31.12.2014.
<p>Częstość lub daty dystrybucji obiektów badań biegleści do uczestników, ostateczne terminy przekazania wyników przez uczestników i, jeżeli zasadne, daty, kiedy uczestnicy powinni wykonać badania lub pomiary</p>	<p>Data rozesłania próbek: 12.09.2014. Data przesłania wyników badań do koordynatora: 31.10.2014. Data zakończenia sesji i rozesłania wyników: 31.12.2014.</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 dokładnie wymieszać. Warunki badania muszą być zgodne z procedurą badawczą.</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Lepkość kinematyczna w temperaturze 100°C wg PN-EN ISO 3104:2004 2. Lepkość kinematyczna w temperaturze 40°C wg PN-EN ISO 3104:2004 3. Wskaźnik lepkości wg PN-ISO 2909:2009 4. Temperatura płynięcia wg PN-ISO 3016:2005 5. Temperatura zapłonu metodą otwartego tygla Clevelanda wg PN-EN ISO 2592:2008 6. Temperatura zapłonu metodą zamkniętego tygla Penskiego-Martensa wg PN-EN ISO 2719:2007 7. Właściwości termokinetyczne (temperatura kąpieli, temperatura maksymalnej szybkości chłodzenia, maksymalna szybkość chłodzenia) wg ISO 9950:1995
<p>Procedury dotyczące metod badań lub pomiarów, które będą wykorzystane do badania jednorodności i stabilności obiektów badania biegleści oraz, jeżeli ma zastosowanie, określenie ich żywotności biologicznej</p>	<p>W celu potwierdzenia stabilności oleju hartowniczego, po skomponowaniu (około 6 tygodni przed wysyłką do uczestników badań biegleści), zostanie wykonane oznaczenie lepkości kinematycznej w temperaturze 100°C według PN-EN ISO 3104:2004. Następnie, przed podziałem (przygotowaniem oleju hartowniczego do dystrybucji) ponownie zostanie oznaczona lepkość kinematyczna w temperaturze 100°C według PN-EN ISO 3104:2004. Otrzymane wyniki mieszczące się w powtarzalności metody będą potwierdzeniem stabilności oleju hartowniczego. Próbka pozostała po badaniach zostanie zachowana jako archiwalna w celu zakończenia oceny stabilności.</p> <p>W celu potwierdzenia jednorodności oleju hartowniczego, po przygotowaniu go do dystrybucji, dla próbek pobranych z pierwszego, środkowego i ostatniego opakowania zostanie oznaczona lepkość kinematyczna w temperaturze 100°C według PN-EN ISO 3104:2004. Otrzymane wyniki mieszczące się w powtarzalności metody będą potwierdzeniem jednorodności oleju hartowniczego.</p> <p>Po otrzymaniu wyników badań przesłanych przez uczestników, w terminie do dwóch tygodni, zostanie wykonany z próbki archiwalnej pomiar lepkości kinematyczna w temperaturze 100°C według PN-EN ISO 3104:2004. Otrzymane wyniki mieszczące się w powtarzalności metody będą potwierdzeniem stabilności oleju hartowniczego.</p>
<p>Przygotowanie jednolitych form sprawozdań, które będą stosować uczestnicy</p>	<p>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</p>

Dokładny opis analizy statystycznej, która będzie stosowana	<p>Obliczenia statystyczne obejmować będą wyznaczenie wartości przypisanej, niepewności wartości przypisanej, odchylenia standardowego oraz wyznaczenia wskaźnika „z”</p> <p>Wyznaczenie powyższych wielkości przeprowadzone zostanie zgodnie z wymaganiami zawartymi w normach PN-EN ISO/IEC 17043:2011 oraz ISO 13528:2005</p> <p>Zastosowana zostanie również technika minimalizacji wpływu wyników skrajnych (algorytm A norma ISO 13528:2005)</p> <p>Niepewność wartości przypisanej zostanie wyznaczona wg normy ISO 13528:2005 pkt. 5.6.2</p> <p>Do oceny wyników zostanie zastosowane odchylenie standardowe odtwarzalności S_R charakteryzujące precyzję metod znormalizowanych lub odchylenie standardowe z wyników nadesłanych przez uczestników.</p> <p>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.</p> <p>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.</p>
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	<p>Wyniki badań uzyskane przez uczestników poddane zostaną ocenie stosując kryteria wg wskaźnika <i>z-score</i>:</p> <p>Kryteria oceny będą następujące:</p> <p>$z \leq 2$ – <i>wynik zadawalający</i></p> <p>$2 < z < 3$ – <i>wynik wątpliwy</i></p> <p>$z \geq 3$ – <i>wynik niezadawalający</i></p>
Opis danych, raportów pośrednich lub informacji, które należy przekazać zwrótnie 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

Iwona Rycaj (23.05.2014 r.)

nie wymaga podpisu

Weryfikator

Piotr Janocha (05 .06.2014 r.)

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

Ewa Rostek (13.06.2014 r.)

nie wymaga podpisu

Prezes Klubu POLLAB

Krystyna Krzyško, (27.06.2014r.)

nie wymaga podpisu