



**PLAN**  
**BADANIA BIEGŁOŚCI / PORÓWNIANIA**  
**MIEDZYLABORATORYJNEGO** *(niepotrzebne skreślić)*

NR 13/2017

**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.*

L.P.	1. Nazwa i adres organizatora badania biegłości	Klub Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB ul. Kłobucka 23A; 02-699 Warszawa
1	Imię i nazwisko, organizacja koordynatora i innych osób zaangażowanych w projektowanie i działanie programu badania biegłości	Koordynatorzy Tadeusz Bałuch POLWAX S.A. Miłosz Lubkowski POLWAX S.A.  Weryfikator Mariusz Sakowicz, OLPP Małaszewicze
2	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	Przewiduje się około 5 laboratoriów, w szczególności funkcjonujących w następujących instytucjach: - Orlen Laboratorium - Lotos Lab - Instytut Technologii Eksploatacji – PIB - Instytut Nafty i Gazu – PIB - Instytut Techniczny Wojsk Lotniczych - Ecol Sp. z o.o.
	Wybór wielkości mierzonej (-ych)/ nazwa obiektu lub właściwości objętych badaniem biegłości, łącznie z informacją co uczestnicy mają identyfikować, mierzyć lub badać	Skład frakcyjny - PN-EN ISO 3405:2012 Gęstość w temperaturze 15°C - PN-EN ISO 12185:2002 Gęstość w temperaturze 15°C - PN EN ISO 3675:2004 Lepkość kinematyczna w temperaturze 20°C - PN-EN ISO 3104:2004 Temperatura zapłonu - PN-EN ISO 2719:2016-08 Temperatura mętnienia - PN ISO 3015:1997 Temperatura płynięcia - PN ISO 3016:2005 Zawartość wody - PN-EN ISO 12937:2005 Zawartość zanieczyszczeń - PN-EN 12662:2014-05 Pozostałości po koksowaniu z 10%(v/v) - PN-EN ISO 10370:2014-12 Pozostałość po spopieleniu - PN-EN ISO 6245:2008 Zawartość siarki - PN-EN ISO 8754:2007 Zawartość siarki - PN-EN ISO 14596:2009 Wartość opalowa - PN-C-04062:1986 Stabilność oksydacyjna - PN-EN ISO 12205:2011 Smarność, skorygowana śr. śladów zużycia - PN-EN ISO 12156-1:2016-04 Korodujące działanie na miedź (Cu/3h/50°C) - PN-EN ISO 2160:2004 SR19 - PN-C-04426:2013 SY124 - PN-C-04426:2013 Temperatura zablokowania zimnego filtra - PN-EN 116:2015-09

	Opis zakresu wartości lub właściwości, lub obydwu, spodziewanych dla obiektów badania biegiłości	<i>Zakres wartości zbliżony do LOO dopuszczonego do obrotu handlowego. Przewiduje się umieszczenie dodatkowych analiz, jeśli będzie odpowiednia ilość wyników pozwalająca na obróbkę statystyczną</i>
	Potencjalne główne źródła błędów występujących w odniesieniu do badania biegiłości	<i>Nie zidentyfikowano</i>
	Wymagania dotyczące wytwarzania, nadzorowania jakości, magazynowania i dystrybucji obiektów badania biegiłości	<i>Material badawczy zostanie wytworzony poprzez pobranie LOO do nowej czystej beczki 200 L i poddany ujednorodnieniu poprzez przetoczenie. Następnie zostanie rozlany do pojemników jednorazowego użytku, odpowiednich do magazynowania i transportu paliw płynnych, o objętości ok. 5 L. Z przygotowanej partii obiektu badania zostanie wybranych losowo odpowiednia ilość próbek do oceny jednorodności i stabilności przygotowanego materiału.</i>
	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.	<i>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.</i>
	Opis informacji, którą należy dostarczyć uczestnikom oraz harmonogram realizacji kolejnych etapów programu	<i>Uczestnikom zostaną przekazane informacje: - sposób postępowania z obiektem badań (analogiczny jak podczas wykonywania badań rutynowych), - uczestnicy podają niepewność pomiaru (wraz ze współczynnikiem rozszerzenia) każdego parametru w przypadku, gdy jest ona wyznaczona dla danej metody, - ostateczna datę przekazania koordynatorowi wyników badań uzyskanych w laboratorium, - uczestnicy ponoszą koszty związane z dostarczeniem próbki do badań Harmonogram realizacji etapów programu: - opublikowanie informacji o badaniach biegiłości, - zebranie od uczestników formularzy zgłoszeniowych do 28 lipca 2017, - przygotowanie materiału badawczego, - rozesłanie próbek do uczestników do 15 sierpnia 2017 r., - otrzymanie od uczestników formularzy z wynikami badań do 31 sierpnia 2017 r., - opracowanie sprawozdania z badań biegiłości wraz z oceną rezultatów działania do końca września 2017 r., - weryfikacja sprawozdania przez weryfikatora wyznaczonego z Sekcji PETROL-GAZ Klub POLLAB, - - Rozesłanie do uczestników sprawozdań z badań biegiłości do 15 października 2017 r..</i>
	Częstość lub daty dystrybucji obiektów badań biegiłości do uczestników, ostateczne terminy przekazania wyników przez uczestników i, jeżeli zasadne, daty, kiedy uczestnicy powinni wykonać badania lub pomiary	<i>Data dystrybucji próbek LOO: do 15 08 2017 Data przesłania wyników badań do koordynatora: do 31 08 2017 Data zakończenia programu i rozesłanie wyników: do 15 10 2017</i>
	Wszelkie informacje dotyczące metod lub procedur, potrzebne uczestnikom do przygotowania materiału do badań i przeprowadzenia badań lub pomiarów	<i>Dostarczony obiekt badań należy traktować rutynowo, zgodnie z wymaganiami poszczególnych norm badawczych, nie jest wymagane specjalne przygotowanie materiału do badań, poza typowym wymieszaniem próbki przed otwarciem opakowania z dostarczoną próbką. W przypadku kiedy Laboratorium będzie brało udział w badaniu zawartości zanieczyszczeń i zawartości wody to od tych analiz należy rozpocząć oznaczenia.</i>

	Procedury dotyczące metod badań lub pomiarów, które jeżeli ma to zastosowanie, będą wykorzystane do badania jednorodności i stabilności obiektów badania bieglności oraz określenie ich żywotności biologicznej	<i>Ocena jednorodności i stabilności obiektu badań zostanie sprawdzona wg normy ISO 13528:2015 (załącznik B)</i>
	Przygotowanie jednolitych form sprawozdań, które będą stosować uczestnicy	<i>Sprawozdanie przekazane uczestnikom zostanie opracowane zgodnie z Procedurą KPB Nr 1 wydanie 7 z dnia 15.05.2017r. z załącznikami nr 1-4 „Badania bieglności/porównania międzylaboratoryjne” dostępnej na stronie: <a href="http://www.pollab.pl">www.pollab.pl</a></i>
	Dokładny opis analizy statystycznej, która będzie stosowana	<p><i>Wyznaczenie wartości przypisanej, niepewności wartości przypisanej, odchylenia standardowego oraz ocenę rezultatów działania uzyskanych przez uczestników zostanie przeprowadzona zgodnie z wymaganiami zawartymi w normach PN-EN ISO/IEC 17043:2011 oraz ISO 13528:2015.</i></p> <p><i>Wartości przypisane oraz odchylenia standardowe każdorazowo dla wszystkich parametrów zostaną wyznaczone z wyników uczestników z uwzględnieniem techniki minimalizującej wpływ wyników skrajnych z zastosowaniem odpornej metody statystycznej Algorytmu A wg normy ISO 13528:2015 (Załącznik C).</i></p> <p><i>Zostanie wyliczona niepewność wartości przypisanej <math>u_x</math> (dla badań, gdzie liczba uczestników będzie większa niż 8) wg normy ISO 13528:2015, pkt. 5.6.2, w celu ewentualnego uwzględnienia tego parametru w ocenie rezultatów działania uczestników. W tym celu zostanie sprawdzone spełnienie granicznego warunku dla wartości <math>u_x</math> wg normy ISO 13528:2015, pkt. 4.2.</i></p> <p><i>Do oceny wyników badań zostanie zastosowane odchylenie standardowe odtwarzalności SR charakteryzujące precyzję metod znormalizowanych lub odchylenie standardowe z wyników nadesłanych przez uczestników <math>s^*</math>.</i></p> <p><i>Wyniki badań uzyskane przez uczestników będą analizowane pod względem uzyskanych wyników zadowolających, wątpliwych i niezadowolających. Do oceny rezultatów działania uczestników zostanie zastosowana opcjonalnie statystyka osiągnięć wg normy PN-EN ISO/IEC 17043:2011 (załącznik B pkt. B.3.1) np. wskaźnik z-score lub wskaźnik z'-score.</i></p> <p><i>W przypadku mniejszej liczby uczestników nie będzie zastosowana technika statystyczna minimalizująca wpływ wyników skrajnych i wyniki zostaną sprawdzone testem Dixona, w celu eliminacji wyników skrajnych, które nie będą brane do dalszych obliczeń.</i></p> <p><i>W przypadku mniejszej ilości uczestników - ocena wyników będzie miała charakter poglądowy.</i></p> <p><i>- Każdorazowo wybrana statystyka osiągnięć będzie dostosowywana do utrzymania wiarygodności programu badań (np. w zależności od populacji uczestników).</i></p>

	Źródło, spójność pomiarowa i niepewność pomiaru wartości przypisanej	<p>Należy wskazać w jaki sposób ustalono wartość przypisaną i udokumentować potwierdzenie spójności pomiarowej oraz zasady wyznaczenia niepewności pomiaru wartości przypisanej.</p> <p>Istnieje wiele procedur służących do ustalania wartości przypisanej. W załączniku B do normy [1] przedstawiono najbardziej rozpowszechnione procedury uszeregowane tak, że w większości wypadków ich kolejność odpowiada wzrostowi niepewności wartości przypisanej. Procedury te wymagają stosowania:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- znanych wartości – wynikających z określonego sposobu przygotowania obiektu badań (np. produkcja lub rozcieńczenie);</li> <li>- certyfikowanych wartości odniesienia – wyznaczonych metodami definitywnymi (dla badań ilościowych);</li> <li>- wartości odniesienia – wyznaczonych drogą analizy, pomiaru lub porównania obiektu badania biegiłości z materiałem odniesienia lub wzorcem, mającym odniesienie do wzorca krajowego lub międzynarodowego;</li> <li>- wartości uzgodnionych na podstawie wyników eksperckich uczestników – zaleca się, aby eksperci (którymi mogą być, w niektórych sytuacjach, laboratoria referencyjne) posiadali dające się udokumentować kompetencje do wyznaczania badanej wielkości mierzonej(-ych) i stosowały zwalidowane metody o znanej, wysokiej dokładności, porównywalne z metodami ogólnie stosowanymi;</li> <li>- wartości uzgodnionych na podstawie wyników uczestników – przy wykorzystaniu metod statystycznych opisanych w ISO 13528 oraz w IUPAC International Harmonized Protocol z uwzględnieniem wpływów danych odstających.</li> </ul>
	Kryteria oceny rezultatów działania uczestników	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 13528:2015 (Załącznik C) oraz pkt. 5.6.2..
	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 biegiłości	Wyniki zostaną opublikowane w formie sprawozdania z badań biegiłości tylko dla Uczestników biorących udział w programie.
	Działania, które należy podjąć w wypadku zaginięcia lub uszkodzenia obiektów badania biegiłości	Zostanie przygotowana odpowiednia ilość obiektu do badań biegiłości, aby była możliwość przekazania dodatkowej próby, w przypadku zagubienia lub uszkodzonego w trakcie dystrybucji.

Koordynator

Tadeusz Bałuch  
 Miłosz Lubkowski  
 16.06.2017r.  
 nie wymaga podpisu

Weryfikator

Mariusz Sakowicz 16.06.2017r.  
 nie wymaga podpisu

Przewodniczący/Członek Kolegium Sekcji  
PETROL-GAZ

Ewa Rostek  
 nie wymaga podpisu

Prezes/Członek Zarządu Klubu POLLAB

Andrzej Brzyski, 11.07.2017  
 nie wymaga podpisu