

**PROGRAM BADAŃ BIEGŁOŚCI
ORGANIZOWANYCH PRZEZ SEKCJĘ POLLAB – PETROL
KLUBU POLSKICH LABORATORIÓW BADAWCZYCH POLLAB
W OPARCIU O PN-EN ISO/IEC 17043:2010
ORAZ PROCEDURĘ KPLB NR 1 WYD. 4 Z 19.06.2009**

1. OKREŚLENIE RODZAJU BADAŃ BIEGŁOŚCI

Badania biegłości dotyczące metod stosowanych do oceny jakości paliw lotniczych organizowane są zgodnie z założeniami Programu badań międzylaboratoryjnych (pkt 4.4 normy PN EN ISO 17043:2010).

Program obejmuje badanie parametrów fizykochemicznych losowo wybranej próbki materiału badawczego, którą stanowi paliwo lotnicze o kodzie NATO F-44. Paliwo lotnicze F-44 jest to paliwo typu nafta o podwyższonej temperaturze zapłonu do turbinowych silników lotniczych samolotów i śmigłowców stacjonujących na jednostkach pływających Marynarki Wojennej.

Program przewiduje dostarczenie próbki wspomnianego wyżej materiału do uczestników Badań Biegłości, którzy zadeklarują chęć uczestniczenia w programie. Po zakończeniu badań uczestnicy prześlą wyniki do koordynatora badań, którym jest Ośrodek Badawczy Służby Materiałów Pędnych i Smarów – Rejonowe Laboratorium MPS w Bydgoszczy.

2. PLAN PROGRAMU

2.1 Nazwa i adres organizatora programu Badań Biegłości

*Klub Polskich Laboratoriów Badawczych
Sekcja POLLAB - PETROL
ul. Kłobucka 23A
02 - 699 Warszawa*

2.2 Nazwa i adres koordynatora i osób zaangażowanych w funkcjonowanie programu

*Ośrodek Badawczy Służby MPS
Rejonowe Laboratorium MPS
ul. Gdańska 147
85-915 Bydgoszcz*

Osoba odpowiedzialna za funkcjonowanie programu:

*Stanisław BIGALKE
tel. 52 378 33 38
fax 52 378 43 36
e-mail: obsmps.lab.byd@mw.mil.pl*

2.3 CHARAKTER I CEL PROGRAMU

Badania biegłości dotyczące metod badawczych stosowanych do oceny jakości paliw lotniczych skierowane są głównie do laboratoriów zrzeszonych w Sekcji POLLAB-PETROL, które w zakresie analitycznym posiadają wdrożone metody badawcze oceny jakości tego produktu. Celem programu jest zewnętrzna kontrola jakości wykonywanych badań.

2.4 KRYTERIA JAKIE POWINNY SPEŁNIAĆ LABORATORIA UCZESTNICZĄCE

W badaniach biegłości dotyczących metod badawczych stosowanych do oceny jakości paliw lotniczych mogą uczestniczyć laboratoria będące członkami Sekcji, zarówno laboratoria akredytowane jak i pozostałe. Dopuszcza się również udział laboratoriów niezrzeszonych w Klubie Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB.

2.5 WYBÓR OBIEKTU BADAŃ

Obiektem badań będzie paliwo lotnicze F-44 pochodząca z zasobów Ośrodka Badawczego Służby MPS.

2.6 OPIS SPOSOBU UZYSKANIA, PRZYGOTOWANIA, SPRAWDZENIA I TRANSPORTOWANIA OBIEKTÓW BADAŃ

Materiał badawczy przechowywany w jednym opakowaniu przez okres ponad 1 roku zostanie przed konfekcjonowaniem starannie wymieszany i zhomogenizowany. Skomponowana jednorodna próbka, zostanie następnie rozlana do opakowań finalnych, którymi będą fabrycznie nowe, wewnętrznie epoksydowane pojemniki stalowe o pojemności 1 galona am. ($3,78 \text{ dm}^3$) zgodne z wymaganiami normy obronnej PN-V-79000:1997 i ASTM D 4306. Jednorodność próbek zostanie potwierdzona poprzez zbadanie ich gęstości z 3 losowo wybranych pojemników.

W związku z trudnościami rozesłania próbek łatwopalnego paliwa poprzez firmy kurierskie próbki zostaną rozdysponowane uczestnikom badań podczas Zebrania Sekcji POLLAB PETROL Klubu POLLAB planowanego w dniach 23-24 kwietnia br.

Opróżnione pojemniki po wykorzystaniu, jednak nie później niż 20.05.2012 r. uczestnicy zobowiązują się zwrócić na własny koszt organizatorowi badań.

Ilość pojemników w próbce zależała będzie od ilości uczestników niniejszego Badania Biegłości, nie będzie jednak większa niż 2.

2.7 OPIS INFORMACJI PRZEKAZYWANYCH UCZESTNIKOM BADAŃ BIEGŁOŚCI I HARMONOGRAM POSZCZEGÓLNYCH ETAPÓW REALIZACJI PROGRAMU

Uczestnikom zostaną przekazane następujące dokumenty:

1. Program badań.
2. Formularz zgłoszeniowy.
3. Sprawozdanie z badań z nadanym kodem uczestnika.

Etapy programu:

- a) Przekazanie informacji o badaniach do przewodniczącego sekcji POLLAB-PETROL (wg Załącznika nr 1 do Procedury KPLB nr 1).
- b) Rozesłanie do potencjalnych uczestników programu badań, formularza zgłoszeniowego oraz formularza wyników.
- c) Zebranie ewentualnych uwag do programu badań.
- d) W przypadku wprowadzeniu zmian do programu, przekazanie ostatecznej wersji programu potencjalnym uczestnikom.
- e) Zebranie od uczestników formularzy zgłoszeniowych.
- f) Przygotowanie materiału badawczego.
- g) Rozesłanie próbek.
- h) Zebranie wypełnionych formularzy z wynikami od uczestników badań.
- i) Opracowanie sprawozdania z Badań Biegłości wraz z oceną osiągnięć.
- j) Weryfikacja sprawozdania przez weryfikatora wyznaczonego z Sekcji POLLAB - PETROL.
- k) Rozesłanie do uczestników sprawozdań z wynikami Badań Biegłości.

Ramy czasowe etapów badań:

Zebranie uwag do programu badań biegłości	do 20.04.2012 r.
Zebranie formularzy zgłoszeniowych	do 30.04.2012 r.
Przekazanie próbek uczestnikom	do 11.05.2012 r.
Przesłanie wyników badań do koordynatora	do 31.05.2012 r.
Zakończenie badań i rozesłania wyników	do 22.06.2012 r.

Uwaga: Próbki zostaną przekazane uczestnikom podczas forum dyskusyjnego Sekcji w dniach 23-24.04.2012 r. Istnieje możliwość odbioru materiału do badań w siedzibie organizatora (adres w pkt 2.2) w nieprzekraczalnym terminie 11.05.2012 r.

2.8 INFORMACJE O METODACH BADAŃ OBJĘTYCH PROGRAMEM

Tabela 1

Lp	Właściwość	Jedn. miary	Metoda badań
1	Barwa	-	ASTM D 156
2	Liczba kwasowa	mg KOH/g	ASTM D 3242
3	Zawartość węglowodorów aromatycznych	% (V/V)	PN-EN 15553 ASTM D 1319 ISO 3837
4	Zawartość siarki ogólnej	% (m/m)	PN-EN ISO 20846 PN-EN ISO 8754 ASTM D 2622 ASTM D 5453 ASTM D 4294

5	Gęstość w 15°C		kg/m ³	PN-EN ISO 3675 PN-EN ISO 12185 ASTM D 1298 ASTM D 4052
6	Temperatura zapłonu		°C	ASTM D 93 ASTM D 56 PN-EN ISO 2719
7	Skład frakcyjny	początek destylacji	°C	ASTM D 86 PN-EN ISO 3405
		temperatura oddestylowania 10% (V/V)	°C	
		temperatura oddestylowania 20% (V/V)	°C	
		temperatura oddestylowania 50% (V/V)	°C	
		temperatura oddestylowania 90% (V/V)	°C	
		temperatura końca destylacji	°C	
		pozostałość	% (V/V)	
		straty	% (V/V)	
8	Temperatura krystalizacji		°C	PN-C-04026 ISO 3013 ASTM D 2386 ASTM D 5901 ASTM D 5972
9	Lepkość kinematyczna w -20°C		mm ² /s	PN-EN ISO 3104 ASTM D 445
10	Działanie korodujące na miedź (2h w 100°C)		stopień korozji	PN-EN ISO 2160 ASTM D 130
11	Stabilność termiczna (metoda JFIOT)	-spadek ciśnienia na filtrze	kPa	ISO 6249 ASTM D 3241 NO-91-A258-1 p.2.4
		-osady na rurze	-	
		-osady nietypowe	-	
		-osady nienaturalne	-	
12	Zawartość żywic obecnych		mg/100c m ³	PN-EN 6246 ASTM D 381
13	Wskaźnik wydzielania wody (MSEP)		-	PN-V-04017 ASTM D 3948
14	Wysokość niekopącego płomienia		mm	PN-C-04121 ISO 3014 ASTM D 1322
15	Oddziaływanie z wodą, ocena powierzchni międzyfazowej		stopień	PN-C-04057 ISO 6250 ASTM D 1094

Format wyników powinien być zgodny z wymaganiami norm na metodę badań.

Laboratoria mogą uczestniczyć w Badaniach Biegłości dotyczących określenia tylko wybranych właściwości. Informację o tym fakcie należy umieścić w formularzu zgłoszeniowym.

2.9 OPIS METOD STATYSTYCZNYCH STOSOWANYCH DO OCENY OSIĄGNIĘĆ LABORATORIÓW UCZESTNICZĄCYCH W PROGRAMIE

- 1) Jako estymator wyznaczający wielkość wartości przypisanej (należnej) – użyta zostanie średnia arytmetyczna ($\bar{x}$) obliczona z wyników podanych przez uczestników Badania Biegłości.
Wyniki podane przez uczestników zostaną wstępnie zweryfikowane na obecność błędów grubych przy pomocy testu Grubbsa.
- 2) W zakres obliczeń statystycznych wchodzi obliczenie wartości: x , z (wskaźnik z -score). Wskaźnik z -score wyznaczany jest z wykorzystaniem odchylenia standardowego odtwarzalności metody.
Wyniki zostaną poddane obróbce statystycznej jeżeli będzie co najmniej 5 wyników w zakresie badawczym danej metodyki.
- 3) W przypadku gdy wyników będzie mniej niż 5 podane zostaną tylko otrzymane od uczestników dane.

2.10 PODSTAWY METOD STOSOWANYCH DO OCENY

Ocena wykonania badania polega na obliczeniu dla każdego wyniku parametru z (wskaźnik z -score).

Kryteria oceny są następujące:

$|z| \leq 2$ – **wynik zadawalający**

$2 < |z| < 3$ – **wynik wątpliwy**

$|z| \geq 3$ – **wynik niezadawalający**

2.11 INFORMACJE O WNIOSKACH I WYNIKACH BADAŃ BIEGŁOŚCI

Wyniki zostaną opracowane w formie sprawozdania, które będzie zawierało:

- nazwę i adres organizacji prowadzącej lub koordynującej program;
- nazwiska osób biorących udział w programie i przeprowadzeniu programu;
- datę wydania sprawozdania;
- nr sprawozdania i wyraźną identyfikację programu;
- opis obiektu badania (przygotowanie, potwierdzenie jednorodności);
- nr kodowe uczestniczących laboratoriów i zbiorcze zestawienie wyników badań wraz z oceną wyników;
- dane statystyczne;
- komentarz koordynatora.

3. INFORMACJE DODATKOWE

- za realizację programu oraz dokumentację odpowiedzialny jest koordynator,
- uczestnicy postępują z obiektami badań tak samo jak przy wykonywaniu badań rutynowych;
- uczestnicy podają niepewność pomiaru każdego parametru w przypadku, gdy jest ona wyznaczona dla danej metody;
- analiza i odesłanie wyników powinno nastąpić tak szybko jak to jest możliwe;
- wyniki należy umieścić w dostarczonym formularzu i odesłać na e-mail koordynatora obsmps.lab.byd@mw.mil.pl lub fax 52 378 4336
- przyjmowane wyniki, przed przekazaniem ich do obróbki statystycznej, będą podlegały sprawdzeniu pod względem prawidłowości zapisów;
- wszystkie dokumenty związane z Badaniami Biegłości, będą przechowywane przez koordynatora badań przez okres trzech miesięcy - licząc od daty zakończenia badań;
- uczestnicy mają możliwość odwołania się do koordynatora w okresie trzech miesięcy, licząc od daty zakończenia badań, jeżeli uznają, że ocena ich osiągnięć w badaniu biegłości była błędna;
- wszystkie dane związane z uczestnikami i wynikami Badań Biegłości są traktowane jako niejawne;
- badania dojdą do skutku w przypadku zgłoszenia przynajmniej 3 uczestników;
- badania odbywają się na koszt uczestników badań;
- uczestnicy badań przekażą informację o sprzęcie użytym do wykonania pomiarów;
- uczestnicy programu mają prawo wnoszenia do koordynatora uwag co do treści programu, przed rozpoczęciem programu. Po ich uwzględnieniu koordynator poinformuje wszystkich uczestników o wprowadzonych zmianach.

miejsowość, data:.....

FORMULARZ ZGŁOSZENIOWY UDZIAŁU W BADANIACH BIEGŁOŚCI

Nazwa Instytucji:

.....

Adres:

.....

Dane osoby odpowiedzialnej za kontakt z koordynatorem:

imię i nazwisko:

telefon:

e-mail:

Sekcja POLLAB - PETROL zaprasza do wzięcia udziału w Badaniach Biegłości dotyczących metod badawczych stosowanych do oceny jakości paliwa lotniczego F-44. Paliwo lotnicze F-44 jest to paliwo typu nafta o podwyższonej temperaturze zapłonu do turbinowych silników lotniczych samolotów i śmigłowców stacjonujących na jednostkach pływających Marynarki Wojennej.

Badania zorganizowane zostaną w oparciu o przekazany uczestnikom program Badań Biegłości.

W przypadku chęci udziału w ww. Badaniach Biegłości niniejszy formularz zgłoszeniowy, z potwierdzeniem akceptacji poniższych warunków, należy przesłać do koordynatora badań faxem na nr 52 378 4336 lub pocztą elektroniczną (zeskanowany) na adres: obsmps.lab.byd@mw.mil.pl

WARUNKI UCZESTNICTWA W BADANIACH BIEGŁOŚCI SESJA POLLAB 2/2012 PALIWO LOTNICZE

1. AKCEPTUJEMY W CAŁOŚCI TREŚĆ PROGRAMU BADAŃ BIEGŁOŚCI.
2. ZOBOWIĄZUJĘ SIĘ DO NATYCHMIASTOWEGO ODESŁANIA PUSTYCH POJEMNIKÓW PO PRÓBCE NA ADRES KOORDYNATORA BADAŃ NA WŁASNY KOSZT. POJEMNIKI ZOSTANĄ ODESŁANE DO DNIA 20.05.2012 r.
3. NASZE LABORATORIUM WYKONA BADANIA WYSZCZEGÓLNIONE W TABELI 1 PROGRAMU BADAŃ BIEGŁOŚCI W PUNKTACH:

.....
4. ZOBOWIĄZUJEMY SIĘ DO WYKONANIA BADAŃ I PRZESŁANIA WYNIKÓW W WYZNACZONYM W PROGRAMIE TERMINIE.
5. OŚWIADCZAMY, ŻE SPOŚRÓD BADAŃ DEKLAROWANYCH DO WYKONANIA AKREDYTOWANE SĄ NASTĘPUJĄCE (WG PUNKTÓW TABELI):

.....
6. OŚWIADCZAMY, ŻE W WW. METODOTDACH ZOSTAŁA ZACHOWANA SPÓJNOŚĆ POMIAROWA / NIE ZOSTAŁA ZACHOWANA SPÓJNOŚĆ POMIAROWA. *

<i>PIECZĄTKA LABORATORIUM</i>	<i>PODPIS OSOBY UPOWAŻNIONEJ</i>
-------------------------------	----------------------------------

* niepotrzebne skreślić