



**PLAN  
BADANIA BIEGŁOŚCI / PORÓWNIANIA  
MIĘDZYLABORATORYJNEGO**

NR 10/2015

**prorowadzonych przez Klub POLLAB - Sekcję**

**PETROL - GAZ**

Nazwa i adres organizatora badania biegłości	<b>Klub Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB ul. Kłobucka 23A; 02-699 Warszawa</b>
Imię i nazwisko, organizacja koordynatora i innych osób zaangażowanych w projektowanie i działanie programu badania biegłości	Dorota Macha, Laboratorium Paliw Płynnych OLPP sp. z o. o. wykształcenie: wyższe chemiczne, stanowisko: Kierownik Laboratorium Jacek Sobczyk, Laboratorium Paliw Płynnych OLPP sp. z o. o. wykształcenie: wyższe chemiczne, stanowisko: samodzielny chemik Krzysztof Juryga, Laboratorium Paliw Płynnych OLPP sp. z o. o. wykształcenie: wyższe chemiczne, stanowisko: samodzielny chemik
Działania, które będą podzlecane oraz nazwy i adresy podwykonawców włączonych w realizację programu badania biegłości	Nie dotyczy.
Kryteria uczestnictwa, które należy spełnić	Członkostwo w Klubie POLLAB. Dopuszcza się również udział instytucji niezrzeszonych w Klubie POLLAB.
Liczba i rodzaj oczekiwanych uczestników programu badania biegłości	Laboratoria badające paliwa płynne. Liczba około 20.
Wybór wielkości mierzonej (-ych) lub właściwości objętych badaniem biegłości, łącznie z informacją co uczestnicy mają identyfikować, mierzyć lub badać	<b>Objekt badany – Estrы metylowe kwasów tłuszczowych</b> Zawartość FAME, Gęstość w temperaturze 15 °C, Lepkość w temperaturze 40 °C, Temperatura zapłonu, Liczba Cetanowa, Badanie działania korodującego na miedzi, Stabilność oksydacyjna, Liczba kwasowa, Liczba jodowa, Zawartość estru metylowego kwasu linolenowego, Zawartość estrów metylowych wielonasyconych kwasów tłuszczowych ( $\geq 4$ wiązania podwójne), Zawartość alkoholu metylowego, Zawartość monoacylogliceroli, Zawartość diacylogliceroli, Zawartość triacylogliceroli, Zawartość wolnego glicerolu, Zawartość ogólnego glicerolu, Zawartość wody, Całkowita zawartość zanieczyszczeń, Zawartość popiołu siarczanowego, Zawartość siarki, Zawartość metali grupy I (Na+K), Zawartość metali grupy II (Ca+Mg), Zawartość fosforu, Oznaczanie skłonności do blokowania zimnego filtra po wychłodzeniu, Temperatura zablokowania zimnego filtra, Temperatura mętnienia.
Opis zakresu wartości lub właściwości, lub obydwu, spodziewanych dla obiektów badania biegłości	Zakres wartości dla estrów metylowych kwasów tłuszczowych dopuszczonych do obrotu handlowego.
Potencjalne główne źródła błędów występujących w odniesieniu do badania biegłości	Błędy wynikające ze specyfiki badanej próbki.

Wymagania dotyczące wytwarzania, nadzorowania jakości, magazynowania i dystrybucji obiektów badania bieglności	Materiał badawczy zostanie poddany homogenizacji w zbiorniku. Następnie zostanie rozlany do kanistrów metalowych jednorazowego użytku, odpowiednich do magazynowania i transportu biokomponentu, o objętości 5l. Z przygotowanej partii obiektu badania zostanie wybranych losowo odpowiednia ilość próbek do oceny jednorodności i stabilności przygotowanego materiału. Próbkę przeznaczoną dla uczestników zostaną przekazane firmie kurierskiej.
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.
Opis informacji, którą należy dostarczyć uczestnikom oraz harmonogram realizacji kolejnych etapów programu	<p>Informacje dla uczestników:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- uczestnicy powinni postępować z obiektem badań tak samo jak przy wykonywaniu badań rutynowych,</li> <li>- uczestnicy podają niepewność pomiaru (wraz z współczynnikiem rozszerzenia) każdego parametru w przypadku, gdy jest ona wyznaczona dla danej metody,</li> <li>- ostateczną datę otrzymania przez koordynatora wyników badania,</li> <li>- informacje o szczegółowych danych koordynatora,</li> <li>- sposób określenia wartości przypisanej i niepewności wartości przypisanej oraz odchylenia standardowego dostosowanego do celu badań</li> </ul> <p>Harmonogram realizacji etapów programu:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Rozesłanie do potencjalnych uczestników programu badań, formularza zgłoszeniowego oraz formularza wyników</li> <li>- Zebranie od uczestników formularzy zgłoszeniowych</li> <li>- Przygotowanie materiału badawczego</li> <li>- Sprawdzenie jednorodności próbek oraz sprawdzenie stabilności próbek w ustalonym odstępie czasowym (uwarunkowanym terminem trwania etapu programu związanego z nadesłaniem wyników przez uczestników)</li> <li>- Rozesłanie próbek do uczestników</li> <li>- Otrzymanie od uczestników formularzy z wynikami</li> <li>- Opracowanie sprawozdania z badań bieglności wraz z oceną rezultatów działania</li> <li>- Weryfikacja sprawozdania przez weryfikatora wyznaczonego z Sekcji PETROL-GAZ Klubu POLLAB</li> <li>- Rozesłanie do uczestników sprawozdań z wynikami badań bieglności</li> </ul>
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>Data dystrybucji próbek do 14-05-2015</p> <p>Data przesłania wyników badań do koordynatora do 28-05-2015</p> <p>Data zakończenia i rozesłania wyników do 30-06-2015</p>
Wszelkie informacje dotyczące metod lub procedur, potrzebne uczestnikom do przygotowania materiału do badań i przeprowadzenia badań lub pomiarów	Nie dotyczy.
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	Ocena jednorodności i stabilności obiektu badań zostanie sprawdzona wg normy ISO 13538:2005 (załącznik B)

Przygotowanie jednolitych form sprawozdań, które będą stosować uczestnicy	Sprawozdanie będzie zawierać: <ul style="list-style-type: none"> <li>- nazwę i dane kontaktowe koordynatora</li> <li>- nazwisko (nazwiska), funkcja (funkcje) i podpis (podpisy)</li> <li>- datę wydania i status sprawozdania</li> <li>- liczbę stron i wyraźną identyfikację końca sprawozdania</li> <li>- oświadczenie dotyczące stopnia poufności wyników</li> <li>- numer sprawozdania i jednoznaczną identyfikację programu badania biegłości</li> <li>- opis obiektu badania biegłości, łącznie z informacjami dotyczącymi przygotowywania obiektów badania biegłości oraz oceny jednorodności i stabilności</li> <li>- wyniki uczestników</li> <li>- dane statystyczne, łącznie z wartościami przypisanymi, niepewnością wartości przypisanej z zakresem akceptowalnych wyników oraz prezentacją graficzną</li> <li>- sposób określenia wartości przypisanej i niepewności wartości przypisanej oraz odchylenia standardowego dostosowanego do celu badań biegłości</li> <li>- określenie wartości przypisanej i zestawienia statystyczne dla metod badań stosowanych przez każdą grupę uczestników (jeżeli różne grupy uczestników używały różnych metod, w przypadku liczby uczestników powyżej 8)</li> <li>- podsumowanie koordynatora badania biegłości dotyczący rezultatów działania uczestników</li> <li>- wskazówki dotyczące interpretacji analizy statystycznej</li> </ul>
Dokładny opis analizy statystycznej, która będzie stosowana	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 13528:2005. 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 13528:2005 (Załącznik C). Zostanie wyliczona niepewność wartości przypisanej $u_x$ wg normy ISO 13528:2005, 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 $u_x$ wg normy ISO 13528:2005, pkt. 4.2. Do oceny wyników badań zostanie zastosowane odchylenie standardowe odtwarzalności $S_R$ charakteryzujące precyzję metod znormalizowanych lub odchylenie standardowe z wyników nadesłanych przez uczestników $s'$ . 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. W przypadku mniejszej liczby uczestników (poniżej lub równej 8) 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 lub ocena wyników będzie miał charakter poglądowy. Każdorazowo wybrana statystyka osiągnięć będzie dostosowywana do utrzymania wiarygodności programu badań (np. w zależności od populacji 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	Otrzymane wyniki badań przez uczestników poddane zostaną ocenie stosując kryteria wg wskaźnika z: Kryteria oceny będą następujące: $ z  \leq 2$ – <i>wynik zadowolający</i> ; $2 <  z  < 3$ – <i>wynik wątpliwy</i> ; $ z  \geq 3$ – <i>wynik niezadowolający</i> .
Opis danych, raportów pośrednich lub informacji, które należy przekazać zwrotnie uczestnikom	Uczestnicy otrzymają sprawozdanie z badań biegłości Sesji POLLAB PETROL - GAZ .../2015 – FAME.
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, aby była możliwość przekazania dodatkowej próby, w przypadku zagubienia lub uszkodzonego w trakcie dystrybucji.

Koordynator

Dorota Macha 09.04.2015r.

*(imię, nazwisko, data)*

*nie wymaga podpisu*

---

Weryfikator

Iwona Surawska 10.04.2015r.

*(imię, nazwisko, data)*

*nie wymaga podpisu*

---

Przewodniczący/Członek Kolegium Sekcji/  
Sekcji PETROL - GAZ

Ewa Rostek 10.04.2015r.

*(imię, nazwisko, data)*

*nie wymaga podpisu*

---

Prezes Klubu POLLAB

Krystyna Krzyśko, 15.04.2015r.

*(imię, nazwisko, data)*

*nie wymaga podpisu*