



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

NR 3/2015

**prorowadzonych przez Klub POLLAB - Sekcję**

**PETROL\_GAZ**  
*(wpisać właściwą)*

*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	<b>Klub Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB</b> <b>ul. Kłobucka 23A; 02-699 Warszawa</b>
Imię i nazwisko, organizacja koordynatora i innych osób zaangażowanych w projektowanie i działanie programu badania biegłości	Tadeusz Bałuch LOTOS Lab Sp z o.o. Z-ca Kierownika laboratorium, koordynator badań biegłości ON. Miłosz Łubkowski LOTOS Lab Sp z o.o. Specjalista, koordynator badań biegłości ON
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	ORLEN Laboratorium Sp. o.o. AB 484 OLPP AB 387 LOTOS Lab. Sp. o.o. AB 474., AB391 inne Instytucje – ogólnie około 20 uczestników
Wybór wielkości mierzonej (-ych) lub właściwości objętych badaniem biegłości, łącznie z informacją co uczestnicy mają identyfikować, mierzyć lub badać	Zawartość estrów metylowych kwasów tłuszczowych % V/V PN EN 14078 Gęstość w 15°C kg/m <sup>3</sup> PN EN ISO 3675 Gęstość w 15°C kg/m <sup>3</sup> PN EN ISO 12185 Zawartość wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych WWA % m/m PN EN 12916 Lepkość kinematyczna w 40°C mm <sup>2</sup> /s PN EN ISO 3104 Temperatura zapłonu MP °C PN EN 2719 Zawartość siarki mg/kg PN EN ISO 20884 Zawartość siarki mg/kg PN EN ISO 20846 Pozostałość po koksowaniu % m/m PN EN ISO 10370 Pozostałość po spoieleniu % m/m PN EN ISO 6245 Liczba cetanowa - PN EN ISO 5165 Indeks cetanowy - PN EN ISO 4264 Zawartość wody metodą Karla Fischera mg/kg PN EN ISO 12937 Zawartość zanieczyszczeń stałych mg/kg PN EN 12662 Badanie działania korodującego na miedzi 3h temp. 50°C klasa PN EN ISO 2160 Odporność na utlenianie g/m <sup>3</sup> PN EN ISO 12205 /Ap1 Odporność na utlenianie h PN- EN 15751 Smarność, skorygowana średnica śladów zużycia (WS 1,4) w temperaturze 60 °C micro m PN EN ISO 12156-1 Skład frakcyjny PN EN ISO 3405 Temperatura zablokowania zimnego filtra CFPP °C PN EN 116 Temperatura mętnienia °C PN ISO 3015 Wartość opałowa PN-C-04062
Opis zakresu wartości lub właściwości, lub obydwu, spodziewanych dla obiektów badania biegłości	Zakres wartości zbliżony do ON dopuszczonego do obrotu handlowego. Przewiduje się umieszczenie dodatkowych analiz, jeśli będzie odpowiednia ilość wyników pozwalająca na obróbkę statystyczną
Potencjalne główne źródła błędów występujących w odniesieniu do badania biegłości	Nie dotyczy

Wymagania dotyczące wytwarzania, nadzorowania jakości, magazynowania i dystrybucji obiektów badania biegiłości	Materiał badawczy zostanie pobrany z dystrybutora na stacji do nowej czystej beczki 200l i poddany ujednorodnieniu poprzez przetoczenie. Następnie zostanie rozlany do pojemników metalowych objętości ok. 5l. Z przygotowanej partii obiektu badania zostanie wybranych losowo odpowiednia ilość próbek do oceny jednorodności i stabilności przygotowanego materiału.  Próbki przeznaczone 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	Uczestnikom zostaną przekazane informacje: - uczestnicy powinni postępować z obiektem badań tak samo jak przy wykonywaniu badań rutynowych, - uczestnicy podają niepewność pomiaru (wraz z współczynnikiem rozszerzenia) każdego parametru w przypadku, gdy jest ona wyznaczona dla danej metody, - ostateczną datę otrzymania przez koordynatora wyników badania, - informacje o szczegółowych danych koordynatora, - sposób określenia wartości przypisanej i niepewności wartości przypisanej oraz odchylenia standardowego dostosowanego do celu badań. Harmonogram realizacji etapów programu: - Rozesłanie do potencjalnych uczestników programu badań, formularza zgłoszeniowego oraz formularza wyników - Zebranie od uczestników formularzy zgłoszeniowych - Przygotowanie materiału badawczego - Sprawdzenie jednorodności próbek oraz sprawdzenie stabilności próbek w ustalonym odstępie czasowym (uwarunkowanym terminem trwania etapu programu związanego z nadesłaniem wyników przez uczestników) - Rozesłanie próbek do uczestników - Otrzymanie od uczestników formularzy z wynikami - Opracowanie sprawozdania z badań biegiłości wraz z oceną rezultatów działania - Weryfikacja sprawozdania przez weryfikatora wyznaczonego z Sekcji PETROL-GAZ Klubu POLLAB - - Rozesłanie do uczestników sprawozdań z wynikami badań biegiłości						
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	<table data-bbox="587 1173 1225 1254"> <tr> <td><i>Data dystrybucji próbek oleju napędowego</i></td> <td><i>do 23.02.2015</i></td> </tr> <tr> <td><i>Data przesłania wyników badań do koordynatora</i></td> <td><i>do 9.03.2015</i></td> </tr> <tr> <td><i>Data zakończenia programu i rozesłania wyników</i></td> <td><i>do 30.04.2015</i></td> </tr> </table>	<i>Data dystrybucji próbek oleju napędowego</i>	<i>do 23.02.2015</i>	<i>Data przesłania wyników badań do koordynatora</i>	<i>do 9.03.2015</i>	<i>Data zakończenia programu i rozesłania wyników</i>	<i>do 30.04.2015</i>
<i>Data dystrybucji próbek oleju napędowego</i>	<i>do 23.02.2015</i>						
<i>Data przesłania wyników badań do koordynatora</i>	<i>do 9.03.2015</i>						
<i>Data zakończenia programu i rozesłania wyników</i>	<i>do 30.04.2015</i>						
Wszelkie informacje dotyczące metod lub procedur, potrzebne uczestnikom do przygotowania materiału do badań i przeprowadzenia badań lub pomiarów	- <i>Nie dotyczy</i>						
Procedury dotyczące metod badań lub pomiarów, które będą wykorzystane do badania jednorodności i stabilności obiektów badania biegiłości oraz, jeżeli ma zastosowanie, określenie ich żywotności biologicznej	<i>Ocena jednorodności i stabilności obiektu badań zostanie sprawdzona wg normy ISO 13538:2005 (załącznik B)</i>						

Przygotowanie jednolitych form sprawozdań, które będą stosować uczestnicy	<p>Sprawozdanie będzie zawierać:</p> <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	<p>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).</p> <p>Zostanie wyliczona niepewność wartości przypisanej <math>u_x</math> (dla badań, gdzie liczba uczestników będzie większa niż 8) 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 <math>u_x</math> wg normy ISO 13528:2005, pkt. 4.2.</p> <p>Do oceny wyników badań zostanie zastosowane odchylenie standardowe odtwarzalności <math>S_R</math> charakteryzujące precyzję metod znormalizowanych lub odchylenie standardowe z wyników nadesłanych przez uczestników <math>s^*</math>.</p> <p>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.</p> <p>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.</p> <p>W przypadku mniejszej ilości uczestników - ocena wyników będzie miała charakter poglądowy. Każdorazowo wybrana statystyka osiągnięć będzie dostosowywana do utrzymania wiarygodności programu badań (np. w zależności od populacji uczestników).</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 biegłości 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	<p>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.</p>
Opis danych, raportów pośrednich lub informacji, które należy przekazać zwrotnie uczestnikom	<p>Uczestnicy otrzymają sprawozdanie z badań biegłości Sekcja PETROL-GAZ nr...../2015 - Olej Napędowy</p>
Określenie zakresu w jakim zostaną opublikowane wyniki uczestników i wnioski wynikające z programu badania biegłości	<p>Wyniki zostaną opublikowane w formie sprawozdania z badań biegłości tylko dla Uczestników biorących udział w programie.</p>

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

Tadeusz Bałuch 21.01.2015r.

*nie wymaga podpisu*

Weryfikator

Katarzyna Józefowicz 21.01.2015r.

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

Ewa Rostek

*nie wymaga podpisu*Prezes/~~Członek~~ Zarządu Klubu POLLAB

Krystyna Krzyśko, 04.02.15r.

*nie wymaga podpisu*