



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 <i>Tadeusz Bałuch POLWAX S.A.</i> <i>Miłosz Łubkowski POLWAX S.A.</i> Weryfikator <i>Mariusz Sakowicz, OLPP Małaszewicze</i> |
| 2 | Działania, które będą podzlecane oraz nazwy i adresy podwykonawców włączonych w realizację programu badania biegłości | <i>Nie dotyczy</i> |
| | Kryteria uczestnictwa, które należy spełnić | <i>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.</i> |
| | Liczba i rodzaj oczekiwanych uczestników programu badania biegłości | <i>Przewiduje się około 5 laboratoriów, w szczególności funkcjonujących w następujących instytucjach:</i> - <i>Orlen Laboratorium</i> - <i>Lotos Lab</i> - <i>Instytut Technologii Eksploatacji – PIB</i> - <i>Instytut Nafty i Gazu – PIB</i> - <i>Instytut Techniczny Wojsk Lotniczych</i> - <i>Ecol Sp. z o.o.</i> |
| | Wybór wielkości mierzonej (-ych)/ nazwa obiektu lub właściwości objętych badaniem biegłości, łącznie z informacją co uczestnicy mają zidentyfikować, mierzyć lub badać | <i>Skład frakcyjny - PN-EN ISO 3405:2012</i> <i>Gęstość w temperaturze 15°C - PN-EN ISO 12185:2002</i> <i>Gęstość w temperaturze 15°C - PN EN ISO 3675:2004</i> <i>Lepkość kinematyczna w temperaturze 20°C - PN-EN ISO 3104:2004</i> <i>Temperatura zapłonu - PN-EN ISO 2719:2016-08</i> <i>Temperatura mętnienia - PN ISO 3015:1997</i> <i>Temperatura płynięcia - PN ISO 3016:2005</i> <i>Zawartość wody - PN-EN ISO 12937:2005</i> <i>Zawartość zanieczyszczeń - PN-EN 12662:2014-05</i> <i>Pozostałości po koksowaniu z 10%(v/v) - PN-EN ISO 10370:2014-12</i> <i>Pozostałość po spopieleniu - PN-EN ISO 6245:2008</i> <i>Zawartość siarki - PN-EN ISO 8754:2007</i> <i>Zawartość siarki - PN-EN ISO 14596:2009</i> <i>Wartość opalowa - PN-C-04062:1986</i> <i>Stabilność oksydacyjna - PN-EN ISO 12205:2011</i> <i>Smarność, skorygowana śr. śladów zużycia - PN-EN ISO 12156-1:2016-04</i> <i>Korodujące działanie na miedź (Cu/3h/50°C) - PN-EN ISO 2160:2004</i> <i>SR19 - PN-C-04426:2013</i> <i>SY124 - PN-C-04426:2013</i> <i>Temperatura zablokowania zimnego filtra - PN-EN 116:2015-09</i> |

| | | |
|--|---|---|
| | 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, - ostateczną 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 biegłości oraz 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 | <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 biegłości/porównania międzylaboratoryjne” dostępnej na stronie: www.pollab.pl</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 u_x (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 u_x 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 s^*.</i></p> <p><i>Wyniki badań uzyskane przez uczestników będą analizowane pod względem uzyskanych wyników zadowalających, wątpliwych i niezadowalających. 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"> - znanych wartości – wynikających z określonego sposobu przygotowania obiektu badań (np. produkcja lub rozcieńczenie); - certyfikowanych wartości odniesienia – wyznaczonych metodami definitywnymi (dla badań ilościowych); - wartości odniesienia – wyznaczonych drogą analizy, pomiaru lub porównania obiektu badania biegiłości z materiałem odniesienia lub wzorcem, mającym odniesienie do wzorca krajowego lub międzynarodowego; - 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; - 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. |
| | 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
 ... (wpisać właściwą)

Ewa Rostek
 nie wymaga podpisu

Prezes/Członek Zarządu Klubu POLLAB

Andrzej Brzyski
 nie wymaga podpisu