

Elżbieta Trzaska, Iwona Rycaj
Instytut Nafty i Gazu, Kraków

Koordinacja i uczestnictwo w porównaniach międzylaboratoryjnych, w zakresie smarów plastycznych i asfaltów

Wprowadzenie

Zgodnie z wymaganiami normy PN-EN ISO/IEC 17025:2005 *Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących*, akredytowane laboratoria badawcze powinny posiadać procedury sterowania jakością, zapewniające stałe monitorowanie poprawności dostarczanych klientom wyników badań. Istotnym narzędziem służącym temu jest uczestnictwo w badaniach biegłości lub porównaniach międzylaboratoryjnych [3, 2, 5].

Badania biegłości lub porównania międzylaboratoryjne uznawane przez Polskie Centrum Akredytacji są planowane, organizowane i prowadzone przez Sekcję Klubu Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB. Klub ten zrzesza laboratoria badawcze i pomiarowe, jednostki certyfikujące wyroby oraz inne instytucje, zakłady produkcyjne i usługowe, które współdziałają w zakresie praktycznego wdrażania systemów zarządzania oraz postanowień norm.

Badania biegłości/porównania międzylaboratoryjne

Badania biegłości służące do oceny jakości pomiarów standardowych prowadzone są zgodnie z zasadami zawartymi w normie PN-EN ISO/IEC 17043:2010 *Ocena zgodności – Ogólne wymagania dotyczące badania* oraz zgodnie z procedurą KPLB Nr 1: *Porównania międzylaboratoryjne*. Uczestnictwo w badaniach biegłości traktowane jest jako jeden z podstawowych elementów potwierdzenia kompetencji technicznych akredytowanego laboratorium [2, 4].

Porównanie międzylaboratoryjne (ang. ILC – *Interlaboratory Comparison*) to zorganizowanie, wykonanie i ocena badań/wzorcowań tego samego lub podobnych obiektów przez co najmniej dwa laboratoria, przeprowadzone zgodnie z uprzednio określonymi warunkami. Porównania są organizowane na wszystkich poziomach badań, jednak zmieniają się ich cele, sposoby i uczestnicy. W porównaniach prowadzonych w celu certyfikacji wyniki wykorzystywane są do określenia wartości charakterystycznych materiałów odniesienia – tak, aby mogły one być stosowane do wzorcowania przyrządu lub do oceny

metody badawczej. W badaniach, które zostaną wykorzystane do przeprowadzenia walidacji metody określane są jej cechy – np. poprawność i precyzja [2, 4, 5].

Porównania międzylaboratoryjne mogą być wykorzystane do:

- określenia zdolności do wykonywania przez poszczególne laboratoria określonych badań lub pomiarów oraz dalszego monitorowania osiągnięć laboratorium,
- identyfikowania problemów w laboratoriach oraz inicjowania działań naprawczych, które mogą dotyczyć m.in. poziomu wykonania pracy przez poszczególnych członków personelu lub wzorcowania wyposażenia,
- ustalenia efektywności i porównywalności nowych metod badawczych,
- dostarczenia klientom laboratoriów dodatkowych informacji o wiarygodności uzyskiwanych wyników,
- identyfikowania przyczyn różnic wyników między laboratoriami,
- określania cech charakterystycznych metody,

- przypisania konkretnych wartości właściwościom materiałów odniesienia (RMs) oraz do oceny przydatności ich wykorzystania w określonych badaniach [1, 4].

Badanie biegłości (ang. PT – *Proficiency Testing*) to określenie za pomocą porównań międzylaboratoryjnych zdolności laboratorium badawczego lub jednostki inspekcyjnej do przeprowadzania badań/wzorcowań.

Uczestnictwo w programach badań biegłości umożliwia porównanie uzyskanych wyników z wynikami otrzymanymi w innych laboratoriach oraz zapewnia:

- regularną, obiektywną i niezależną ocenę jakości własnych analiz standardowych,
- ulepszanie techniki pracy na podstawie informacji uzyskanych z badań biegłości,
- porównanie cech metod i sprawności aparatury,
- ocenę jakości specyficznych metod badawczych w danej dziedzinie, kraju lub regionie [2, 4, 5].

Sposoby przeprowadzania badań biegłości różnią się w zależności od rodzaju materiału badawczego, wykorzystywanych metod i liczby laboratoriów biorących w nich udział. Większość programów badania biegłości polega na porównywaniu wyników otrzymanych w jednym laboratorium z wynikami uzyskanymi w innym laboratorium (lub w większej liczbie ośrodków badawczych). W niektórych programach, jedno z uczestniczących laboratoriów może pełnić rolę laboratorium sterującego, koordynującego lub laboratorium odniesienia [1, 4].

Postępując zgodnie z programem badań biegłości/porównań międzylaboratoryjnych, wszystkie laboratoria biorące udział w badaniach analizują tą samą próbkę, w tym samym czasie, stosując zazwyczaj te same metody badań. Wyniki badań, przekazane przez uczestników do ich koordynatora, poddawane są obróbce statystycznej [1, 2].

Laboratoria badawcze powinny stosować się do następujących warunków uczestnictwa w programach badań biegłości/porównaniach międzylaboratoryjnych:

- badania/pomiary/wzorcowania realizować w sposób identyczny z normalnie przyjętą praktyką postępowania

z próbkami i przyrządami pomiarowymi – od momentu dostarczenia próbki do laboratorium,

- uczestniczyć w programach badań biegłości/porównaniach międzylaboratoryjnych z częstotliwością odpowiednią do rodzaju i wielkości świadczonych usług badawczych lub wzorcowań,
- oznaczać wyniki w badanej próbce dla wszystkich cech objętych zakresem akredytacji albo wykonywać wszystkie wzorcowania, które są dostępne w konkretnym programie badań biegłości/porównań międzylaboratoryjnych,
- analizować wszystkie wyniki badań biegłości lub porównań międzylaboratoryjnych (analizie należy poddawać wszystkie wyniki wątpliwe i niezadawalające) oraz podejmować skuteczne działania zapobiegawcze i korygujące, przy czym analizy i działania te powinny być w pełni udokumentowane [1, 4, 5].

Wyniki uzyskane w badaniach biegłości/porównaniach międzylaboratoryjnych dostarczają informacji o kompetencji akredytowanych laboratoriów badawczych, potwierdzają wiarygodność badań oraz budują zaufanie potencjalnych klientów – stanowiąc równocześnie zachętę do podjęcia wysiłków w celu poprawy biegłości i poprawności stosowania konkretnych metod badawczych.

Laboratoria badawcze są zobowiązane do uczestnictwa w programach badań biegłości/porównań międzylaboratoryjnych, przy czym odpowiednie programy mogą być wskazane przez Polskie Centrum Akredytacji, bądź też mogą być wynikiem wyboru własnego przez laboratorium. Wybrane programy powinny w możliwie największym stopniu obejmować zakres akredytacji, a obiekty badań i mierzone cechy powinny być możliwie najbardziej zbliżone do tych, które laboratorium bada w swojej normalnej praktyce [2, 4].

We wszystkich cyklach akredytacji laboratorium powinno uczestniczyć w jednym programie dla każdej dziedziny badań/pomiarów objętych zakresem akredytacji. W przypadku gdy wynik uczestnictwa jest niezadawalający, udział w programie dotyczącym tej dziedziny badań/pomiarów powinien być powtórzony w tym samym cyklu.

Koordynowanie badań biegłości/porównań międzylaboratoryjnych

Na wniosek zainteresowanych członków Klubu POLLAB, Zarząd Sekcji lub Klubu akceptuje zgłoszoną propozycję tematyki badań biegłości lub porównań międzylaboratoryjnych, a także wybiera i akceptuje koordynatora programu oraz weryfikatora badań.

Koordynator jest osobą odpowiedzialną za wszystkie etapy związane z realizacją programu badań biegłości – w tym zorganizowanie i przeprowadzenie programu oraz

opracowanie sprawozdania – i odpowiada za spełnienie wymagań normy PN-EN ISO/IEC 17043:2010 oraz przewodnika ILAC-G13:2000 [1, 2, 4].

Weryfikator jest to osoba wskazana przez Zarząd Sekcji lub Klubu, która przed przekazaniem egzemplarza sprawozdania z badań biegłości do Sekretariatu Klubu POLLAB weryfikuje je pod względem formalnym i merytorycznym [2, 4].

Do zadań koordynatora badań biegłości należy:

- przygotowanie i opracowanie programu badań biegłości lub porównań międzylaboratoryjnych, w tym:
 - zaplanowanie badań, w określonym programie badań biegłości,
 - opracowanie harmonogramu badań,
 - opracowanie instrukcji prowadzenia badań, uwzględniającej specyfikę danego programu,
 - opracowanie formularza przekazywania wyników przez uczestników programu,
 - określenie sposobu porozumiewania się z uczestnikami programu,
- nadzór nad przygotowaniem i rozesłaniem próbek do badań oraz nad przebiegiem programu zgodnie z harmonogramem,
- skompletowanie wyników i ich opracowanie zgodnie z przyjętą metodą statystyczną,
- opracowanie sprawozdania z programu badań biegłości lub porównań międzylaboratoryjnych,
- przekazanie sprawozdania do weryfikacji oraz uzgodnienie z weryfikatorem ewentualnych poprawek lub uzupełnień,

- przekazanie sprawozdania z realizacji programu badań biegłości uczestnikom, którzy dostarczyli wyniki badań oraz Zarządowi Sekcji [1, 2, 4].

Opracowane przez koordynatora badań biegłości sprawozdanie z porównań międzylaboratoryjnych powinno zawierać:

- nazwę i adres organizatora,
- nazwiska i przynależność osób włączonych w projektowanie i realizację programu,
- datę wydania sprawozdania,
- numer sprawozdania i wyraźną identyfikację programu,
- cel porównań,
- dokładny opis badanych próbek, np. sposób pozyskania, przygotowania i określenia jednorodności,
- wyniki badań, wraz z numerami kodowymi uczestniczących laboratoriów,
- zdefiniowanie wartości przypisanej,
- analizę statystyczną wyników, wraz z ich interpretacją,
- graficzną prezentację wyników,
- kryteria oceny wyników,
- omówienie wyników uzyskanych w badaniach biegłości [2].

Sposób oceny wyników badań

Otrzymane od uczestników programu badania biegłości wyniki badań poddawane są obróbce statystycznej – zwykle przy wykorzystaniu arkusza kalkulacyjnego MS Excel.

Jako wartość przypisaną dla konkretnego badania przyjmuje się średnią arytmetyczną wszystkich wyników otrzymanych w danym badaniu, po weryfikacji testem Grubbsa wyników skrajnych i odrzuceniu wyników odstających.

Ocena wyniku badań polega na:

- obliczeniu dla każdego wyniku wskaźnika odchylenia *z-score*, który można traktować jako miarę odchylenia od wartości średniej, przy przyjęciu – jako jednostki – wartości odchylenia standardowego:

$$z = \frac{x - X}{s}$$

gdzie:

- x* – pojedynczy wynik badania, uzyskany przez uczestnika,
- X* – wartość przypisana (średnia arytmetyczna wszystkich otrzymanych wyników w danym badaniu),
- s* – odchylenie standardowe,

- określeniu, czy wynik badania (*x*) znajduje się w przedziale $X \pm 2s$ czy $X \pm 3s$.

Przyjęto następujące kryteria oceny uzyskanych wyników badań [4]:

- | | |
|---------------|-----------------------|
| $ z \leq 2$ | wynik zadowolający |
| $2 < z < 3$ | wynik wątpliwy |
| $ z \geq 3$ | wynik niezadowolający |

Wyniki badań biegłości

Sesja 5/2010 Smary plastyczne

Organizatorem Sesji *Smary plastyczne* była sekcja POLLAB-PETROL, a jej koordynatorem – przedstawiciel Instytutu Nafty i Gazu, dr inż. Anna Zajezińska.

Plan Sesji obejmował:

- przygotowanie programu badań oraz rozesłanie go wraz z formularzem uczestnictwa,

- pozyskanie i rozesłanie próbki do badań,
- zebranie od uczestników programu wyników badań,
- sporządzenie sprawozdań z porównań międzylaboratoryjnych i rozesłanie ich do uczestników.

Zgodnie z planem Sesji, program badań wraz z formularzem zgłoszeniowym rozesłano do potencjalnych uczestników badań. Zgłosiło się do nich 9 laboratoriów badawczych.

Tablica 1. Wykaz metod badań smaru plastycznego oraz liczba uczestników badań

Lp.	Właściwość	Metoda badania	Liczba uczestników
1.	Penetracja w temperaturze 25°C po ugniataniu	PN-C-04133:1988 ASTM D 217	9
2.	Temperatura kroplenia	PN-C-04139:1984 ASTM D 2265	7
3.	Wydzielanie oleju ze smaru w temperaturze 100°C przez 24 h	PN-V-04047:2002 ASTM D 6184	7
4.	Odporność na utlenianie – spadek ciśnienia tlenu po 100 h badania w temperaturze 100°C	PN-C-04143:1956 ASTM D 942	4
5.	Penetracja smaru nieugniatanego w temperaturze –20°C	PN-C-04133:1988 ASTM D 217	5
6.	Stabilność mechaniczna – wzrost mikropenetracji w temperaturze 25°C, po wałkowaniu w temperaturze 60°C przez 4 h	PN-C-04144:1962	7
7.	Odporność smaru na wymywanie wodą w temperaturze 38°C – metoda dynamiczna	PN-C-04099:1985 ASTM D 1264	5

Tablica 2. Zestawienie oceny wyników badań smaru plastycznego

Lp.	Właściwość	Liczba uczestników	Ocena wyników		
			zadowolający	wątpliwy	niezadowolający
1.	Penetracja w temperaturze 25°C po ugniataniu	9	8	1	-
2.	Temperatura kroplenia	7	7	-	-
3.	Wydzielanie oleju ze smaru w temperaturze 100°C przez 24 h	7	-	-	-
4.	Odporność na utlenianie – spadek ciśnienia tlenu po 100 h badania w temperaturze 100°C	4	4	-	-
5.	Penetracja smaru nieugniatanego w temperaturze –20°C	5	5	-	-
6.	Stabilność mechaniczna – wzrost mikropenetracji w temperaturze 25°C, po wałkowaniu w temperaturze 60°C przez 4 h	7	6	1	-
7.	Odporność smaru na wymywanie wodą w temperaturze 38°C – metoda dynamiczna	5	-	-	-

Nazwy laboratoriów zostały zakodowane, a każdy z uczestników badań otrzymał tylko kod swojego laboratorium.

W programie zaplanowano badanie siedmiu właściwości smaru plastycznego, według metod znormalizowanych. Każde laboratorium badawcze na dołączonym do programu formularzu zgłoszeniowym zadeklarowało zakres wykonywanych badań.

W tablicy 1 podano metody badań oraz liczbę uczestniczących w tych badaniach laboratoriów.

Obiektem badań był łożyskowy smar plastyczny, stosowany jako środek smarowy do łożysk tocznych, eksploatowanych w warunkach umiarkowanych obciążeń, temperatur i prędkości obrotowych. Został on pozyskany bezpośrednio od producenta i reprezentował produkt handlowy. Próbkę smaru została ujednorodniona przez wymieszanie, a na-

stępnie podzielona i rozesłana do uczestników badań. W tablicy 2 przedstawiono zestawienie oceny wyników tych badań.

W oparciu o przeprowadzoną ocenę otrzymanych wyników badań stwierdzono, że wyniki te w większości mieszczą się w grupie „zadowolających”, a jedynie dwa z nich oceniono jako „wątpliwe”:

- penetrację po ugniataniu w temperaturze 25°C,
- stabilność mechaniczną – wzrost mikropenetracji w temperaturze 25°C, po wałkowaniu w temperaturze 60°C przez 4 godziny.

Uzyskanie przez laboratorium wyniku „zadowolającego” oznacza, że badanie to zostało wykonywane prawidłowo, natomiast wynik „wątpliwy” oznacza, że do pomiarów wykonanych przez dane laboratorium można mieć zastrzeżenia. W takim przypadku laboratorium to

powinno podjąć działania zapobiegawcze, związane z poprawą jakości wykonywanych badań.

Sesja 6/2010 *Asfalty*

Organizatorem Sesji *Asfalty* była sekcja POLLAB-PETROL, a koordynatorem – przedstawiciel Instytutu Nafty i Gazu, mgr inż. Elżbieta Trzaska.

Plan Sesji obejmował:

- przygotowanie programu badań oraz rozesłanie go wraz z formularzem uczestnictwa,
- pozyskanie i rozesłanie próbki do badań,
- zebranie od uczestników programu wyników badań,
- sporządzenie sprawozdań z porównań międzylaboratoryjnych i rozesłanie ich do uczestników.

Zgodnie z planem tej Sesji, program badań wraz z formularzem zgłoszeniowym rozesłano do potencjalnych uczestników badań. Zgłosiło się do nich 13 laboratoriów badawczych.

Podobnie jak w przypadku badań biegłości smarów plastycznych, nazwy laboratoriów zostały zakodowane, a każdy z uczestników badań otrzymał tylko kod swojego laboratorium.

W programie zaproponowano badanie właściwości asfaltów drogowego i utlenionego, według metod znormalizowanych.

Niektóre laboratoria zadeklarowały jedynie częściowy udział w badaniach, dlatego też liczba uczestników biorących udział w badaniu poszczególnych właściwości asfaltów jest różna.

W tablicach 3 i 4 podano metody badań asfaltów oraz liczbę uczestników biorących udział w tych badaniach.

Obiektem badań były następujące próbki asfaltów:

- asfalt drogowy 50/70 – najpowszechniej stosowany w budownictwie drogowym,
- asfalt utleniony 95/35 – stosowany do produkcji różnego rodzaju materiałów izolacyjnych.

Materiał badawczy pozyskano bezpośrednio od producenta i reprezentuje on produkt handlowy. Próbki asfaltów zostały rozesłane do uczestników do badań i na podstawie przeprowadzonej oceny stwierdzono, że wyniki badań właściwości asfaltów mieszczą się w grupie wyników „zadowolających”. Wyniki te świadczą o wysokim poziomie jakości wykonanych badań oraz potwierdzają kompetencje laboratoriów w zakresie badań fizykochemicznych asfaltów.

Tablica 3. Wykaz metod badań asfaltu drogowego oraz liczba uczestników badań

Lp.	Właściwość	Metoda badania	Liczba uczestników
1.	Temperatura mięknięcia PiK [°C]	PN-EN 1427:2009	13
2.	Penetracja w temperaturze 25°C; 0,1 mm	PN-EN 1426:2009	13
3.	Temperatura łamliwości [°C]	PN-EN 12593:2009	9
4.	Odporność na starzenie pod wpływem ciepła i powietrza metodą RTFOT – zmiana masy [% (m/m)]	PN-EN 12607-1:2009	7
	– penetracja w 25°C; 0,1 mm	PN-EN 1426:2009	7
	– temperatura mięknięcia PiK [°C]	PN-EN 1427:2009	7
5.	Temperatura zapłonu [°C]	PN-EN ISO 2592:2008	7
6.	Rozpuszczalność [% (m/m)]	PN-EN 12592:2009	5
7.	Lepkość dynamiczna w temperaturze 60°C [Pa·s]	PN-EN 12596:2009	4
8.	Lepkość kinematyczna w temperaturze 135°C [mm ² /s]	PN-EN 12595:2009	5

Tablica 4. Wykaz metod badań asfaltu utlenionego oraz liczba uczestników badań

Lp.	Właściwość	Metoda badania	Liczba uczestników
1.	Temperatura mięknięcia PiK [°C]	PN-EN 1427:2009	8
2.	Penetracja w temperaturze 25°C; 0,1 mm	PN-EN 1426:2009	8
3.	Temperatura łamliwości [°C]	PN-EN 12593:2009	8
4.	Zmiana masy po ogrzewaniu [% (m/m)]	PN-EN 13303:2009	4
5.	Temperatura zapłonu [°C]	PN-EN ISO 2592:2008	7
6.	Rozpuszczalność w toluenie [% (m/m)]	PN-EN 12592:2009	5

Podsumowanie

Posiadanie przez laboratorium badawcze certyfikatu akredytacji, potwierdzającego spełnienie wymagań normy PN-EN ISO/IEC 17025:2005, obliguje laboratorium do kontroli jakości wykonywanych badań – między innymi przez uczestnictwo w badaniach biegłości lub porównaniach międzylaboratoryjnych. Udział w tych badaniach jest jednym z podstawowych elementów wykazania kompetencji technicznych akredytowanego laboratorium badawczego.

Znaczącym organizatorem badań biegłości w naszym kraju są Sekcje Klubu Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB. W ramach działalności Sekcji POLLAB-PETROL, w roku 2010 zaplanowano sześć sesji badań biegłości – koordynatorami dwóch z nich byli przedstawiciele Instytutu Nafty i Gazu w Krakowie.

Przedmiotem badań biegłości były następujące materiały, reprezentujące produkty handlowe:

- łożyskowy smar plastyczny,
- asfalt drogowy 50/70,
- asfalt utleniony 95/35.

Przeprowadzone badania biegłości udowodniły, że biorące w nich udział laboratoria wykazują wysoki poziom jakości wykonywanych badań, a jednocześnie potwierdziły konieczność ciągłej weryfikacji uzyskiwanych wyników, poprzez ich wzajemne porównania. W nielicznych przypadkach uzyskane oceny „wątpliwe” umożliwiły identyfikację przyczyn odchylenia i podjęcie odpowiednich działań zapobiegawczych.

Udział w badaniach biegłości pozwala na regularną, obiektywną i niezależną ocenę jakości wykonywanych badań. Ocena uzyskanych wyników może prowadzić do doskonalenia techniki pracy i lepszego wykorzystania aparatury badawczej.

Artykuł nadesłano do Redakcji 13.12.2010 r. Przyjęto do druku 28.04.2011 r.

Recenzent: prof. dr Michał Krasodomski

Literatura

- [1] ILAC-G13:2000: *Wytyczne dotyczące wymagań odnośnie kompetencji organizatorów programów badań biegłości.*
- [2] Klub Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB: *Porównania międzylaboratoryjne*, Procedura KPLB Nr 1, wydanie 4 z dnia 19.06.2009.
- [3] PN-EN ISO/IEC 17025:2005 *Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących.*
- [4] PN-EN ISO/IEC 17043:2010 *Ocena zgodności. Ogólne wymagania dotyczące badania biegłości.*
- [5] Polskie Centrum Akredytacji: *Polityka Polskiego Centrum Akredytacji dotycząca wykorzystywania badań biegłości/porównań międzylaboratoryjnych w procesach akredytacji i nadzoru laboratoriów*; DA-05; wydanie 4; Warszawa 7.02.2008.



Mgr inż. Elżbieta TRZASKA – Kierownik Laboratorium Asfaltów w Zakładzie Olejów, Środków Smarowych i Asfaltów Instytutu Nafty i Gazu w Krakowie; Sekretarz Podkomitetu ds. Asfaltów Komitetu Technicznego Nr 222. Prowadzi prace naukowo-badawcze związane z opracowywaniem technologii wytwarzania asfaltów i badaniem ich właściwości.



Inż. Iwona RYCAJ – starszy specjalista inżynierijno-techniczny w Zakładzie Olejów, Środków Smarowych i Asfaltów Instytutu Nafty i Gazu. Absolwentka Wydziału Inżynierii i Technologii Chemicznej Politechniki Krakowskiej.