

PROGRAM BADAŃ BIEGŁOŚCI
ORGANIZOWANY PRZEZ SEKCJĘ PETROL-GAZ Klubu POLLAB
zgodnie założeniami Procedury KPLB nr 1 wyd. 6 z dnia 06.12.2013r.
oraz w oparciu o wytyczne zawarte
w normie PN-EN ISO/IEC 17043:2011 i ISO 13528:2005

Badania biegłości Sekcja PETROL – GAZ nr 10 /2014 – Ropa naftowa

1. OKREŚLENIE RODZAJU BADAŃ BIEGŁOŚCI.

Badania biegłości poprzez porównanie międzylaboratoryjne w ramach Sekcji PETROL – GAZ nr 10./2014 – Ropa naftowa, jest organizowane zgodnie z założeniami Procedury KPLB nr 1 wyd. 6 z dnia 06.12.2013r oraz w oparciu o wytyczne zawarte w normie PN-EN ISO/IEC 17043:2011 [1], ISO 13528:2005 [2].

Program obejmuje losowo wybraną próbkę materiału badawczego, którym jest ropa naftowa.

Próbki zostaną równolegle rozesłane do uczestników Badań Biegłości. Po zakończeniu badań uczestnicy, w trybie odwrotnym prześlą wyniki do koordynatora programu badań biegłości Sekcji PETROL - GAZ nr 10./2014 – Ropa naftowa, którym jest ORLEN Laboratorium Sp. z o.o.

2. PLAN PROGRAMU.

nazwa i adres organizatora programu „Badań Biegłości”

Klub Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB
SEKCJA PETROL-GAZ
Kłobucka 23A
02 – 699 Warszawa

nazwa i adres koordynatora i osób zaangażowanych w funkcjonowanie programu

ORLEN Laboratorium Sp. o.o.
09-411 Płock
ul. Chemików 7
Regionalne Laboratorium LR-3
Ul. Trzecieckiego 14
38-460 JEDLICZE

Osoby odpowiedzialne za funkcjonowanie programu

Piotr Janocha – koordynator

Kontakt w sprawach związanych z programem badań biegłości Sekcji PETROL – GAZ nr 10/2014 Ropa naftowa

Zgłoszenia, przekazywanie wyników, pytania i inne proszę kierować na:

piotr.janocha@orlen.pl tel. 24 256 63 69

Charakter i cel programu

Badanie biegłości – program Ropa naftowa nr 10/2014 jest skierowany głównie do laboratoriów zrzeszonych w Sekcji PETROL-GAZ Klubu POLLAB, które w zakresie analitycznym posiadają wdrożone metody badawcze oceny właściwości ropy naftowej. Celem programu jest zewnętrzna kontrola jakości wykonywanych badań

2.2. Kryteria jakie powinny spełniać laboratoria uczestniczące

W Badaniu Biegłości – Ropa naftowa nr 10./2014 - mogą uczestniczyć laboratoria będące członkami Sekcji PETROL-GAZ zarówno laboratoria akredytowane jak i pozostałe. Dopuszcza się również udział laboratoriów nie zrzeszonych w Klubie POLLAB.

2.3. Uzasadnienie wyboru obiektów i rodzajów badań obiektów

Obiektem badań jest ropa naftowa.

2.4. Opis sposobu uzyskania, przygotowania, sprawdzenia i transportowania obiektów badań

Materiał badawczy zostanie zakupiony bezpośrednio za pośrednictwem firmy zajmującej się przetwarzaniem ropy naftowej pochodzenia krajowego. .

Materiał badawczy zostanie poddany homogenizacji w zbiorniku.

Następnie zostanie rozlany do kanistrów metalowych jednorazowego użytku, odpowiednich do magazynowania i transportu paliw płynnych, o objętości ok. 2 l.

Z przygotowanej partii obiektu badania zostanie wybranych losowo odpowiednia ilość próbek do sprawdzenia jednorodności i stabilności przygotowanego materiału.

Próbki przeznaczone dla uczestników zostaną rozesłane do uczestników pocztą kurierską.

2.5 Opis informacji przekazywanych uczestnikom „Badań Biegłości”

Uczestnikom zostaną przekazane następujące dokumenty:

- Program badań
- Formularz zgłoszeniowy
- Formularz wyników (arkusz MS Excel)
- Sprawozdanie z badań z nadanym kodem uczestnika.

2.6. Etapy programu:

- Przekazanie PLANU i INFORMACJI o badaniach biegiwości Przewodniczącej Sekcji PETROL-GAZ Klubu POLLAB (wg Załącznika nr 1 i nr 2 do Procedury KPLB nr 1), w celu przekazania do Sekretariatu Klubu POLLAB.
- Rozesłanie do potencjalnych uczestników programu badań, formularza zgłoszeniowego oraz formularza wyników.
- Zebranie ewentualnych uwag do programu badań.
- W przypadku wprowadzeniu zmian do programu, przekazanie ostatecznej wersji programu potencjalnym uczestnikom.
- Zebranie od uczestników formularzy zgłoszeniowych.
- Przygotowanie materiału badawczego.
- Sprawdzenie jednorodności próbek.
- Rozesłanie próbek.
- Otrzymanie od uczestników badań formularzy z wynikami.
- Sprawdzenie stabilności próbek.
- Opracowanie sprawozdania z Badań Biegiwości wraz z oceną rezultatów działania.
- Weryfikacja sprawozdania przez weryfikatora wyznaczonego z Sekcji PETROL-GAZ Klubu POLLAB.
- Rozesłanie do uczestników sprawozdań z wynikami Badań Biegiwości.

2.7. Harmonogram realizacji kolejnych etapów programu

SESJA POLLAB PETROL - GAZ nr 10 /2014 – Ropa naftowa

| | |
|---|---------------|
| Data zebrania uwag do programu badań biegiwości | do 10.05.2014 |
| Data zebrania formularzy zgłoszeniowych | do 30.05.2014 |
| Data dystrybucji próbek | do 10.06.2014 |
| Data przesłania wyników badań do koordynatora | do 30.06.2014 |
| Data zakończenia programu i rozesłanie sprawozdania | 21.07.2014 |

2.8. Informacje o metodach badań objętych programem

Poniższa tabela precyzuje metody badań objęte programem.

Tabela 1

| L.p. | Właściwość | Jednostka | Metody |
|------|--|--------------------|-------------------------------|
| 1 | Skład frakcyjny | °C | PN-EN ISO 3405 ASTM D 86 |
| 2 | Zawartość wody | % (m/m) | PN-EN ISO 9029 ASTM D 4006 |
| 3 | Zawartość wody | % (m/m) | ASTM D 4377 |
| 4 | Gęstość piknometrem | kg/m ³ | PN-EN ISO 3838 |
| 5 | Oznaczanie gęstości w temperaturze 15°C | kg/m ³ | PN-EN ISO 3675 |
| 6 | Oznaczanie gęstości w temperaturze 15°C | kg/m ³ | PN-EN ISO 12185 |
| 7 | Oznaczanie temperatury płynięcia | °C | PN-ISO 3016 ASTM D 97 |
| 8 | Zawartość siarki | % (m/m) | PN-EN ISO 8754 |
| 9 | Lepkość kinematyczna w temperaturze 20°C | mm ² /s | PN-EN ISO 3104 |
| 10 | Zawartość zanieczyszczeń | % (m/m) | PN-EN ISO 3735 |
| 11 | Zawartość chlorków m. potencjometryczna | mg/l | PN-C-04027 |

Wybór oznaczanych parametrów z w/w listy pozostawia się uczestnikom biorącym udział w programie. Informację należy umieścić w formularzu zgłoszeniowym.

Dopuszcza się określenie właściwości według innych równoważnych metod - należy to zaznaczyć w formularzu wyników i podać metodę według której badanie zostało wykonane.

Wyniki należy podawać zgodnie z wymaganiami metod badawczych.

2.9. Opis metod statystycznych stosowanych do oceny rezultatów działania laboratoriów uczestniczących w programie

W zakres obliczeń statystycznych wchodzi obliczenie:

- wartości przypisanej i jej niepewności
- odchylenia standardowego
- wartości wskaźników z

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.

Wartość przypisana oraz odchylenie 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 (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 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^* .

W przypadku mniejszej liczby uczestników nie będzie zastosowana technika statystyczna minimalizująca wpływ wyników skrajnych i wyniki zostaną sprawdzone testem Dixona, w celu eliminacji wyników odstających, które nie będą brane do dalszych obliczeń.

- ✓ Wyniki zostaną poddane obróbce statystycznej jeżeli będzie co najmniej 8 wyników w zakresie badawczym danej metodyki. W przypadku mniejszej ilości - ocena wyników będzie miał charakter poglądowy
- ✓ W przypadku gdy wyników będzie mniej niż 5 zostaną podane tylko dane z wynikami otrzymane od uczestników.

Każdorazowo wybrana statystyka osiągnięć będzie dostosowywana do utrzymania wiarygodności programu badań (np. w zależności od populacji uczestników).

2.10. Ocena rezultatów działania

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.

Otrzymane wyniki badań przez uczestników poddane zostaną ocenie stosując kryteria wg wskaźnika z:

Kryteria oceny są następujące:

$|z| \leq 2$ – wynik zadowalający

$2 < |z| < 3$ – wynik wątpliwy

$|z| \geq 3$ – wynik niezadowolający

2.11. Informacje o wnioskach i wynikach z „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
- numer sprawozdania i jednoznaczną identyfikację programu
- liczbę stron i wyraźną identyfikację końca sprawozdania
- opis obiektu badania (przygotowanie, potwierdzenie jednorodności i stabilności).
- nr kodowe uczestniczących laboratoriów i zbiorcze zestawienie wyników badań, wraz z oceną wyników
- dane statystyczne oraz podsumowanie, łącznie z wartościami przypisanymi, niepewnością wartości przypisanych i zakresem akceptowalnych wyników oraz prezentacją graficzną odpowiednich wskaźników osiągnięć.
- komentarz koordynatora

3. INFORMACJE DODATKOWE

- 3.1 za realizację programu oraz dokumentację odpowiedzialny jest koordynator,
- 3.2 uczestnicy postępują z obiektem badań tak samo jak przy wykonywaniu badań rutynowych,
- 3.3 uczestnicy podają niepewność pomiaru (wraz z współczynnikiem rozszerzenia) każdego parametru w przypadku, gdy jest ona wyznaczona dla danej metody,
- 3.4 analiza i odesłanie wyników powinno nastąpić tak szybko jak to jest możliwe,
- 3.5 wyniki należy umieścić w dostarczonym arkuszu MS Excel i odesłać na e-mail koordynatora – piotr.janocha@orlen.pl
- 3.6 przyjmowane wyniki przed przekazaniem ich do obróbki statystycznej, będą podlegały sprawdzeniu pod względem prawidłowości zapisów,
- 3.7 wszystkie dokumenty związane z Badaniami Biegłości – Ropa naftowa nr .../2014 Sekcji PETROL-GAZ Klubu POLLAB będą przechowywane przez koordynatora badań przez okres trzech miesięcy licząc od daty zakończenia badań,
- 3.8 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,
- 3.9 wszystkie dane związane z uczestnikami i wynikami Badań Biegłości są traktowane jako poufne.
- 3.10 Badania dojdą do skutku w przypadku zgłoszenia przynajmniej po 6 uczestników na 50% zaproponowanych metod badań.
- 3.11 Badania odbywają się na koszt uczestników badań.
- 3.12 Uczestnicy badań prześlą informację o sprzęcie użytym do wykonania pomiarów.
- 3.13 Uczestnicy programu mają prawo wnoszenia do koordynatora uwag co do treści programu. Po ich uwzględnieniu koordynator poinformuje wszystkich uczestników o wprowadzonych zmianach.

4. Poufność wyników

Koordynator gwarantuje uczestnikom poufność wszelkich informacji związanych z uczestnictwem w programie.

Nazwy uczestników zostaną zakodowane. Każdy uczestnik otrzyma tylko swój kod laboratorium, który umożliwi identyfikację swoich rezultatów.

Organizator nie udziela informacji osobom trzecim dotyczących wyników badań uzyskanych przez laboratoria biorące udział w programie.

W sprawozdaniu umieszczone będą nazwy instytucji Uczestników (bez kodów przyporządkowanych poszczególnym uczestnikom), którzy w formie pisemnej wyrazili na to zgodę (poprzez zaznaczenie odpowiedniej opcji na formularzu zgłoszeniowym).

- ✓ Opracowane sprawozdanie z programu wraz z materiałami od uczestników, koordynator przestrzegając zasad poufności przekazuje do Sekretariatu Klubu POLLAB.

5. Zmowa i fałszowanie wyników

Uczestnicy programu zobowiązani są do unikania zmyślenia i fałszowania wyników badań, tzn. do wykonywania badań i przekazywania wyników badań, bez

porozumiewania się z innymi uczestnikami, których uczestnictwo w programie jest znane z innych źródeł.

W przypadku faktu podejrzenia zmywu lub fałszowania wyników Koordynator wykluczy z oceny działania podejrzanych Uczestników bez zwrotu kosztów uczestnictwa.

Opracowanie:

Piotr Janocha

LITERATURA

- PN-EN ISO/IEC 17043:2011 - Ocena zgodności - Ogólne wymagania dotyczące badania biegłości
- ISO 13528:2005 – Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons

MIEJSCOWOŚĆ DATA:.....

FORMULARZ ZGŁOSZENIOWY UDZIAŁU W BADANIACH BIEGŁOŚCI

Adresat:

Nazwa Instytucji:

Adres:

Dane osoby odpowiedzialnej za kontakt z koordynatorem:

imię i nazwisko:

telefon:

e-mail:

Sekcja PETROL – GAZ Klubu POLLAB zaprasza do wzięcia udziału w Badaniach Biegłości: nr **10/2014 – Ropa naftowa**

Badania zorganizowane zostaną w oparciu o dostarczony program Badań Biegłości.

W przypadku wyrażenia zgody na udział w Badaniach Biegłości niniejszy formularz zgłoszeniowy z potwierdzeniem akceptacji poniższych warunków należy odesłać, na adres koordynatora: piotr.janocha@orlen.pl

| WARUNKI UCZESTNICTWA W BADANIACH BIEGŁOŚCI Sekcja PETROL - GAZ nr 10 /2014 – Ropa naftowa | |
|--|---------------------------------|
| 1. AKCEPTUJEMY W CAŁOŚCI TREŚĆ PROGRAMU BADAŃ BIEGŁOŚCI. | |
| 2. WYRAŻAMY ZGODĘ NA POKRYCIE KOSZTÓW ZWIĄZANYCH Z UCZESTNICZENIEM W BADANIACH BIEGŁOŚCI (tj. zakup próbki do badań, przesłanie próbek , opracowanie sprawozdania) | |
| 3. KOSZTY UCZESTNICTWA - 200 ZŁ NETTO | |
| 4. WYRAŻAM ZGODĘ / NIE WYRAŻAM ZGODY* NA UMIESZCZENIE NAZWY INSTYTUCJI/LABORATORIUM NA LIŚCIE UCZESTNIKÓW W BADANIACH BIEGŁOŚCI | |
| 5. NASZE LABORATORIUM WYKONA NA WŁASNY KOSZT BADANIA WYSZCZEGÓLNIONE W PUNKTACH | |
| 6. ZOBOWIĄZUJEMY SIĘ DO WYKONANIA BADAŃ I PRZESŁANIA WYNIKÓW W WYZNACZONYM W PROGRAMIE TERMINIE | |
| 7. ZOBOWIĄZUJEMY SIĘ DO WYKONYWANIA BADAŃ I PRZEKAZANIA WYNIKÓW <u>BEZ POROZUMIEWANIA SIĘ Z INNYMI UCZESTNIKAMI I FAŁSZOWANIA WYNIKÓW</u> | |
| 8. OŚWIADCZAMY, ŻE ZOSTAŁA ZACHOWANA W METODZIE SPÓJNOŚĆ POMIAROWA /NIE ZOSTAŁA ZACHOWANA SPÓJNOŚĆ POMIAROWA * | |
| 9. PRZESŁANIE WYPEŁNIONEGO FORMULARZA ZGŁOSZENIOWEGO UZNAJE SIĘ ZA PRZYJĘCIA WARUNKÓW REALIZACJI BADAŃ BIEGŁOŚCI OKREŚLONYCH W PROGRAMIE BADAŃ BIEGŁOŚCI ORAZ W NINIEJSZYM FORMULARZU ZGŁOSZENIOWYM. | |
| <i>PIECZĄTKA LABORATORIUM</i> | <i>PODPIS OSOBY UPOWŹNIONEJ</i> |

*niepotrzebne skreślić