



PLAN BADANIA BIEGŁOŚCI / PORÓWNIANIA MIĘDZYLABORATORYJNEGO

NR 11/2014

prorowadzonych 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.

Nazwa i adres organizatora badania biegłości	Klub Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB ul. Kłobucka 23A; 02-699 Warszawa
Imię i nazwisko, organizacja koordynatora i innych osób zaangażowanych w projektowanie i działanie programu badania biegłości	<p>Elżbieta Trzaska Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy ul. Lubicz 25A 31-503 Kraków Tel.: 12 61 77 585; fax.: 12 61 77 577; e-mail: trzaska@inig.pl</p> <p>Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy, Zespół Laboratoriów Badawczych Pionu Technologii Nafty posiada wdrożony system zarządzania wg normy PN-EN ISO/IEC 17025:2005 potwierdzony Certyfikatem Akredytacji nr AB 009 wydanym przez Polskie Centrum Akredytacji.</p>
Działania, które będą podzlecane oraz nazwy i adresy podwykonawców włączonych w realizację programu badania biegłości	Nie dotyczy
Kryteria uczestnictwa, które należy spełnić	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.
Liczba i rodzaj oczekiwanych uczestników programu badania biegłości	Okolo 15 uczestników, Laboratoria badawcze Grupy LOTOS i ORLEN, TPA, Instytuty oraz inne laboratoria zajmujące się tematyką asfaltów oraz producenci asfaltów.
Wybór wielkości mierzonej (-ych) lub właściwości objętych badaniem biegłości, łącznie z informacją co uczestnicy mają zidentyfikować, mierzyć lub badać	<p>Obiekt badany:</p> <ul style="list-style-type: none"> ✓ asfalt drogowy: temperatura mięknięcia, penetracja, temperatura łamliwości, zawartość parafiny, odporność na starzenie pod wpływem ciepła i powietrza metodą RTFOT i metodą TFOT, temperatura zapłonu, rozpuszczalność, lepkość dynamiczna i kinematyczna, gęstość i gęstość względna, zawartość wody, ✓ asfalt przemysłowy: temperatura mięknięcia, penetracja, temperatura łamliwości, temperatura zapłonu, ubytek masy po ogrzewaniu, skłonność do płamienia, lepkość dynamiczna.
Opis zakresu wartości lub właściwości, lub obydwu, spodziewanych dla obiektów badania biegłości	Wyniki w granicach dopuszczalnych procedurami badawczymi
Potencjalne główne źródła błędów występujących w odniesieniu do badania biegłości	Nie dotyczy
Wymagania dotyczące wytwarzania, nadzorowania jakości, magazynowania i dystrybucji obiektów badania biegłości	<p>Materiał badawczy pozyskany zostanie bezpośrednio od producenta przez koordynatora badań. W zależności od wielkości opakowań sposób postępowania z próbkami będzie następujący:</p> <ul style="list-style-type: none"> ✓ próbki w metalowych opakowaniach, pojemności ok. 5 kg zostaną podgrzane i rozlane do metalowych opakowań, pojemności około 0,9 kg i przekazane do uczestników badań ✓ próbki w metalowych opakowaniach, pojemności ok.0.9 kg zostaną przekazane do uczestników badań. Próbkę przeznaczoną dla uczestników zostaną wysłane firmą kurierskiej.

<p>Racjonalne środki zapobiegawcze w celu zapobieżenia znowie pomiędzy uczestnikami lub fałszowaniu wyników oraz procedury, które będą uruchomione jeżeli mieć będzie miejsce podejrzenie znowy lub fałszowania wyników.</p>	<p>Uczestnicy zostaną poinformowani o możliwości wykluczenia z oceny w programie, jeśli nastąpi podejrzenie znowy 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.</p>
<p>Opis informacji, którą należy dostarczyć uczestnikom oraz harmonogram realizacji kolejnych etapów programu</p>	<p>Uczestnikom zostanie dostarczony program badań zawierający informacje o:</p> <ul style="list-style-type: none"> ✓ konieczność traktowania obiektów badania biegłości w taki sam sposób, jak większość rutynowo badanych próbek, ✓ podawanie niepewność pomiaru każdego parametru w przypadku, gdy jest ona wyznaczona dla danej metody, ✓ ostateczną datę otrzymania przez koordynatora wyników badań, ✓ sposób określenia wartości przypisanej i niepewności wartości przypisanej oraz odchylenia standardowego dostosowanego do celu badań ✓ informacje o szczegółowych danych koordynatora w razie potrzeby zapytań. <p>Harmonogram realizacji etapów programu:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Rozesłanie do potencjalnych uczestników programu badań formularza zgłoszeniowego oraz formularza wyników: 18.05.2014 2. Zebranie od uczestników formularzy zgłoszeniowych: 30.05.2014 3. Pozyskanie materiału badawczego: 11.06.2014 4. Rozesłanie próbek do uczestników: 20.06.2014 5. Otrzymanie od uczestników formularzy z wynikami: 31.08.2014 6. Opracowanie sprawozdania z badań biegłości: 26.09.2014 7. Weryfikacja sprawozdania przez weryfikatora: 10.10.2014 8. Rozesłanie do uczestników sprawozdań z wynikami badań biegłości: 30.10.2014
<p>Częstość lub daty dystrybucji obiektów badań biegłości do uczestników, ostateczne terminy przekazania wyników przez uczestników i, jeżeli zasadne, daty, kiedy uczestnicy powinni wykonać badania lub pomiary</p>	<p>Data rozesłania próbek: 20.06.2014. Data przesłania wyników badań do koordynatora: 31.08.2014. Data zakończenia sesji i rozesłania wyników: 30.10.2014.</p>

Wszelkie informacje dotyczące metod lub procedur, potrzebne uczestnikom do przygotowania materiału do badań i przeprowadzenia badań lub pomiarów	Próbki należy przechowywać w warunkach typowych dla laboratorium. Przed pobraniem próbki, zawartość opakowania należy wymieszać. Warunki badania muszą być zgodne z procedurą badawczą.																																																									
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Podobiekt/Obiekt badań</th> <th>Badana cecha</th> <th>Metoda badawcza</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td rowspan="18">Asfalty drogowe</td> <td>Temperatura mięknięcia PiK, °C</td> <td>PN-EN 1427:2009</td> </tr> <tr> <td>Penetracja w temperaturze 25°C, 0,1 mm</td> <td>PN-EN 1426:2009</td> </tr> <tr> <td>Temperatura łamliwości, °C</td> <td>PN-EN 12593:2009</td> </tr> <tr> <td>Zawartość parafiny, % (m/m)</td> <td>PN-EN 12606-1:2009</td> </tr> <tr> <td rowspan="3">Odporność na starzenie pod wpływem ciepła i powietrza metodą RTFOT</td> <td>- zmiana masy, % (m/m)</td> <td>PN-EN 12607-1:2009</td> </tr> <tr> <td>- penetracja w 25°C, 0,1 mm</td> <td>PN-EN 1426:2009</td> </tr> <tr> <td>- temperatura mięknięcia PiK, °C</td> <td>PN-EN 1427:2009</td> </tr> <tr> <td rowspan="3">Odporność na starzenie pod wpływem ciepła i powietrza metodą TFOT</td> <td>- zmiana masy, % (m/m)</td> <td>PN-EN 12607-2:20010</td> </tr> <tr> <td>- penetracja w 25°C, 0,1 mm</td> <td>PN-EN 1426:2009</td> </tr> <tr> <td>- temperatura mięknięcia PiK, °C</td> <td>PN-EN 1427:2009</td> </tr> <tr> <td>Temperatura zapłonu, °C</td> <td>PN-EN ISO 2592:2008</td> </tr> <tr> <td>Rozpuszczalność, % (m/m)</td> <td>PN-EN 12592:2009</td> </tr> <tr> <td>Lepkość dynamiczna w temperaturze 60°C, Pa·s</td> <td>PN-EN 12596:2009</td> </tr> <tr> <td>Lepkość kinematyczna w temperaturze 135°C, mm²/s</td> <td>PN-EN 12595:2009</td> </tr> <tr> <td>Gęstość i gęstość względna, g/cm³</td> <td>PN-EN 15326:2007+A1:2009</td> </tr> <tr> <td>Gęstość i gęstość względna, g/cm³</td> <td>PN-EN ISO 3838:2008</td> </tr> <tr> <td>Zawartość wody, % (m/m)</td> <td>ASTM D 95-13e1 PN-ISO 3733:2008</td> </tr> <tr> <td>Temperatura zapłonu, °C</td> <td>PN-EN ISO 2719:2007 ASTM D 93-13</td> </tr> <tr> <td rowspan="7">Asfalty przemysłowe</td> <td>Temperatura mięknięcia PiK, °C</td> <td>PN-EN 1427:2009</td> </tr> <tr> <td>Penetracja w temperaturze 25°C, 0,1 mm</td> <td>PN-EN 1426:2009</td> </tr> <tr> <td>Temperatura łamliwości, °C</td> <td>PN-EN 12593:2009</td> </tr> <tr> <td>Temperatura zapłonu, °C</td> <td>PN-EN ISO 2592:2008</td> </tr> <tr> <td>Ubytek masy po ogrzewaniu, % (m/m)</td> <td>PN-EN 13303:2011</td> </tr> <tr> <td>Sklonność do płamienia, mm</td> <td>PN-EN 13301:2012</td> </tr> <tr> <td>Lepkość dynamiczna lepkościerzem obrotowym (temperatura 60°C, 90°C, 135°C), Pa·s</td> <td>PN-EN 13302:2011 ASTM D 4402M-13:</td> </tr> </tbody> </table>	Podobiekt/Obiekt badań	Badana cecha	Metoda badawcza	Asfalty drogowe	Temperatura mięknięcia PiK, °C	PN-EN 1427:2009	Penetracja w temperaturze 25°C, 0,1 mm	PN-EN 1426:2009	Temperatura łamliwości, °C	PN-EN 12593:2009	Zawartość parafiny, % (m/m)	PN-EN 12606-1:2009	Odporność na starzenie pod wpływem ciepła i powietrza metodą RTFOT	- zmiana masy, % (m/m)	PN-EN 12607-1:2009	- penetracja w 25°C, 0,1 mm	PN-EN 1426:2009	- temperatura mięknięcia PiK, °C	PN-EN 1427:2009	Odporność na starzenie pod wpływem ciepła i powietrza metodą TFOT	- zmiana masy, % (m/m)	PN-EN 12607-2:20010	- penetracja w 25°C, 0,1 mm	PN-EN 1426:2009	- temperatura mięknięcia PiK, °C	PN-EN 1427:2009	Temperatura zapłonu, °C	PN-EN ISO 2592:2008	Rozpuszczalność, % (m/m)	PN-EN 12592:2009	Lepkość dynamiczna w temperaturze 60°C, Pa·s	PN-EN 12596:2009	Lepkość kinematyczna w temperaturze 135°C, mm ² /s	PN-EN 12595:2009	Gęstość i gęstość względna, g/cm ³	PN-EN 15326:2007+A1:2009	Gęstość i gęstość względna, g/cm ³	PN-EN ISO 3838:2008	Zawartość wody, % (m/m)	ASTM D 95-13e1 PN-ISO 3733:2008	Temperatura zapłonu, °C	PN-EN ISO 2719:2007 ASTM D 93-13	Asfalty przemysłowe	Temperatura mięknięcia PiK, °C	PN-EN 1427:2009	Penetracja w temperaturze 25°C, 0,1 mm	PN-EN 1426:2009	Temperatura łamliwości, °C	PN-EN 12593:2009	Temperatura zapłonu, °C	PN-EN ISO 2592:2008	Ubytek masy po ogrzewaniu, % (m/m)	PN-EN 13303:2011	Sklonność do płamienia, mm	PN-EN 13301:2012	Lepkość dynamiczna lepkościerzem obrotowym (temperatura 60°C, 90°C, 135°C), Pa·s	PN-EN 13302:2011 ASTM D 4402M-13:
	Podobiekt/Obiekt badań	Badana cecha	Metoda badawcza																																																							
	Asfalty drogowe	Temperatura mięknięcia PiK, °C	PN-EN 1427:2009																																																							
		Penetracja w temperaturze 25°C, 0,1 mm	PN-EN 1426:2009																																																							
		Temperatura łamliwości, °C	PN-EN 12593:2009																																																							
		Zawartość parafiny, % (m/m)	PN-EN 12606-1:2009																																																							
		Odporność na starzenie pod wpływem ciepła i powietrza metodą RTFOT	- zmiana masy, % (m/m)	PN-EN 12607-1:2009																																																						
			- penetracja w 25°C, 0,1 mm	PN-EN 1426:2009																																																						
			- temperatura mięknięcia PiK, °C	PN-EN 1427:2009																																																						
		Odporność na starzenie pod wpływem ciepła i powietrza metodą TFOT	- zmiana masy, % (m/m)	PN-EN 12607-2:20010																																																						
			- penetracja w 25°C, 0,1 mm	PN-EN 1426:2009																																																						
			- temperatura mięknięcia PiK, °C	PN-EN 1427:2009																																																						
		Temperatura zapłonu, °C	PN-EN ISO 2592:2008																																																							
		Rozpuszczalność, % (m/m)	PN-EN 12592:2009																																																							
		Lepkość dynamiczna w temperaturze 60°C, Pa·s	PN-EN 12596:2009																																																							
		Lepkość kinematyczna w temperaturze 135°C, mm ² /s	PN-EN 12595:2009																																																							
		Gęstość i gęstość względna, g/cm ³	PN-EN 15326:2007+A1:2009																																																							
		Gęstość i gęstość względna, g/cm ³	PN-EN ISO 3838:2008																																																							
		Zawartość wody, % (m/m)	ASTM D 95-13e1 PN-ISO 3733:2008																																																							
Temperatura zapłonu, °C		PN-EN ISO 2719:2007 ASTM D 93-13																																																								
Asfalty przemysłowe	Temperatura mięknięcia PiK, °C	PN-EN 1427:2009																																																								
	Penetracja w temperaturze 25°C, 0,1 mm	PN-EN 1426:2009																																																								
	Temperatura łamliwości, °C	PN-EN 12593:2009																																																								
	Temperatura zapłonu, °C	PN-EN ISO 2592:2008																																																								
	Ubytek masy po ogrzewaniu, % (m/m)	PN-EN 13303:2011																																																								
	Sklonność do płamienia, mm	PN-EN 13301:2012																																																								
	Lepkość dynamiczna lepkościerzem obrotowym (temperatura 60°C, 90°C, 135°C), Pa·s	PN-EN 13302:2011 ASTM D 4402M-13:																																																								
Procedury dotyczące metod badań lub pomiarów, które będą wykorzystane do badania jednorodności i stabilności obiektów badania biegłości oraz, jeżeli ma zastosowanie, określenie ich żywotności biologicznej	Nie dotyczy																																																									
Przygotowanie jednolitych form sprawozdań, które będą stosować uczestnicy	Sprawozdanie przekazane uczestnikom zostanie opracowane zgodnie z załącznikiem nr 3 do procedury KPLB Nr 1 PT/ILC wyd. 6 z dnia 06.12.2013. dostępnej na stronie: www.pollab.pl																																																									

Dokładny opis analizy statystycznej, która będzie stosowana	<p>Obliczenia statystyczne obejmować będą wyznaczenie wartości przypisanej, niepewności wartości przypisanej, odchylenia standardowego oraz wyznaczenia wskaźnika „z”</p> <p>Wyznaczenie powyższych wielkości przeprowadzone zostanie zgodnie z wymaganiami zawartymi w normach PN-EN ISO/IEC 17043:2011 oraz ISO 13528:2005</p> <p>Zastosowana zostanie również technika minimalizacji wpływu wyników skrajnych (algorytm A norma ISO 13528:2005)</p> <p>Niepewność wartości przypisanej zostanie wyznaczona wg normy ISO 13528:2005 pkt. 5.6.2</p> <p>Do oceny wyników zostanie zastosowane odchylenie standardowe odtwarzalności S_R charakteryzujące precyzję metod znormalizowanych lub odchylenie standardowe z wyników nadesłanych przez uczestników.</p> <p>W przypadku mniejszej liczby uczestników nie będzie zastosowana technika statystyczna minimalizująca wpływ wyników skrajnych. Wyniki zostaną sprawdzone testem Dixon, w celu sprawdzenia i eliminacji wyników odstających, które nie będą brane do dalszej obróbki.</p> <p>Wyniki zostaną poddane obróbce statystycznej jeżeli będzie co najmniej 5 wyników w zakresie badawczym danej metodyki. W przypadku mniejszej ilości – ocena wyników będzie miała charakter poglądowy.</p>
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	<p>Wyniki badań uzyskane przez uczestników poddane zostaną ocenie stosując kryteria wg wskaźnika <i>z-score</i>:</p> <p>Kryteria oceny będą następujące:</p> <p>$z \leq 2$ – <i>wynik zadawalający</i></p> <p>$2 < z < 3$ – <i>wynik wątpliwy</i></p> <p>$z \geq 3$ – <i>wynik niezadawalający</i></p>
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 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, tak aby była możliwość przekazania dodatkowej próby, w przypadku zagubienia lub uszkodzonego w trakcie dystrybucji.

Koordynator

Elżbieta Trzaska (07.04.2014.)

nie wymaga podpisu

Weryfikator

Beata Oczkowska (14.04.2014.)

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

Ewa Rostek (18.04.2014.)

nie wymaga podpisu

Prezes Klubu POLLAB

Krystyna Krzyśko, (28.04.2014.)

nie wymaga podpisu