

Ružica Marinčić, Ankica Barišić

ISSN 0350-350X

GOMABN 51, 1, 63-77

Stručni rad / Professional paper

ISKUSTVA AKREDITIRANOG LABORATORIJA U MEĐULABORATORIJSKIM USPOREDBENIM ISPITIVANJIMA

Sažetak

Služba kontrole kvalitete od 2007. godine sudjeluje u međulaboratorijskim usporedbenim ispitivanjima u organizaciji ASTM (Interlaboratory Crosscheck Program) i IIS iz Nizozemske, a i sama je organizator takvih ispitivanja. Svrha ovog rada je prikazati iskustva akreditiranog laboratorija preko statističkih parametara usporedbenih ispitivanja (z-vrijednosti, relativne sustavne pogreške, stabilnosti laboratorija). Organizatori usporedbenih ispitivanja (ASTM, IIS i Služba kontrole kvalitete) prate i ocjenjuju dobivene rezultate te ih dostavljaju svakom sudioniku, u svrhu dokazivanja osposobljenosti laboratorija za provedbu ispitivanja.

Sudjelovanjem u međulaboratorijskim usporedbenim ispitivanjima Služba kontrole kvalitete ima stalni nadzor nad procesom ispitivanja. Zadovoljavajući rezultati ispitivanja daju dodatnu potvrdu osoblju laboratorija o ispravnom načinu rada kao i kontinuiranu vjerodostojnost ispitnih rezultata što je ujedno i zahtjev norme HRN EN ISO/IEC 17025 Opći zahtjevi za osposobljenost ispitnih i umjernih laboratorija - Točka 5.9 Osiguranje kvalitete rezultata ispitivanja i umjeravanja.

EXPERIENCES OF ACCREDITED LABORATORY IN INTERLABORATORY COMPARATIVE TESTINGS

Abstract

Quality Control Department has been participating since 2007. in the interlaboratory comparative testing in organisation of ASTM (Interlaboratory Crosscheck Program) and IIS (Institut for Interlaboratory Studies, Netherlands). It organised also the interlaboratory comparative testing. The aim of this paper is to present the experience of accredited laboratory through statistical parameters from the comparative testing (z-values, relative systematic errors, reliability of the laboratory).

Organisers of comparative testing (ASTM, IIS and Quality Control Department) monitor and evaluate the obtained results and deliver them to each participant in order to prove the qualification of the laboratory for testing implementation.

Participating in the international comparative testing, Quality Control Department has a permanent control over the testing process. Satisfactory test results provide additional confirmation for the laboratory staff on the correct mode and continuous credibility test results, which is also a requirement of standard HRN EN ISO/IEC 17025 - Quality assurance of test results (5.9).

1. Uvod

Potvrdom o akreditaciji dokazana je kompetentnost i osposobljenost Službe kontrole kvalitete (SKK) za obavljanje određenih ispitivanja u skladu sa zahtjevima norme HRN EN ISO/IEC 17025. Norma HRN EN ISO/IEC 17025 u točki 5.9 Osiguranje kvalitete rezultata ispitivanja i umjeravanja daje zahtjeve prema kojima laboratorij mora imati postupke za kontrolu kvalitete koji služe za nadzor nad valjanošću provedenih ispitivanja i umjeravanja. Dobiveni rezultati moraju se zabilježiti, kako bi ih mogli ocijeniti primjenom statističkih metoda. Jedan od načina ocjene kvalitete rezultata ispitivanja je i sudjelovanje u međulaboratorijskim usporedbenim ispitivanjima u organizaciji ASTM i Instituta za međulaboratorijska ispitivanja (IIS) iz Nizozemske. Plan sudjelovanja izrađuje se jednom godišnje. U ovom radu prikazani su rezultati sudjelovanja Službe kontrole kvalitete u programima ASTM-a i IIS-a iz Nizozemske gdje smo sudionici od 2007. godine.

Služba kontrole kvalitete od 2006. g. organizira međulaboratorijska usporedbena ispitivanja i do sada ih je organizirala ukupno 9. U ovom radu su prikazani rezultati međulaboratorijskog usporedbenog ispitivanja za rashladne tekućine (antifriz) iz 2010. godine. Rezultati dobiveni preko izvješća organizatora analiziraju se i statistički obrađuju, što omogućava i praćenje kretanja rezultata ispitivanja. U slučaju odstupanja rezultata pokreću se mjere popravni i preventivni radnji.

2. Ocjena rezultata

2.1 Organizator ASTM

Iz izvješća dobivenih od organizatora međulaboratorijskih usporedbenih ispitivanja ASTM-a analizirani su statistički pokazatelji z-vrijednost i indikator preciznosti (PI). Temeljem ostvarenih rezultata potvrđuje se osposobljenost laboratorija, nepostojanje sustavnih pogreški kao i usporedivost rezultata s drugim laboratorijima.

U tablicama 1., 2. i 3. dan je pregled sudjelovanja Službe kontrole kvalitete u međulaboratorijskim usporedbenim ispitivanjima ASTM-a za razdoblje od 2007. do 2010. godine. Osim broja uzoraka i broja laboratorija navedene su i primjedbe vezane uz ispitivanja kao i pokrenute popravne i preventivne radnje nakon toga (ocjena rezultata). U ovom radu prikazani su rezultati 17 uzoraka i ukupno 197 ispitivanja.

Tablica 1: Pregled sudjelovanja SKK u 2007. godini
 Table 1: Overview of the participation of SKK in 2007

God.	Naziv programa / Oznaka programa	Datum dostave uzorka / oznaka uzorka	Primjedbe iz izvješća (broj laboratorija, broj provedenih ispitivanja, ocjena rezultata)
2007.	Base Oil Testing / PTPBO2007	1. travnja 2007. / BO0704 2. kolovoza 2007. / BO0708 3. prosinca 2007. / BO0712	56 LABORATORIJA; SKK provela 10 ispitivanja, 1 rezultat upitan, z -vrijednost > 2 (točka paljenja COC -manual - PN 173 002/07) 54 LABORATORIJA; SKK provela 11 ispitivanja. Svi rezultati zadovoljavajući, z < 2 54 LABORATORIJA; SKK provela 12 ispitivanja. Svi rezultati zadovoljavajući, z < 2
2007.	Automatic Transmission Fluid / PTPATF2007	1. ožujka 2007. / ATF0703 2. srpnja 2007. / ATF0707 3. studenoga 2007. / ATF0711	49 LABORATORIJA; SKK provela 8 ispitivanja, 1 rezultat upitan, z > 2 (točka paljenja PM -automatic) 52 LABORATORIJA; SKK provela 9 ispitivanja, 1 rezultat odbijen, z > 3 (kinematička viskoznost na 40 °C - PN 173 003/07), 1 rezultat upitan, z > 2 (točka paljenja PM-automatic -PN 172 002/07) 46 LABORATORIJA; SKK provela 8 ispitivanja. Svi rezultati zadovoljavajući, z < 2

2.1.1 z-vrijednost

Uspješnost laboratorija u međulaboratorijskim usporedbenim ispitivanjima ocjenjuje se iz z-vrijednosti (1):

$$z = (x - x_a) / \sigma \quad (1)$$

Gdje je: x – rezultat pojedinog laboratorija
 x_a – dodijeljena vrijednost svojstva
 σ – standardno odstupanje rezultata testa

Ako je: $|z| \leq 2$ osposobljenost laboratorija je zadovoljavajuća
 $2 < |z| < 3$ osposobljenost laboratorija je upitna
 $|z| \geq 3$ osposobljenost laboratorija je neprihvatljiva

Upozoravajući ili neprihvatljivi rezultati upućuju na postojanje sustavnih pogrešaka i tada je potrebno poduzimanje popravni radnji. Prihvatljivi rezultati ispitivanja upućuju na to da su rezultati zadovoljavajući i da u procesu ispitivanja nema sustavnih pogrešaka.

Na slici 1 prikazane su z-vrijednosti postignute kod ispitivanja sljedećih svojstava: kiselinski broj, bazni broj, gustoća (automatski), gustoća (areometar) i pepeo.

Tablica 2: Pregled sudjelovanja SKK u 2008. i 2009. godini.

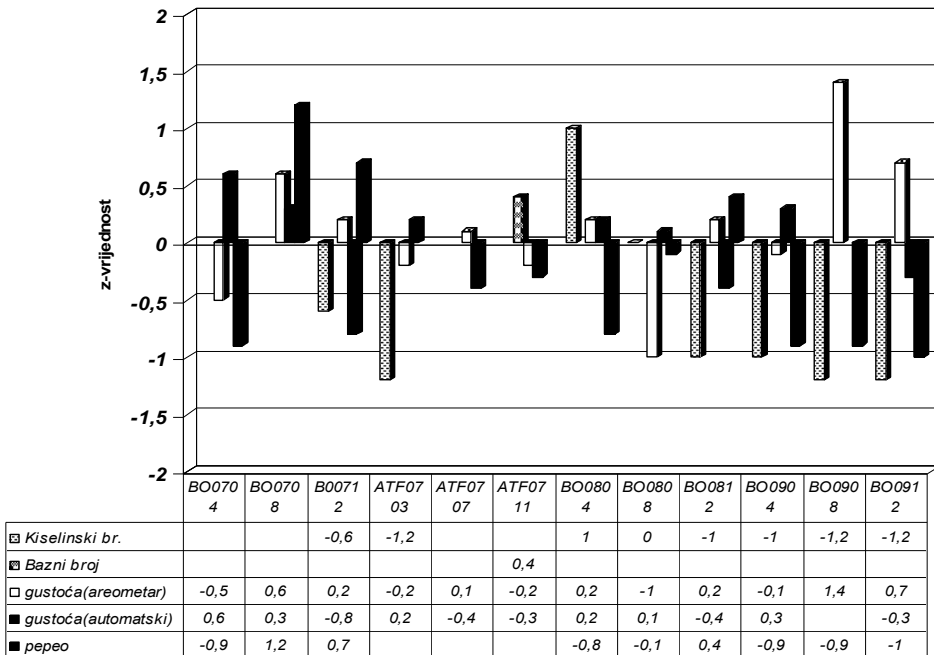
Table 2: Overview of the participation of SKK in 2008. and in 2009.

Godina	Naziv programa / Oznaka programa	Datum dostave uzorka oznaka uzorka	Primjedbe iz izvješća (broj laboratorija, broj provedenih ispitivanja, ocjena rezultata)
2008.	Base Oil Testing / PTPBO2008	1. travnja 2008. / BO0804 2. kolovoza 2008. / BO0808 3. prosinca 2008. / BO0812	54 LABORATORIJA; SKK provela 14 ispitivanja. Svi rezultati zadovoljavajući, z < 2 60 LABORATORIJA; SKK provela 16 ispitivanja. Svi rezultati zadovoljavajući, z < 2 61 LABORATORIJA; SKK provela 14 ispitivanja. Svi rezultati zadovoljavajući, z < 2
2009.	Base Oil Testing / PTPBO2009	1. travnja 2009. / BO0904 2. kolovoza 2009. / BO0908 3. prosinca 2009. / BO0912	66 LABORATORIJA; SKK provela 12 ispitivanja. Svi rezultati zadovoljavajući, z < 2 64 LABORATORIJA; SKK provela 12 ispitivanja. 1 rezultat upitan, z >2 (kinematička viskoznost na 40 °C - PN 173 003/07) 65 LABORATORIJA; SKK provela 14 ispitivanja. 1 rezultat upitan, z >2 (točka paljenja COC-ponovljeno ispitivanje, dobar rezultat)

Tablica 3: Pregled sudjelovanja SKK u 2010. godini.

Table 3: Overview of the participation of SKK in 2010.

Godina	Naziv programa/Oznaka programa	Datum dostave uzorka / oznaka uzorka	Primjedbe iz izvješća (broj laboratorija, broj provedenih ispitivanja, ocjena rezultata)
2010.	Automatic Transmition Fluid / PTPAATF2010	1.ožujka 2010. / ATF1003 2. srpnja 2010. / ATF1007 3. studenoga 2010./ ATF1011	35 LABORATORIJA; SKK provela 13 ispitivanja. Svi rezultati zadovoljavajući, z < 2 35 LABORATORIJA; SKK provela 16 ispitivanja. 1 rezultat upitan, z >2, 36 LABORATORIJA; SKK provela 14 ispitivanja. 1 rezultat upitan, z >2
2010.	Lubricating Grease/ PTPLG2010	1. travnja 2010. / LG1004 2. listopada 2010. / LG1010	65 LABORATORIJA; SKK provela 13 ispitivanja. 1 rezultat odbijen, z >3 68 LABORATORIJA; SKK provela 12 ispitivanja. 1 rezultat upitan, z >2



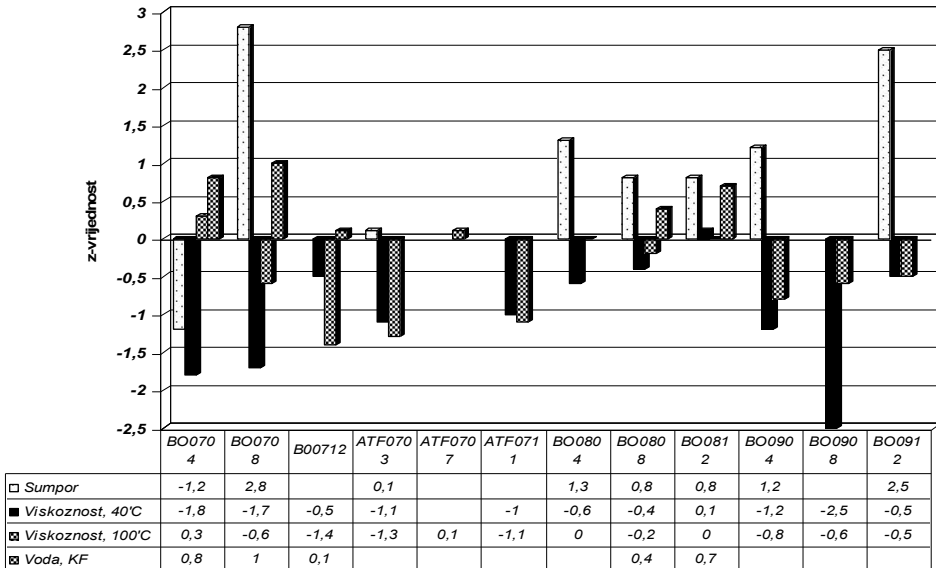
Slika 1: z-vrijednost za kiselinski broj, bazni broj, gustoću (automatski), gustoću (areometar) i pepeo

Figure 1: z-value for the acid number, base number, density (automatic), density (aerometer) and ash

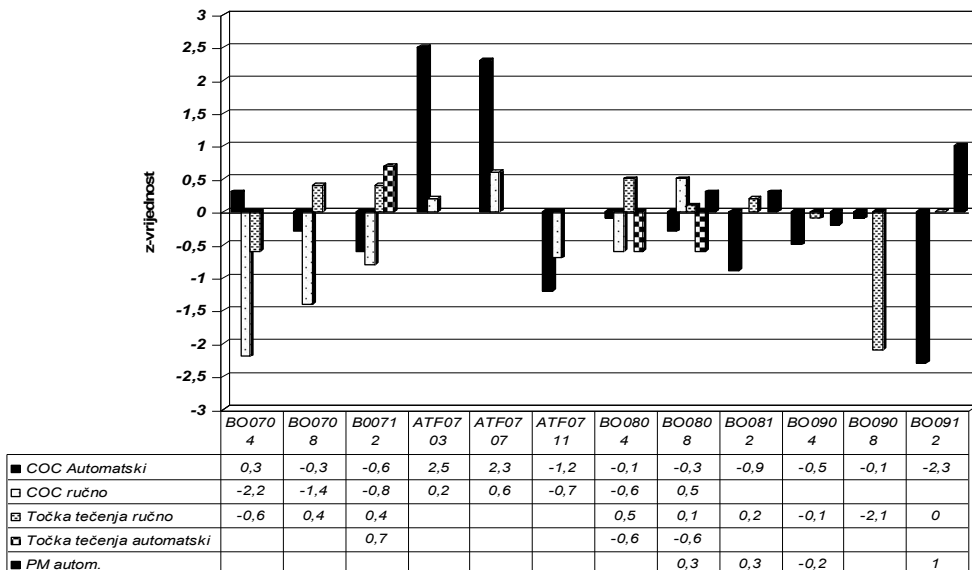
Iz dobivenih rezultata vidljivo je da se sve z-vrijednosti nalaze u području $-2 \leq z \leq 2$ što znači da je osposobljenost laboratorija zadovoljavajuća. Na slici 2 prikazane su z-vrijednosti postignute kod ispitivanja sljedećih svojstava: sadržaj sumpora, viskoznost kod 40 i 100 °C i sadržaj vode (Karl Fischer).

Iz dobivenih rezultata vidljivo je da se z-vrijednosti uglavnom nalaze u području $-2 \leq z \leq 2$ osim kod određivanja sumpora gdje je z-vrijednost upitna, budući da je dobivena srednja vrijednost međulaboratorijskih usporedbenih ispitivanja sadržaja sumpora za dva uzorka niža od granice kvantifikacije koju postizemo na našem uređaju (ED 2000). Jedan rezultat za kinematičku viskoznost na 40 °C također je upitan, z-vrijednost >2 i otvorena je nesukladnost.

Na slici 3 prikazane su z-vrijednosti postignute kod ispitivanja sljedećih svojstava: plamište (COC-automatski), plamište (COC-ručno), točka tečenja (ručno), točka tečenja (automatski) i plamište (PM-automatski). Iz dobivenih rezultata vidljivo je da se z-vrijednosti uglavnom nalaze u području $-2 \leq z \leq 2$. Kod određivanja plamišta (COC-ručno) i plamišta (PM-automatski) dva rezultata su upitna, z-vrijednosti su između 2 i 3 i otvorene su nesukladnosti.



Slika 2: z-vrijednost za sadržaj sumpora, viskoznost kod 40 i 100 °C i sadržaj vode
 Figure 2: z-value for the content of sulfur, viscosity at 40 and 100 °C and content of water



Slika 3: z-vrijednost za plamište (COC-automatski), plamište (COC-ručno), točku tečenja (ručno), točku tečenja (automatski) i plamište (PM-automatski)
 Figure 3: z-value for the flash point (COC-automatic), flash point (COC-manual), pour point (manual), pour point (automatic) and flash point (PM-automatic)

2.1.2 Indikator preciznosti (PI)

Za sve sudionike međulaboratorijskog usporedbenog ispitivanja organizator ASTM osim što šalje rezultate za svaki pojedini uzorak, dugoročno prati i obrađuje postignute z-vrijednosti. Iz tih podataka izračunava indikator preciznosti (PI) koji je pokazatelj preciznosti mjerenja svakog pojedinog svojstva. Da bi se to moglo izračunati, potrebno je najmanje 4 z-vrijednosti. Indikator preciznosti (PI) izračuna se tako da se združena standardna devijacija z-vrijednosti svih laboratorija sudionika podijeli sa standardnom devijacijom z-vrijednosti svakog pojedinog laboratorija. Ukoliko je dobivena vrijednost $PI < 0,80$ preciznost laboratorija se treba poboljšati.

U tablici 4. dani su rezultati statističke obrade z-vrijednosti i indikatora preciznosti za svako pojedino svojstvo koje je statistički obradio ASTM-a u razdoblju od 2007. do 2009. godine. Iz dobivenih rezultata vidljivo je, da je indikator preciznosti za svako pojedino svojstvo $> 0,80$ što ukazuje na dobru preciznost mjerenja u laboratoriju.

Tablica 4: Rezultati statističke obrade z-vrijednosti i indikatora preciznosti (PI) za razdoblje od 2007. do 2009. godine

Table 4: The results of statistical analysis of z-values and Precision Indicator (PI) for period from 2007. to 2009.

Metoda ispitivanja	Prosječna z-vrijednost	STDEV (z-vrijednosti)	Indikator preciznosti (PI)	Združena STDEV
Određivanje gustoće areometrom HRN EN ISO 3675	0,23	0,73	1,26	0,92
Određivanje gustoće digitalnim mjerilom gustoće, ASTM D 4052	-0,15	0,42	1,88	0,79
Određivanje kinematičke viskoznosti kod 40 °C, HRN EN ISO 3104	-1,03	1,12	0,81	0,91
Određivanje kinematičke viskoznosti kod 100 °C, HRN EN ISO 3104	-0,48	0,34	2,59	0,88
Određivanje točke paljenja (COC) automatski, HRN EN ISO 2592	-0,95	0,96	0,92	0,88
Određivanje neutralizacijskog broja HRN ISO 6619	-0,85	0,57	1,44	0,82
Određivanje pepela HRN EN ISO 6245	-0,37	0,70	1,29	0,90
Određivanje količine sumpora HRN EN ISO 8754	1,45	0,73	1,49	1,09

2.2 Organizator IIS

Iz izvješća dobivenih od organizatora usporedbenih ispitivanja IIS Nizozemska analizirani su statistički pokazatelji z-vrijednosti i usporedbe dobivenih vrijednosti za razdoblje od 2007. do 2011. godine. Temeljem ostvarenih rezultata potvrđuje se osposobljenost laboratorija, nepostojanje sustavnih pogreški kao i usporedivost rezultata s drugim laboratorijima. U tablicama 5. i 6. dan je pregled sudjelovanja Službe kontrole kvalitete u međulaboratorijskim usporedbenim ispitivanjima IIS. Prikazani su rezultati za 15 uzoraka, ukupno 160 ispitivanja. Važno je naglasiti da su od ukupno 15 uzoraka 5 uzoraka nerabljenog i 10 uzoraka rabljenog mazivog ulja.

Tablica 5: Pregled sudjelovanja SKK u 2007. i 2008. godini

Table 5: Overview of the participation of SKK in 2007. and in 2008.

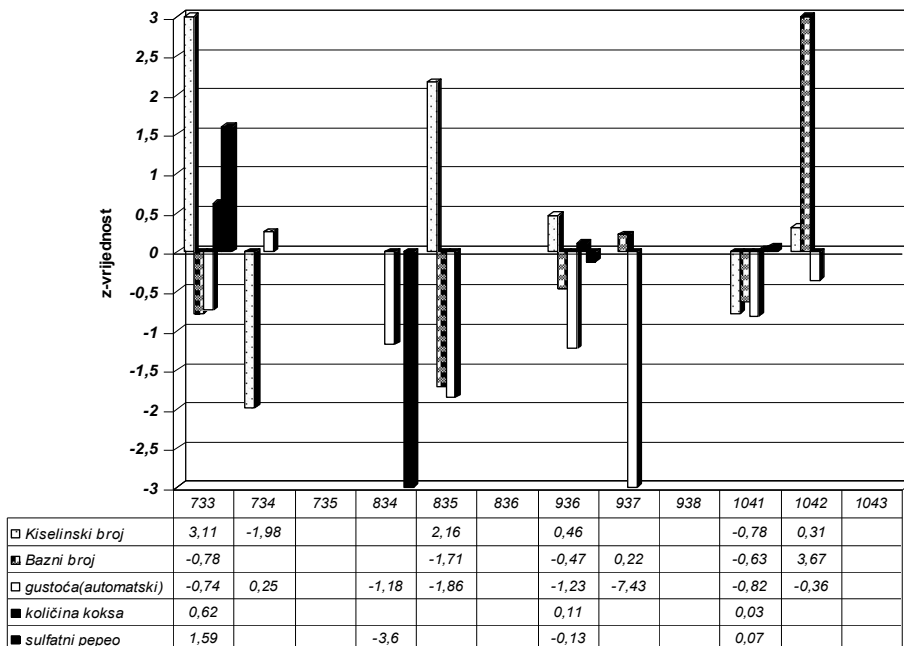
Godina	Naziv programa	Oznaka uzorka	Primjedbe iz izvješća broj provedenih ispitivanja / ocjena rezultata
2007.	Unused Lubricating Oil	0733	15 ispitivanja - svi rezultati zadovoljavajući
	Used Lubricating Oil	0734; 0735	15 ispitivanja - 2 rezultata upitna (sadržaj barija i kroma - PN 172001/07)
2008.	Unused Lubricating Oil	0834	10 ispitivanja - 3 rezultata ne zadovoljavaju (vis. 40 °C i 100 °C - PN 173002/08; sulfatni pepeo - PN 173003/08)
	Used Lubricating Oil	0835; 0836	17 ispitivanja - svi rezultati zadovoljavajući

Tablica 6: Pregled sudjelovanja SKK u 2009.; 2010. i 2011. godini

Table 6: Overview of the participation of SKK in 2009., 2010. and 2011.

2009.	Unused Lubricating Oil	0936	13 ispitivanja - 2 rezultata ne zadovoljavaju (vis. 40 °C i 100 °C - PN 173002/09, pokrenuta popravna radnja 02/09)
	Used Lubricating Oil	0937; 0938	18 ispitivanja - 1 rezultat ne zadovoljava (gustoća na 15 °C - PN 173003/09)
2010.	Unused Lubricating Oil	1041	16 ispitivanja – 1 rezultat upitan (viskoznost 100 °C)
	Used Lubricating Oil	1042; 1043	20 ispitivanja - 1 rezultat upitan (bakar) i 2 rezultata odbačena (bazni broj i plamište PM)
2011.	Unused Lubricating Oil	11041	16 ispitivanja – 2 rezultata upitna (točka tečenja i cink)
	Used Lubricating Oil	11042; 11043	20 ispitivanja - 2 rezultata upitna (mangan i bakar)

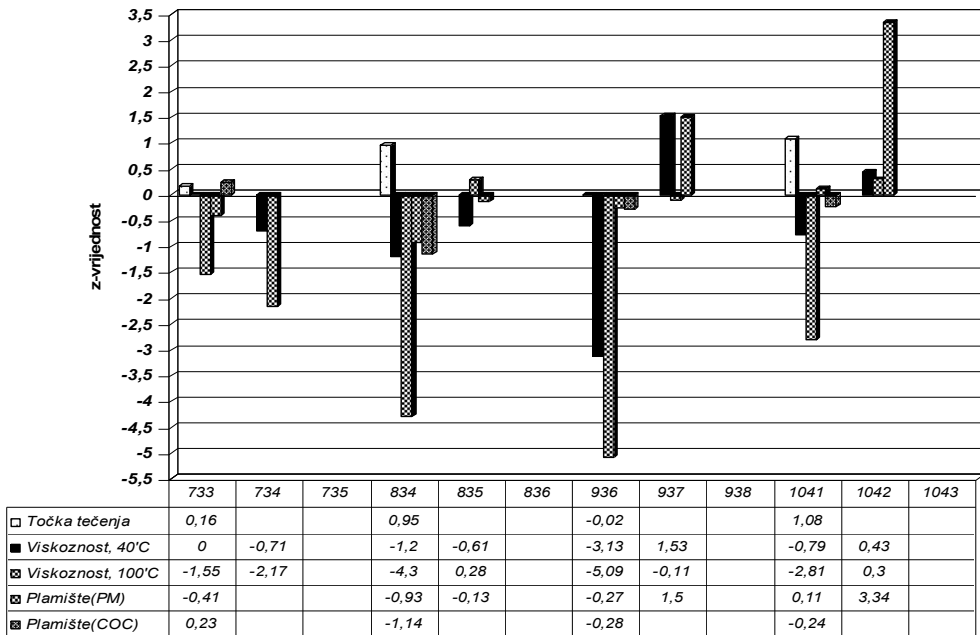
Upozoravajući ili neprihvatljivi rezultati upućuju na postojanje sustavnih pogrešaka i tada je potrebno poduzimanje popravnih radnji. Prihvatljivi rezultati ispitivanja upućuju na to da su rezultati zadovoljavajući i da u procesu ispitivanja nema sustavnih pogrešaka. Na slici 4. prikazane su z-vrijednosti postignute kod ispitivanja sljedećih svojstava: kiselinski broj, bazni broj, gustoća (automatski), količina koksa i sulfatni pepeo. Iz dobivenih rezultata vidljivo je da se z-vrijednosti uglavnom nalaze u području $-2 \leq z \leq 2$. Kod određivanja baznog broja, kiselinskog broja i gustoće u jednom slučaju z-vrijednosti su > 3 i otvorene su nesukladnosti.



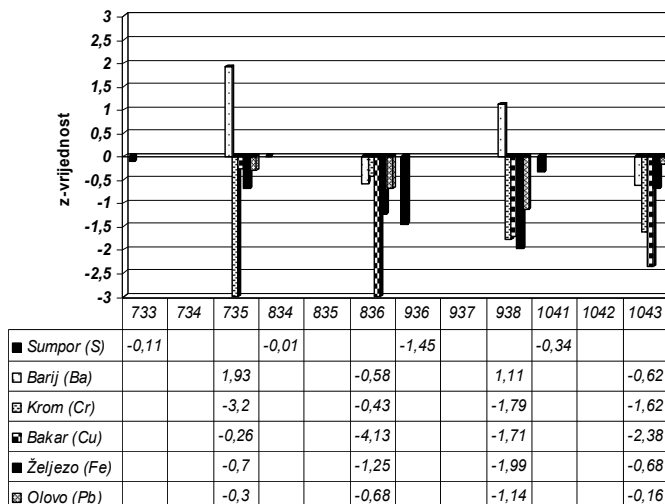
Slika 4: z-vrijednost za kiselinski broj, bazni broj, gustoću (automatski), količinu koksa i sulfatni pepeo

Figure 4: z-value for the acid number, base number, density (automatic) amount of coke and sulfated ash

Na slici 5 prikazane su z-vrijednosti postignute kod ispitivanja sljedećih svojstava: točka tečenja, viskoznost pri 40 i 100 °C i plamište (PM/COC). Iz dobivenih rezultata vidljivo je da se većina z-vrijednosti nalazi u području $-2 \leq z \leq 2$. Kod određivanja viskoznosti pri 40 i 100 °C dva uzorka imaju $z > 2$, rezultati su upitni, a druga dva $z > 3$ i otvorene su nesukladnosti. Na slici 6. prikazane su z-vrijednosti postignute kod ispitivanja sljedećih svojstava: sumpor (S), barij (Ba), krom (Cr), bakar (Cu), željezo (Fe) i olovo (Pb). Iz dobivenih rezultata vidljivo je da se z-vrijednosti uglavnom nalaze u području $-2 \leq z \leq 2$. Kod određivanja količine bakra i kroma u jednom slučaju su z-vrijednosti veće od 3 i otvorene su nesukladnosti.

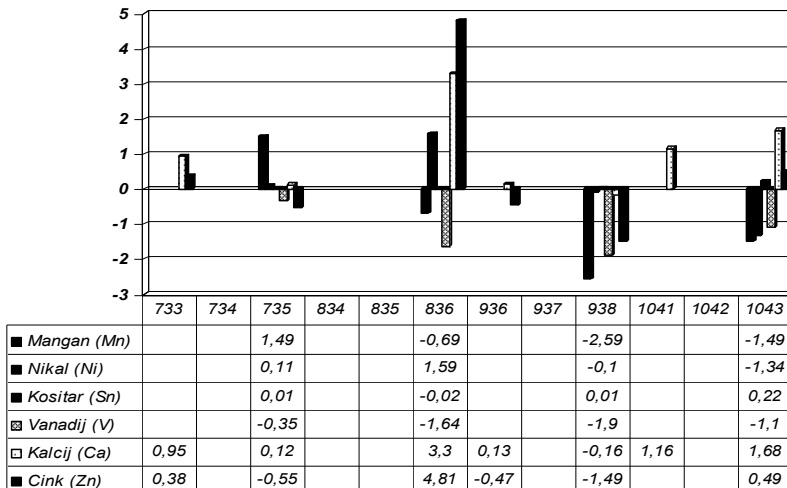


Slika 5: z-vrijednosti za točku tečenja, viskoznost kod 40 i 100 °C i plamište (PM/COC)
 Figure 5: z-value for the pour point, viscosity at 40 and 100 °C and flash point (PM/COC)



Slika 6: z-vrijednosti za sumpor (S), barij (Ba), krom (Cr), bakar (Cu), željezo (Fe) i olovo (Pb)
 Figure 6: z-values for sulfur (S), barium (Ba), chromium (Cr), irin (Fe) and lead (Pb)

Na slici 7. prikazane su z-vrijednosti postignute kod ispitivanja sljedećih svojstava: mangan (Mn), nikal (Ni), kositar (Sn), vanadij (V), kalcij (Ca) i cink (Zn). Iz dobivenih rezultata vidljivo je da se z-vrijednosti uglavnom nalaze u području $-2 < z < 2$. Kod određivanja količine kalcija i cinka u jednom slučaju je $z > 3$ i otvorene su nesukladnosti. Valja naglasiti da se u ovim slučajevima radi o uzorcima rabljenog ulja i rezultate IIS nije odbacio već su uključeni u statističku obradu rezultata.



Slika 7: z-vrijednosti za mangan (Mn), nikal (Ni), kositar (Sn), vanadij (V), kalcij (Ca), cink (Zn)
Figure 7: z-values for manganese (Mn), nickel (Ni), tin (Sn), vanadium (V), calcium (Ca) and zinc (Zn)

2.2.1 Usporedba rezultata međulaboratorijskog ispitivanja

Za sve sudionike međulaboratorijskog usporedbenog ispitivanja organizator IIS osim što šalje rezultate za svaki pojedini uzorak, dugoročno prati i obrađuje postignute rezultate i daje pregled broja uzoraka, broja obrađenih rezultata i broja odbačenih rezultata za razdoblje od zadnje četiri godine (2008.-2011.). Jedna takva usporedba dana je u tablici 7. za nerabljena, a u tablici 8. za rabljena maziva ulja.

Tablica 7: Rezultati usporedbe za nerabljena maziva ulja
Table 7: The results of comparison for unused lubricating oils

	2011. g.	2010. g.	2009. g.	2008. g.
Broj sudionika	78	96	86	86
Ukupan broj rezultata	804	985	813	656
Broj odbačenih rezultata	33	52	45	48
Broj odbačenih rezultata, %	4,1	5,3	5,5	7,3

Tablica 8: Rezultati usporedbe za rabljena maziva ulja
Table 8: The results of comparison for used lubricating oils

	2011. g.	2010. g.	2009. g.	2008. g.
Broj sudionika	75	82	79	86
Ukupan broj rezultata	1257	1409	1125	963
Broj odbačenih rezultata	52	88	74	64
Broj odbačenih rezultata, %	4,1	6,2	6,6	6,6

U međulaboratorijskim usporedbama dopušteni postotak odbačenih rezultata je od 3 do 7,5 %.

2.3 Organizator Služba kontrole kvalitete Maziva-Zagreb d.o.o.

Međulaboratorijsko usporedbeno ispitivanje rashladne tekućine oznake LAB 158/2010 provedeno je u četiri neovisna laboratorija i obuhvatilo je devet metoda ispitivanja. Organiziranje jednog takvog usporedbenog ispitivanja sastoji se od: izrade plana provedbe, odabira uzoraka, odabira sudionika ispitivanja, odabira metoda ispitivanja, slanja uzoraka svim sudionicima, obrade rezultata ispitivanja, izrade izvješća i na kraju, slanja izvješća svim sudionicima. Da bi se osigurala tajnost podataka, svaki sudionik dobiva šifru. Služba kontrole kvalitete pripremila je uzorke i distribuirala dostatnu količinu na ispitivanje prema dogovoru s navedenim laboratorijima. Uz uzorke je dostavljen i obrazac Međulaboratorijsko izvješće o rezultatima.

Ispitivanje značajki kvalitete ispitnih uzoraka proveli su sljedeći sudionici:

1. RAFINERIJA MODRIČA - Ispitni laboratorij
2. NIS PETROL - RAFINERIJA NAFTE NOVI SAD - Laboratorij
3. MAZIVA-ZAGREB d.o.o. - Služba razvoja proizvoda – SRP
4. MAZIVA-ZAGREB d.o.o. - Služba kontrole kvalitete – SKK

Na dostavljenim uzorcima ispitana su fizikalno-kemijska svojstva prema sljedećim normama:

ASTM D 1122 - Standard Test Method for Density or Relative Density of Engine Coolant concentrates and Engine Coolants By The Hydrometer,

ASTM D 3321 - Standard Test Method for Use of the Refractometer for Field Test Determination of the Freezing Point of Aqueous Engine Coolants,

ASTM D 1177 - Standard Test Method for Freezing Point of Aqueous Engine Coolants,

ASTM D 1287 - Standard Test Method for pH of Engine Coolants and Antirusts,

ASTM D 1120 - Standard Test Method for Boiling Point of Engine Coolants,

ASTM D 1121 - Standard Test Method for Reserve Alkalinity of Engine Coolants and Antirusts,

ASTM D 1881 - Standard Test Method for Foaming Tendencies of Engine Coolants in Glassware,

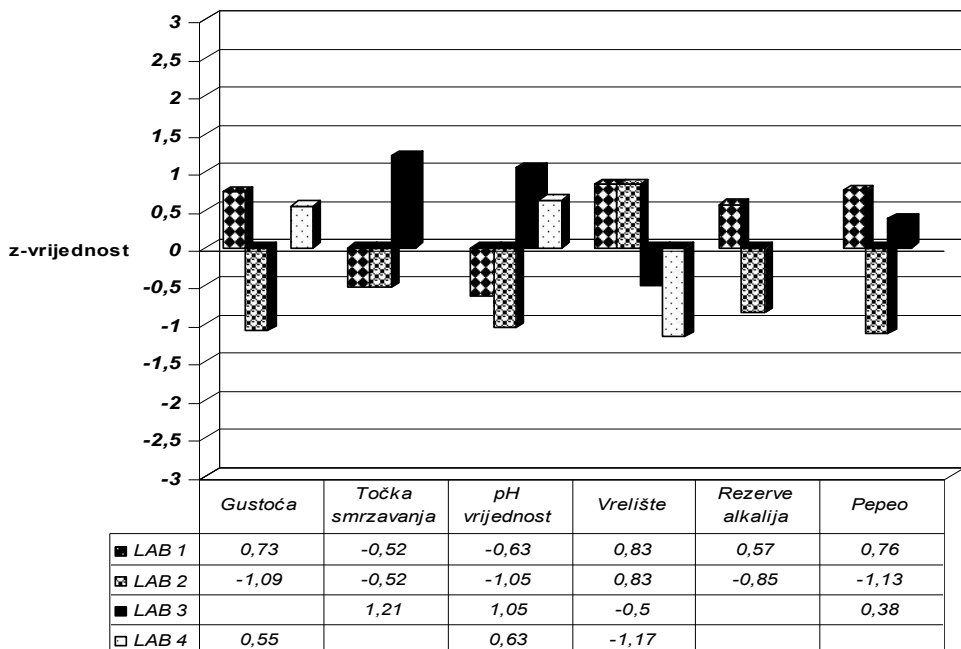
ASTM D 1384 - Standard Test Method for Corrosion Test for Engine Coolants in Glassware,

ASTM D 1119 - Standard Test Method for Ash of Engine Coolants and Antirusts.

Korištene su sljedeće metode za obradu podataka:

1. ISO 4259 – Naftni proizvodi – Određivanje i primjena podataka o preciznosti u odnosu na metode ispitivanja,
2. ASTM Committee D-2 Interlaboratory Crosscheck Program Base Oil Sample ID: BO0912, December 2009.

Obrađeni su rezultati mjerenja i izračunate su z-vrijednosti. Na slici 8. prikazane su z-vrijednosti dobivene za ispitivanja sljedećih svojstava: gustoće, točke smrzavanja, pH vrijednosti, vrelišta, rezerve alkalija i pepela. z-vrijednosti nisu izračunate za rezultate koji su odbačeni, jer ne zadovoljavaju uvjet obnovljivosti zadanih metoda.

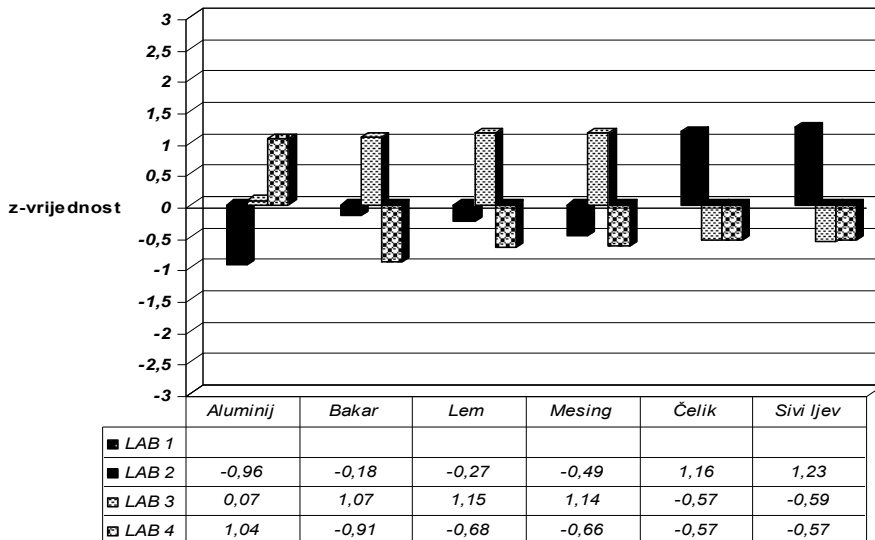


Slika 8: z-vrijednosti za gustoću, točku smrzavanja, pH vrijednost, vrelište, rezerve alkalija i pepeo

Figure 8: z-values for density, freezing point, pH, boiling point, reserve alkalinity and ash

Statističkom obradom rezultata ispitivanja došlo je do odbacivanja jednog mjerenja kod određivanja točke smrzavanja i dva mjerenja kod određivanja rezerve alkalija zbog nezadovoljavanja uvjeta obnovljivosti zadanih metoda ispitivanja.

Na slici 9 prikazane su z-vrijednosti postignute kod ispitivanja korozivnosti - gubitak mase etalonskih pločica. Laboratorij 1 nije dostavio rezultate ispitivanja korozivnosti. Iz dobivenih rezultata vidljivo je da se sve z-vrijednosti nalaze u području $-2 < z < 2$.



Slika 9: z-vrijednosti za korozivnost – gubitak mase etalonskih pločica
Figure 9: z-values for corrosion – weight loss of metal etalons

3. Zaključak

Da bi se osigurao stalni nadzor nad provedbom ispitnih metoda kao i kvalitetom ispitnih rezultata, treba uspostaviti postupak za osiguranje kvalitete i njegovu primjenu u svakodnevnom radu laboratorija. Iz dobivenih rezultata vidljivo je da su metode stabilne i u stanju statističke kontrole. Rezultati pokazuju da nisu prisutne sustavne pogreške i da se metode primjenjuje na odgovarajući način. Vanjskom kontrolom kvalitete i ostvarenim rezultatima na međulaboratorijskim usporedbenim ispitivanjima, koji su zadovoljavajući, dokazana je usporedivost naših rezultata s drugim laboratorijima.

Iz dobivenih rezultata obrađenih od ASTM-a vidljivo je da je indikator preciznosti (PI) za svako pojedino svojstvo veći od 0,8 što ukazuje na dobru preciznost mjerenja u laboratoriju. To je potvrda da su analitičari koji provode ispitivanja osposobljeni, što doprinosi neprestanom poboljšanju rada laboratorija. Vidljivo je i povećanje broja sudionika u međulaboratorijskim usporedbama što ukazuje na važnost sudjelovanja u takvim ispitivanjima.

Iz dobivenih rezultata obrađenih od IIS-a vidljivo je i smanjenje broja odbačenih rezultata sa 7,3 % u 2008. godini na 4,1 % u 2011. godini.

Uspješnost laboratorija u međulaboratorijskim usporedbenim ispitivanjima ocjenjuje se iz z-vrijednosti. Iz dobivenih rezultata obrađenih od Službe kontrole kvalitete Maziva Zagreb d.o.o. sve dobivene z-vrijednosti nalaze u rasponu od -2 do +2, i osposobljenost laboratorija je zadovoljavajuća. Ograničavajući faktor kod statističke obrade rezultata kod izražavanja z-vrijednosti je nedovoljan broj laboratorija koji je Služba kontrole kvalitete uzela u obzir te će kod sljedećeg organiziranja pronaći veći broj sudionika. Provedena međulaboratorijska usporedbena ispitivanja, osim što služe zadovoljenju zahtjeva norme HRN EN ISO/IEC 17025 pridonose i boljoj suradnji među laboratorijima koji su proveli sama ispitivanja.

Tijekom sudjelovanja u međulaboratorijskim usporedbenim ispitivanjima u Službi kontrole kvalitete zaprimljen je 41 uzorak i ispitano 400 svojstava, a od toga je 9 rezultata sa z-vrijednošću > 3 (2,3 %).

Literatura / References

- [1] ASTM Committee D-2 Interlaboratory Crosscheck Program: Base Oil Sample ID: BO0704, April 2007.; BO0708, August 2007.; BO0712, December 2007. / Automatic Transmission Fluid Sample ID: ATF0703, March 2007.; ATF0707, July 2007.; ATF0711, November 2007. / Base Oil Sample ID: BO0804, April 2008.; BO0808, August 2008.; BO0812, December 2008. / Base Oil Sample ID: BO0904, April 2009.; BO0908, August 2009.; BO0912, December 2009. / Automatic Transmission Fluid Sample ID: ATF1003, March 2010.; ATF1007, July 2010.; ATF1011, November 2010. / Lubricating Grease Sample ID: LG1004 April 2010.; LG1010 October 2010.
- [2] Institute for Interlaboratory Studies Spijkenisse, Netherlands: Results of Proficiency Test Used and Unused Lubricating oil April 2007, July 2007 / Results of Proficiency Test Used and Unused Lubricating oil April 2008, June 2008 / Results of Proficiency Test Used and Unused Lubricating oil April 2009, June 2009 / Results of Proficiency Test Used and Unused Lubricating oil May 2010, June 2010 / Results of Proficiency Test Used and Unused Lubricating oil May 2011, June 2011.
- [3] HRN EN ISO/IEC 17025 Opći zahtjevi za osposobljenost ispitnih i umjernih laboratorija
- [4] CITAC/EURACHEM GUIDE, Guide to Quality in Analytical Chemistry, 2002.

Ključne riječi: međulaboratorijsko usporedbeno ispitivanje, kontrola kvalitete

Key words: Interlaboratory Comparative Testing, Quality Control

Autori / Authors

Ružica Marinčić; Ankica Barišić

Maziva-Zagreb d.o.o., Radnička cesta 175, 10000 Zagreb, Hrvatska

e-mail: ruzica.marincic@ina.hr

Primljeno / Received: 10.10.2011.

Prihvaćeno / Accepted: 22.12.2011.