

PROGRAM BADAŃ BIEGŁOŚCI

Nr CCB/PT-4.4/C.1

wydanie 1 z dnia 07.01.2025 r.

Cement

Opracował:

Agata Dziubek
Statystyk

Brygida Augustyniok
Kierownik Techniczny

Zatwierdził:

Brygida Augustyniok
Koordinator

07.01.2025 r.

Data i podpis

Spis treści

1. Organizator badań biegłości	3
2. Osoby zaangażowane w projektowanie i działanie programu badań biegłości	3
3. Cel programu	3
4. Podwykonawstwo.....	4
5. Kryteria uczestnictwa w badaniu biegłości.....	4
6. Zakres organizowanych badań biegłości	5
7. Potencjalne źródła błędów	6
8. Środki zapobiegawcze w celu zapobieżenia zmowie pomiędzy Uczestnikami.....	6
9. Wytwarzanie, magazynowanie i dystrybucja obiektów badań oraz instrukcje dla Uczestników ...	6
10. Sprawdzenie jednorodności i stabilności obiektów badań biegłości	7
10.1. Jednorodność	7
10.2. Stabilność	11
10.3. Postępowanie w przypadku niejednorodności i niestabilności (wg ISO 13528:2022-08 Annex B.2.5, B.5)	13
10.3.1. Niejednorodność	13
10.3.2. Niestabilność	13
11. Metoda i kryteria oceny	13
11.1. Wyznaczenie wartości przypisanej.....	16
11.1.1. Metoda II Wartość uzgodniona na podstawie wyników Uczestników rundy (wg ISO 13528:2022-08 pkt 7.7)	16
11.2. Wyznaczenie wartości σ_{pt}	17
11.2.1. Metoda I Wartość wymagana - opinia ekspertów (wg ISO 13528:2022-08 pkt 8.2).....	17
11.2.2. Metoda III Wartość na podstawie badania precyzji metody pomiarowej - odchylenia standardowe powtarzalności i odtwarzalności (wg ISO 13528:2022-08 pkt 8.5)	17
11.2.3. Metoda IV Wartość na podstawie danych otrzymanych w tej samej rundzie programu badania biegłości (wg ISO 13528:2022 pkt 8.6)	17
11.3. Kryteria oceny.....	18
12. Sprawozdanie	19
13. Skargi i odwołania.....	20
14. Kontakt z Uczestnikiem	20
15. Dokumenty odniesienia.....	21

1. Organizator badań biegłości

Centrum Certyfikacji BARG Sp. z o.o.
Dział Badań Biegłości
ul. Delfina 4B, 03-194 Warszawa
e-mail: badania.bieglosci@barg.pl
NIP 524-29-36-340

W zakresie niniejszych badań biegłości Organizator PT zobowiązuje się do zachowania poufności wszelkich informacji przekazywanych przez Uczestników, w tym m.in. wyników badań i tożsamości poszczególnych Uczestników oraz bezstronności w ocenie ich działań, a także zabezpieczenia dokumentacji dotyczącej badań przed dostępem osób nieupoważnionych.

Niniejszy program badań biegłości realizowany jest zgodnie z wymaganiami normy PN-EN ISO/IEC 17043:2011^w. Organizator PT posiada akredytację Polskiego Centrum Akredytacji w zakresie obiektów i właściwości zgodnie z Zakresem Akredytacji Nr PT 014, dostępnym na stronie internetowej Organizatora PT www.ccbarg.pl oraz na stronie PCA www.pca.gov.pl. Niniejszy obiekt i program badań biegłości nie jest objęty Zakresem Akredytacji Nr PT 014.

2. Osoby zaangażowane w projektowanie i działanie programu badań biegłości

Koordinator / Kierownik Techniczny Brygida Augustyniok
Centrum Certyfikacji BARG Sp. z o.o.
E-mail: brygida.augustyniok@barg.pl
Tel: +48 661 630 153

Statystyk Agata Dziubek
Centrum Certyfikacji BARG Sp. z o.o.
E-mail: agata.dziubek@barg.pl
Tel: +48 691 227 465

3. Cel programu

Celem programu badania biegłości jest:

- ocena rezultatów działania Uczestnika do prowadzenia określonych badań
- dostarczenie dowodów do potwierdzenia ważności wyników i kompetencji technicznych Uczestnika
- możliwość wykorzystania badań biegłości do identyfikowania przez Uczestnika obszarów do doskonalenia
- dostarczenie klientom dodatkowych informacji zwiększających zaufanie

^w norma posiadająca status wycofanej

4. Podwykonawstwo

Podczas realizacji niniejszego programu badań biegłości Organizator PT będzie korzystał z podwykonawstwa w zakresie wykonywania badań do oceny jednorodności i stabilności.

Niniejsze badania będą realizowane przez akredytowane laboratoria:

- BARG Południe Sp. z o.o. z siedzibą w Siemianowicach Śląskich, Zakres Akredytacji Nr AB 804,
- Centrum Technologiczne Betotech Sp. z o.o. z siedzibą w Dąbrowie Górniczej, Zakres Akredytacji Nr AB 829.

Jeżeli podczas trwania programu wystąpi konieczność skorzystania z podwykonawstwa w innym zakresie, Organizator PT niezwłocznie pisemnie poinformuje Uczestników o usługach, które dodatkowo zamierza podzlecić.

Organizator badań biegłości nie podzleca planowania programu badania biegłości, oceny rezultatów działania, ani opracowania i autoryzacji końcowego sprawozdania.

5. Kryteria uczestnictwa w badaniu biegłości

Udział w badaniach biegłości możliwy jest po akceptacji warunków uczestnictwa zawartych w niniejszym programie, co następuje w wyniku przesłania Formularza zgłoszeniowego dedykowanego danej rundzie, w terminie wskazanym w Harmonogramie programu PT, na adres badania.bieglosci@barg.pl.

Forma badań biegłości jest otwarta i jest realizowana w sposób cykliczny. Udział mogą wziąć laboratoria akredytowane i nieakredytowane oraz inne zainteresowane strony prowadzące działania związane z oceną zgodności. Minimalna liczba Uczestników dla każdej z metod wynosi 5, natomiast maksymalna 30. W przypadku zbyt małej liczby zgłoszeń Organizator PT może wydłużyć czas przyjmowania zgłoszeń (co może wpłynąć na terminy wskazane w Harmonogramie programu dla danej rundy) lub odwołać badanie biegłości w zakresie danej właściwości, o czym Uczestnicy zostaną niezwłocznie poinformowani. W przypadku przekroczenia liczby Uczestników, decyduje kolejność zgłoszeń. W przypadku zbyt dużej liczby chętnych, Organizator PT może ogłosić realizację dodatkowych rund według niniejszego programu. Uczestnik może wziąć udział w badaniu biegłości dla wybranych właściwości. Badania powinny zostać wykonane przez Uczestnika wg metod badawczych określonych przez Organizatora PT.

W badaniu biegłości, dla danej metody, nie może wziąć udziału więcej niż:

- 2 Uczestników z jednego podmiotu, w przypadku gdy łączna liczba Uczestników wynosi 10 i poniżej,
- 3 Uczestników z jednego podmiotu, w przypadku gdy łączna liczba Uczestników wynosi powyżej 10.

Uczestnik, który nie posiada akredytacji na dane badanie, również zobowiązany jest do przeprowadzenia badania przy wykorzystaniu nadzorowanego wyposażenia z zapewnieniem spójności pomiarowej, zgodnie z DA-06.

Szczegóły realizacji programu badań biegłości opisane są w Instrukcji, opracowanej dla każdej rundy programu. Uczestnik powinien postępować zgodnie z wymaganiami Instrukcji.

Wyniki badań od Uczestników powinny być podawane wraz z rozszerzoną niepewnością pomiaru, z taką samą dokładnością i w takiej samej jednostce, jak wynik badania, przy określonym współczynniku rozszerzenia k i prawdopodobieństwie rozszerzenia p , zgodnie z ILAC-G17.

Wyniki Uczestników niespełniające wymagań programu i/lub instrukcji dla Uczestników, m.in. wyniki badań uzyskane przy zastosowaniu innej metody badawczej, niespełnieniu wymagań dotyczących spójności pomiarowej, czy podane bez niepewności pomiaru, nie zostaną wykorzystane do wyznaczenia wartości x_{pt} i σ_{pt} .

Udział w badaniach biegłości jest płatny. Koszty uczestnictwa zostały przedstawione w Formularzu zgłoszeniowym. Nie obejmują kosztów dostarczenia obiektów badań biegłości do Uczestnika. Transport próbek odbywa się za pośrednictwem i według cennika firmy spedycyjnej, na koszt Uczestnika. Po rejestracji uczestnictwa Organizator PT przesyła Uczestnikowi fakturę VAT z terminem płatności 14 dni. Sprawozdanie z badania biegłości może zostać przekazane Uczestnikowi po uregulowaniu płatności za udział w badaniu. Niedostarczenie przez Uczestnika wyników badania biegłości nie zwalnia go z obowiązku zapłaty zgodnie z zakresem zgłoszonego uczestnictwa.

Uczestnik ma prawo do bezkosztowej rezygnacji z udziału w badaniach biegłości, co wymaga przesłania pisemnej rezygnacji na adres e-mail badania.bieglosci@barg.pl w terminie do 14 dni od planowanego terminu zakończenia przesyłania zgłoszeń.

6. Zakres organizowanych badań biegłości

Lp.	Wielkość mierzona / właściwość	Dokument odniesienia
1.	Wytrzymałość na ściskanie	PN-EN 196-1:2016-07
2.	Wytrzymałość na zginanie	PN-EN 196-1:2016-07
3.	Konsystencja normowa	PN-EN 196-3:2016-12
4.	Czas wiązania (początek i koniec czasu wiązania)	PN-EN 196-3:2016-12
5.	Stąłość objętości	PN-EN 196-3:2016-12
6.	Strata prażenia	PN-EN 196-2:2013-11
7.	Zawartość siarczanów SO_3	PN-EN 196-2:2013-11
8.	Zawartość chlorków Cl	PN-EN 196-2:2013-11
9.	Zawartość części nierozpuszczalnych NR	PN-EN 196-2:2013-11
10.	Zawartość dwutlenku węgla CO_2	PN-EN 196-2:2013-11
11.	Gęstość właściwa	PN-EN 196-6:2019-01
12.	Powierzchnia właściwa wg Blaine'a	PN-EN 196-6:2019-01
13.	Zawartość chromu Cr (VI) rozpuszczalnego w wodzie	PN-EN 196-10:2016-07

Realizowany zakres wielkości mierzonych/właściwości jest określony w Formularzu zgłoszeniowym i definiowany w ramach kolejnych rund programu zgodnie z Harmonogramem programu PT na dany rok kalendarzowy.

Szczegółowe informacje, co należy identyfikować, mierzyć lub badać podawane są w Instrukcji oraz Kartach wyników badań. Instrukcje i Karty wyników badań udostępniane są Uczestnikom najpóźniej w dniu przekazania próbek do badań biegłości.

Zakres wartości i/lub właściwości spodziewanych dla obiektów badania biegłości wskazany jest w Formularzu zgłoszeniowym i/lub Instrukcji do danej rundy.

7. Potencjalne źródła błędów

- Nieprawidłowe postępowanie z obiektami do badań
- Wystąpienie zmowy wśród Uczestników
- Wyposażenie niespełniające wymagań dokumentu odniesienia
- Wyposażenie niesprawne w trakcie wykonywania badania
- Wpływ warunków środowiskowych podczas wykonywania badania
- Mała liczba Uczestników
- Zastosowanie innej metody przez Uczestnika niż wymagana w programie badania biegłości
- Niezastosowanie się do wytycznych Organizatora PT
- Niezastosowanie się do wytycznych zawartych w metodach badawczych
- Okres i sposób przechowywania obiektu badania biegłości

8. Środki zapobiegawcze w celu zapobieżenia znowie pomiędzy Uczestnikami

Każdy z Uczestników poprzez podpisanie formularza zgłoszeniowego zobowiązuje się zachowania poufności uzyskanych wyników badań względem pozostałych Uczestników, a także zabezpieczenia dokumentacji dotyczącej badań biegłości przed dostępem osób nieupoważnionych.

Uczestnik zobowiązany jest do wykonywania badań i przekazania wyników tych badań do Działu Badań Biegłości (DBB) Organizatora PT, bez porozumienia się z innymi Uczestnikami, w których udział w danym programie jest mu znany z innych źródeł. W przypadku zidentyfikowania zmowy, Uczestnicy zostaną wyeliminowani z udziału w danej rundzie i ponoszą całkowite koszty uczestnictwa w programie badań biegłości. Należy jednak zaznaczyć, że unikanie zmowy i fałszowania wyników jest obowiązkiem każdego Uczestnika.

9. Wytwarzanie, magazynowanie i dystrybucja obiektów badań oraz instrukcje dla Uczestników

Obiekty badań biegłości wytwarzane są w sposób zapewniający uzyskanie wysokiej ich jednorodności poprzez pozyskanie materiału luzem lub workowanego od jednego wytwórcy z produkcji stanowiącej tą samą partię cementu.

Magazynowanie obiektów badań biegłości odbywa się w warunkach zgodnych z wymaganiami metod badawczych, uniemożliwiających wpływ czynników zewnętrznych na ich właściwości, w sposób pozwalający na utrzymanie ich odpowiedniej stabilności.

Stosowany sposób pakowania obiektów badań biegłości, celem przekazania ich Uczestnikom, ma zapewnić, że rodzaj i czas transportu nie wpłyną negatywnie na ich stan i właściwości.

Obiekty badań biegłości dostarczane są do Uczestników za pośrednictwem firmy spedycyjnej. W trakcie dostarczenia przesyłki (w obecności kuriera) Uczestnik zobowiązany jest sprawdzić jej stan. O wszelkich uszkodzeniach dostarczonej próbki należy bezzwłocznie poinformować Koordynatora badań biegłości.

W przypadku zaginięcia lub uszkodzenia obiektów badań, jeśli to możliwe, Koordynator przesyła Uczestnikowi próbkę zapasową z puli próbek archiwalnych.

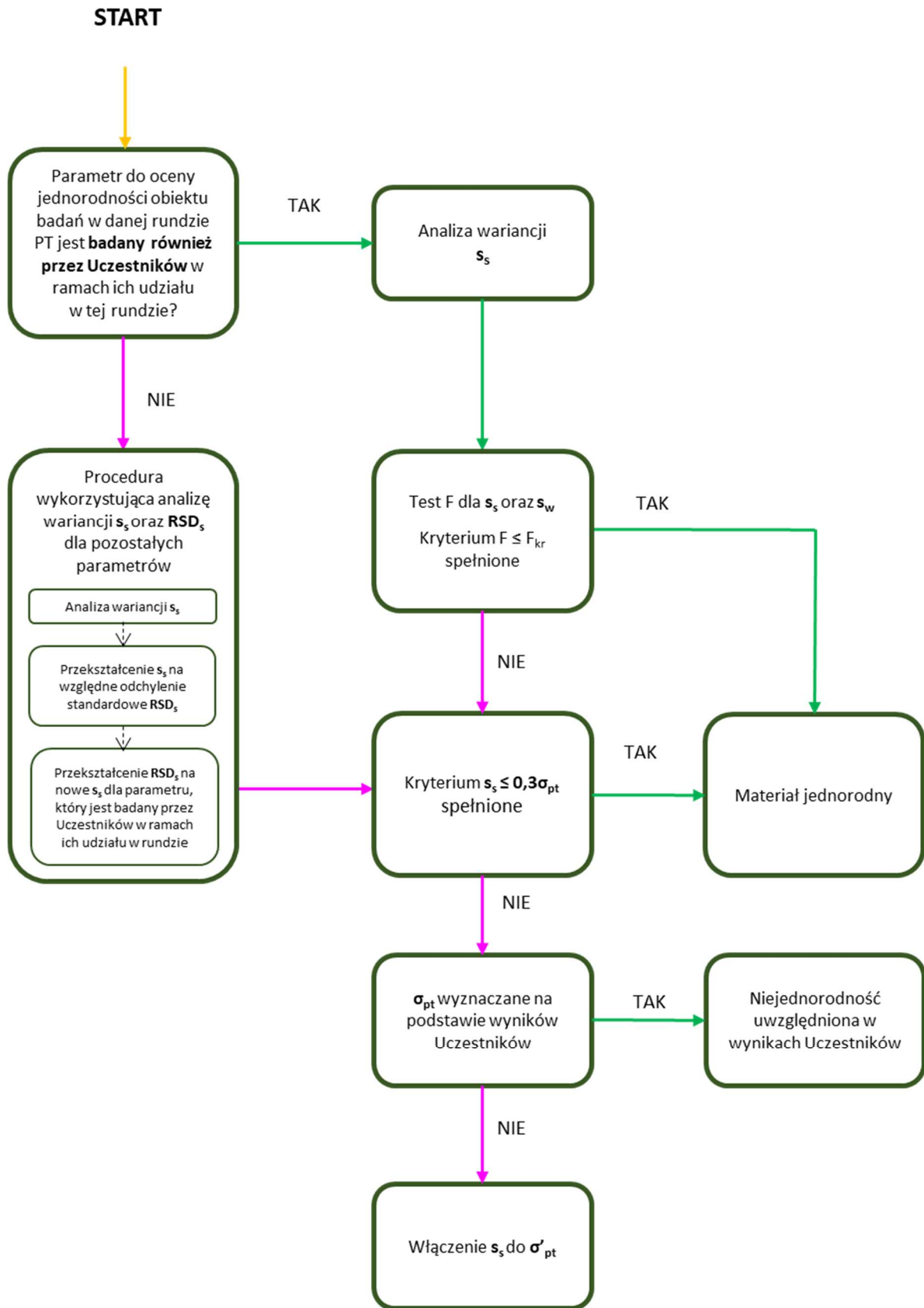
Wszelkie informacje związane z realizacją programu badań biegłości zostały opisane w niniejszym programie, Harmonogramie programu PT lub są przekazywane Uczestnikowi w formie Instrukcji dla Uczestników.

Instrukcja dla Uczestników zawiera szczegółowe informacje związane z realizacją badań, takie jak: rodzaj, wielkość i/lub ilość próbek, które należy poddać badaniu, sposoby przygotowania i przechowywania obiektów, terminy wykonania poszczególnych etapów badania, właściwości obiektu niezbędne do wykonania badania, dokładność raportowania wyniku badania i niepewności pomiaru, itp.

10. Sprawdzenie jednorodności i stabilności obiektów badań biegłości

10.1. Jednorodność

Jednorodność jest oceniana zgodnie z algorytmem przedstawionym na rysunku 1. Próbki do badań pobrane zostaną w sposób losowy z przygotowanych, dla danej rundy programu, obiektów badań biegłości, w ilości zgodnej z tabelą nr 1. Z każdej serii przygotowane zostaną 2 porcje (m). Badania wykonane zostaną w warunkach powtarzalności w możliwie najkrótszym terminie od wyprodukowania materiału i przygotowania próbek.



Rys. 1. Algorytm oceny jednorodności w badaniu biegłości

Tabela 1. Zestawienie wielkości weryfikujących jednorodność dla poszczególnych wielkości mierzonych w ramach badań biegłości

Wielkość mierzona / właściwość	Liczba próbek	Wielkość weryfikująca jednorodność
Wytrzymałość na ściskanie PN-EN 196-1:2016-07	6	Wytrzymałość na ściskanie PN-EN 196-1:2016-07
Wytrzymałość na zginanie PN-EN 196-1:2016-07	6	Wytrzymałość na ściskanie PN-EN 196-1:2016-07
Konsystencja normowa PN-EN 196-3:2016-12	6	Wytrzymałość na ściskanie PN-EN 196-1:2016-07
Czas wiązania (początek i koniec czasu wiązania) PN-EN 196-3:2016-12	6	Wytrzymałość na ściskanie PN-EN 196-1:2016-07
Stołość objętości PN-EN 196-3:2016-12	6	Wytrzymałość na ściskanie PN-EN 196-1:2016-07
Strata prażenia PN-EN 196-2:2013-11	6	Strata prażenia PN-EN 196-2:2013-11
Zawartość siarczanów SO ₃ PN-EN 196-2:2013-11	6	Strata prażenia PN-EN 196-2:2013-11
Zawartość chlorków Cl PN-EN 196-2:2013-11	6	Strata prażenia PN-EN 196-2:2013-11
Zawartość części nierozpuszczalnych NR PN-EN 196-2:2013-11	6	Strata prażenia PN-EN 196-2:2013-11
Zawartość dwutlenku węgla CO ₂ PN-EN 196-2:2013-11	6	Strata prażenia PN-EN 196-2:2013-11
Gęstość właściwa PN-EN 196-6:2019-01	6	Strata prażenia PN-EN 196-2:2013-11
Powierzchnia właściwa wg Blaine'a PN-EN 196-6:2019-01	6	Strata prażenia PN-EN 196-2:2013-11
Zawartość chromu Cr (VI) rozpuszczalnego w wodzie PN-EN 196-10:2016-07	6	Strata prażenia PN-EN 196-2:2013-11

Wykorzystując analizę wariancji (wg ISO 13528:2022-08 Annex B.3) jednorodność weryfikowana jest poprzez obliczenie odchylenia standardowego między próbkami:

Jeżeli $m=2$

$$s_s = \sqrt{\max(0, s_{\bar{x}}^2 - s_w^2 / 2)}$$

$$s_{\bar{x}} = \sqrt{\sum_{t=1}^g (\bar{x}_t - \bar{\bar{x}})^2 / (g - 1)}$$

$$s_w = \sqrt{\sum_{t=1}^g w_t^2 / (2g)}$$

Jeżeli $m \neq 2$

$$s_s^2 = s_{s,w}^2 - s_w^2 = \frac{1}{(g-1)} \sum_{t=1}^g (\bar{x}_t - \bar{\bar{x}})^2 - \frac{1}{m} s_w^2$$

$$s_{\bar{x}}^2 = \frac{1}{(g-1)} \sum_{t=1}^g (\bar{x}_t - \bar{\bar{x}})^2$$

$$s_w^2 = \frac{1}{g} \sum_{t=1}^g s_t^2$$

$$s_{s,w}^2 = \frac{1}{(g-1)} \sum_{t=1}^g (\bar{x}_t - \bar{\bar{x}})^2 + \left(1 - \frac{1}{m}\right) s_w^2 = s_s^2 + s_w^2$$

gdzie:

s_s – odchylenie standardowe między próbkami

$s_{\bar{x}}$ – odchylenie standardowe średnich z próbek

s_w – odchylenie standardowe wewnątrzpróbkowe

$s_{s,w}$ – łączna wartość wariancji s_s i s_w

\bar{x}_t – średnia dla t-tej próbki ($t=1, \dots, g$)

$\bar{\bar{x}}$ – średnia ogólna

w_t – rozstęp wyników w próbce

g – liczba elementów w ramach kontroli jednorodności

m – liczba porcji

Próbki do badań zostaną uznane za jednorodne, jeżeli zgodnie z algorytmem przedstawionym na rysunku 1 spełniony jest warunek:

$$F \leq F_{kr}$$

lub

$$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$$

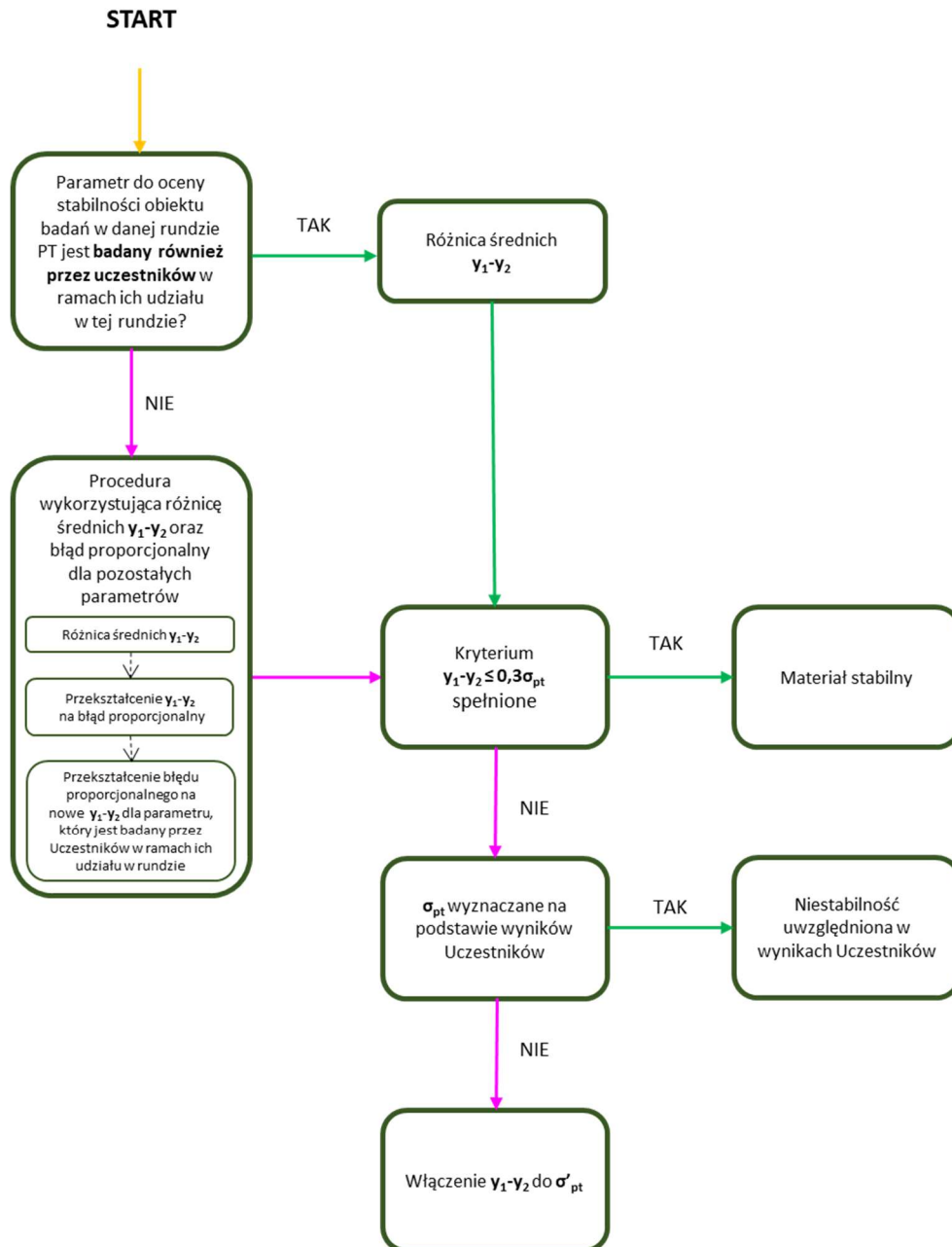
gdzie:

$$F = \frac{s_{\bar{x}}^2}{s_w^2}$$

F_{kr} jednostronny ($P = 95\%$; $g-1$; $g \cdot (m-1)$)

10.2. Stabilność

Stabilność zostanie oceniona zgodnie z algorytmem przedstawionym na rysunku 2. Próbkę do badań pobrane zostaną w sposób losowy z przygotowanych, dla danej rundy programu, obiektów badań biegłości, w ilości zgodnej z tabelą nr 2. Z każdej serii przygotowane zostaną 2 porcje. Pierwsza grupa próbek zostanie zbadana przed planowaną datą dystrybucji, druga grupa równocześnie z próbkami badanymi przez Uczestników. Wszystkie próbki badane są w warunkach powtarzalności. Badanie przed dystrybucją może zostać pominięte w przypadku możliwości wykorzystania wyników badań uzyskanych w ocenie jednorodności.



Rys. 2. Algorytm oceny stabilności w badaniu biegłości

Tabela 2. Zestawienie wielkości weryfikujących stabilność dla poszczególnych wielkości mierzonych w ramach badań biegłości

Wielkość mierzona / właściwość	Liczba próbek	Wielkość weryfikująca stabilność
Wytrzymałość na ściskanie PN-EN 196-1:2016-07	2	Wytrzymałość na ściskanie PN-EN 196-1:2016-07
Wytrzymałość na zginanie PN-EN 196-1:2016-07	2	Wytrzymałość na ściskanie PN-EN 196-1:2016-07
Konsystencja normowa PN-EN 196-3:2016-12	2	Wytrzymałość na ściskanie PN-EN 196-1:2016-07
Czas wiązania (początek i koniec czasu wiązania) PN-EN 196-3:2016-12	2	Wytrzymałość na ściskanie PN-EN 196-1:2016-07
Stałość objętości PN-EN 196-3:2016-12	2	Wytrzymałość na ściskanie PN-EN 196-1:2016-07
Strata prażenia PN-EN 196-2:2013-11	2	Strata prażenia PN-EN 196-2:2013-11
Zawartość siarczanów SO ₃ PN-EN 196-2:2013-11	2	Strata prażenia PN-EN 196-2:2013-11
Zawartość chlorków Cl PN-EN 196-2:2013-11	2	Strata prażenia PN-EN 196-2:2013-11
Zawartość części nierozpuszczalnych PN-EN 196-2:2013-11	2	Strata prażenia PN-EN 196-2:2013-11
Zawartość dwutlenku węgla CO ₂ PN-EN 196-2:2013-11	2	Strata prażenia PN-EN 196-2:2013-11
Gęstość właściwa PN-EN 196-6:2019-01	2	Strata prażenia PN-EN 196-2:2013-11
Powierzchnia właściwa wg Blaine'a PN-EN 196-6:2019-01	2	Strata prażenia PN-EN 196-2:2013-11
Zawartość chromu Cr (VI) rozpuszczalnego w wodzie PN-EN 196-10:2016-07	2	Strata prażenia PN-EN 196-2:2013-11

Stabilność weryfikowana jest poprzez porównanie ogólnych średnich otrzymanych w poszczególnych etapach kontroli (wg ISO 13528:2022-08 Annex B.4):

$$|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| \leq 0,3 \sigma_{pt}$$

gdzie:

\bar{y}_1 – średnia ogólna z wyników otrzymanych przed rozpoczęciem rundy

\bar{y}_2 - średnia ogólna z wyników otrzymanych po zakończeniu rundy

10.3. Postępowanie w przypadku niejednorodności i niestabilności (wg ISO 13528:2022-08 Annex B.2.5, B.5)

10.3.1. Niejednorodność

Jeżeli kryterium dostatecznej jednorodności nie jest spełnione, rozważana jest jedna z poniższych opcji:

a. Opcja I

Ponowna homogenizacja i porcjowanie obiektów oraz powtórne badanie jednorodności.

b. Opcja II

Włączenie odchylenia między próbkami s_s do analizy danych poprzez zastosowanie:

- σ'_{pt} określonego wzorem

$$\sigma'_{pt} = \sqrt{\sigma_{pt}^2 + s_s^2}$$

- lub z' określonego wzorem

$$z'_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + s_s^2}}$$

c. Opcja III

Nie ocenianie rezultatów działania Uczestników.

10.3.2. Niestabilność

Jeżeli kryterium dostatecznej stabilności nie jest spełnione, w pierwszej kolejności sprawdzany jest wpływ niepewności pomiaru precyzji. W tym celu kryterium akceptacji zostaje rozszerzone zgodnie ze wzorem:

$$|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| \leq 0,3\sigma_{pt} + 2\sqrt{u^2(\bar{y}_1) + u^2(\bar{y}_2)}$$

W przypadku, gdy kryterium rozszerzone również nie jest spełnione, rozważana jest jedna z poniższych opcji:

a. Opcja I

Włączenie różnicy ogólnych średnich otrzymanych w poszczególnych etapach kontroli $\bar{y}_1 - \bar{y}_2$ do σ_{pt}

b. Opcja II

Nie ocenianie rezultatów działania Uczestników.

11. Metoda i kryteria oceny

Po otrzymaniu wyników badania biegłości od wszystkich Uczestników przeprowadzana zostanie wstępna analiza danych w celu weryfikacji czy przekazane wyniki spełniają wymagania Organizatora PT określone w programie i instrukcji dla Uczestników. Niniejsza analiza danych może dotyczyć weryfikacji np. spójności pomiarowej, zastosowania odpowiedniej metody badawczej, czy przedstawiania wyniku badania (właściwa jednostka, wymagana dokładność, wynik wraz z rozszerzoną

niepewnością pomiaru), itp. Przed przystąpieniem do statystycznej analizy danych wyniki Uczestników uzyskane w danej rundzie programu weryfikowane będą pod względem ich rozkładu.

Wyniki Uczestników niespełniające wymagań programu i/lub instrukcji, m.in. wyniki badań uzyskane przy zastosowaniu innej metody badawczej, niespełniające wymagań dotyczących spójności pomiarowej, czy podane bez niepewności pomiaru, nie zostaną wykorzystane do wyznaczenia wartości x_{pt} i σ_{pt} .

W przypadku, gdy do wyznaczenia wartości x_{pt} lub σ_{pt} , zastosowane zostaną analizy danych inne niż odporne, przeprowadzony zostanie test Grubbsa (wg PN-ISO 5725-2:2002) na wykrycie wartości odstających.

Za pomocą testu Grubbsa sprawdzone zostanie, czy w zbiorze wyników występują dane obarczone błędem grubym. W tym celu otrzymane wartości zostają uszeregowane w porządku rosnącym, a następnie wyznaczane są parametry G_1 i G_p według wzorów:

$$G_1 = \frac{\bar{x} - x_1}{s}$$

$$G_p = \frac{x_p - \bar{x}}{s}$$

$$\bar{x} = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p x_i$$

$$s = \sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2}$$

gdzie:

\bar{x} – wartość średnia

x_1 – najmniejsza wartość w zbiorze wyników

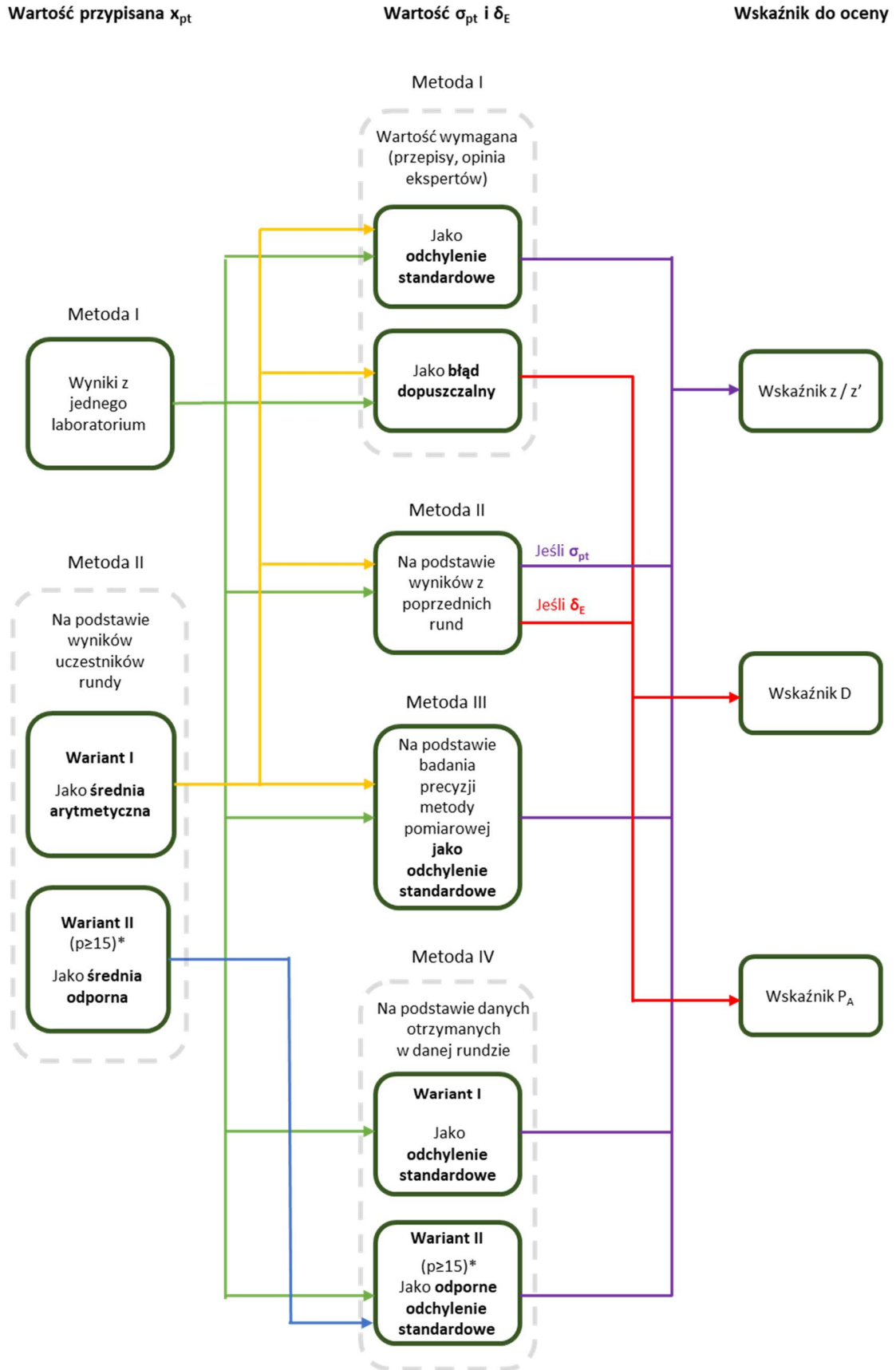
x_p – największa wartość w zbiorze wyników

s – odchylenie standardowe

Otrzymane wartości porównane zostaną z wartością krytyczną przy poziomie ufności 95%. Jeżeli G_1 lub G_p przekroczy wartość krytyczną, wynik mu odpowiadający zostaje uznany za wartość odstającą i zostanie odrzucony ze zbioru danych wykorzystywanych do dalszych obliczeń.

Ogólny model statystyczny stosowany w badaniach biegłości w Centrum Certyfikacji BARG Sp. z o.o. przedstawia rysunek nr 3 - Algorytm modelu statystycznego w PT. Metody wyznaczania wartości przypisanej, wartości σ_{pt} i δ_E oraz stosowane na potrzeby niniejszego programu badania biegłości wskaźniki oceny rezultatów działania Uczestników opisane zostały w kolejnych podpunktach.

Organizator PT po otrzymaniu Kart wyników badań, z uwagi na zasadność zastosowania innego podejścia, zastrzega sobie prawo do możliwości wyboru odmiennej ścieżki statystycznej, niż przedstawionej w kolejnych podpunktach.



* w uzasadnionych przypadkach dopuszcza się stosowanie przy $p \geq 12$

Rys. 3. Algorytm modelu statystycznego w badaniach biegłości

11.1. Wyznaczenie wartości przypisanej

Wartość przypisana x_{pt} zostanie wyznaczona zgodnie z metodą II algorytmu modelu statystycznego (rys. 3) na podstawie wyników otrzymanych w bieżącej rundzie przy zastosowaniu średniej arytmetycznej lub Algorytmu A opisanego w aneksie C normy ISO 13528:2022-08, wariant I lub II poniżej.

11.1.1. Metoda II Wartość uzgodniona na podstawie wyników Uczestników rundy (wg ISO 13528:2022-08 pkt 7.7)**Wariant I**

Wartość przypisana x_{pt} jako średnia arytmetyczna:

$$x_{pt} = \bar{x}$$

gdzie:

\bar{x} – średnia arytmetyczna z wyników dostarczonych przez Uczestników danej rundy po odrzuceniu wartości odstających

Niepewność $u(x_{pt})$ szacuje się ze wzoru:

$$u(x_{pt}) = \frac{s}{\sqrt{p}}$$

gdzie:

s – odchylenie standardowe po odrzuceniu wartości odstających

p – liczba wyników po odrzuceniu wartości odstających

Wariant II

Wartość przypisana x_{pt} jako średnia odporna, gdy liczba Uczestników wynosi 15 i więcej ($p \geq 15$):

$$x_{pt} = x^*$$

gdzie:

x^* - średnia odporna obliczona za pomocą algorytmu A

Niepewność $u(x_{pt})$ szacuje się ze wzoru:

$$u(x_{pt}) = \frac{1,25}{\sqrt{p}} \cdot s^*$$

gdzie:

s^* - odchylenie standardowe odporne wyznaczone za pomocą algorytmu A,

p – liczba dostarczonych wyników

Ograniczenie niepewności wartości przypisanej

Jeżeli spełniony jest warunek:

$$u(x_{pt}) \leq 0,3\sigma_{pt}$$

gdzie:

σ_{pt} – odchylenie standardowe do oceny badania biegłości

wówczas niepewność wartość przypisanej uznaje się za nieistotną i nie będzie uwzględniana przy interpretacji wyników rundy badań biegłości.

W przeciwnym wypadku niepewność wartości przypisanej zostanie włączona do obliczeń.

11.2. Wyznaczenie wartości σ_{pt}

Wartość σ_{pt} zostanie wyznaczona zgodnie z metodą I, III lub IV algorytmu modelu statystycznego (rys. 3) jako odchylenie standardowe będące odpowiednio wartością wymaganą, wyznaczoną na podstawie badania precyzji metody pomiarowej lub na podstawie danych otrzymanych w danej rundzie.

11.2.1. Metoda I Wartość wymagana - opinia ekspertów (wg ISO 13528:2022-08 pkt 8.2)

Odchylenie standardowe do oceny badania biegłości ustalone zostanie przez zespół ekspercki w oparciu o doświadczenie wynikające ze stosowania metody.

11.2.2. Metoda III Wartość na podstawie badania precyzji metody pomiarowej - odchylenia standardowe powtarzalności i odtwarzalności (wg ISO 13528:2022-08 pkt 8.5)

Dla wielkości mierzonych, dla których dostępne są informacje na temat powtarzalności (σ_r) i odtwarzalności (σ_R) metody, odchylenie do oceny badania biegłości (σ_{pt}) obliczone zostanie na podstawie tych informacji w następujący sposób:

$$\sigma_{pt} = \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \left(1 - \frac{1}{m}\right)}$$

gdzie:

σ_R – odchylenie standardowe odtwarzalności

σ_r – odchylenie standardowe powtarzalności

m – liczba powtórzonych pomiarów wykonanych przez każde laboratorium w danej rundzie programu PT, jeżeli $m = 1$, to $\sigma_{pt} = \sigma_R$

11.2.3. Metoda IV Wartość na podstawie danych otrzymanych w tej samej rundzie programu badania biegłości (wg ISO 13528:2022 pkt 8.6)

Wariant II (wg ISO 13528:2022 Annex C.3.1)

Odchylenie standardowe do oceny badania biegłości **jako odchylenie odporne**, gdy liczba Uczestników wynosi 15 i więcej ($p \geq 15$):

$$\sigma_{pt} = s^*$$

gdzie:

s^* – odchylenie standardowe odporne, obliczone za pomocą algorytmu A (bez odrzucania wartości odstających)

11.3. Kryteria oceny

Do oceny rezultatów działania Uczestników zostanie wykorzystany wskaźnik z lub z' .

Wskaźnik z (wg ISO 13528:2022-08 pkt 9.4)

Wskaźnik z ma zastosowanie, gdy spełniony zostanie warunek $u(x_{pt}) \leq 0,3\sigma_{pt}$

$$z_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}$$

gdzie:

x_i – wynik uzyskany przez Uczestnika

x_{pt} – wartość przypisana

σ_{pt} – odchylenie standardowe do oceny badania biegłości

Kryterium:

$ z \leq 2,0$	wynik zadowolający
$2,0 < z < 3,0$	wynik wątpliwy
$ z \geq 3,0$	wynik niezadowolający

Wskaźnik z' (wg ISO 13528:2022-08 pkt 9.5)

Wskaźnik z' ma zastosowanie, gdy niespełniony jest warunek $u(x_{pt}) \leq 0,3\sigma_{pt}$

$$z'_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})}}$$

gdzie:

x_i – wynik uzyskany przez Uczestnika

x_{pt} – wartość przypisana

σ_{pt} – odchylenie standardowe do oceny badania biegłości

$u(x_{pt})$ – niepewność wartości przypisanej

Kryterium:

$ z' \leq 2,0$	wynik zadowolający
$2,0 < z' < 3,0$	wynik wątpliwy
$ z' \geq 3,0$	wynik niezadowolający

12. Sprawozdanie

Organizator PT po otrzymaniu wszystkich wyników i przeprowadzeniu analiz statystycznych sporządzi sprawozdanie zawierające:

- nazwę i dane kontaktowe Organizatora badania biegłości
- nazwę i dane kontaktowe koordynatora badania biegłości
- nazwisko, funkcję i podpis osoby autoryzującej sprawozdanie
- datę wydania i status sprawozdania (np. wstępne, pośrednie lub końcowe)
- numer sprawozdania i jednoznaczną identyfikację programu badania biegłości
- wskazanie działań, które były podzleczone przez Organizatora badań biegłości
- liczbę stron i wyraźną identyfikację końca sprawozdania
- dokładny opis wykorzystywanych obiektów badania biegłości, łącznie z niezbędnymi szczegółami dotyczącymi przygotowywania obiektów badania biegłości oraz oceny jednorodności i stabilności
- wyniki Uczestników
- dane statystyczne oraz podsumowanie, łącznie z wartościami przypisanymi i zakresem akceptowalnych wyników oraz prezentacją graficzną
- procedury stosowane do wyznaczania każdej wartości przypisanej
- szczegóły dotyczące spójności pomiarowej i niepewności pomiaru każdej wartości przypisanej
- procedury wykorzystywane w celu wyznaczania odchylenia standardowego dla oceny biegłości lub inne kryteria oceny
- wartości przypisane i zestawienia statystyczne dla metod badań/procedur stosowanych przez każdą grupę Uczestników (jeżeli różne grupy Uczestników używały różnych metod);
- procedury wykorzystywane do statystycznej analizy danych;
- komentarz Organizatora badania biegłości dotyczący rezultatów działania Uczestników
- wskazówki dotyczące interpretacji analizy statystycznej oraz komentarze i zalecenia, wynikające z rezultatów danej rundy badania biegłości.
- oświadczenie o zachowaniu poufności wyników badania biegłości.

Informacje na temat wyników uzyskanych przez konkretnych Uczestników zostaną zakodowane i będą znane tylko Organizatorowi PT, każdy z Uczestników wraz ze Sprawozdaniem otrzyma informacje o przydzielonym kodzie.

Wszystkie wyniki, zestawienia tabelaryczne, analiza osiągnięć Uczestników, przedstawione w sprawozdaniu z badania biegłości prezentowane będą według kodu Uczestnika.

Sprawozdania zostaną przesłane do Uczestników drogą mailową, w formie pliku pdf, w terminie określonym w Harmonogramie.

Uczestnik jest zobowiązany do poinformowania Organizatora PT w przypadku uwag do sprawozdania wpływających na końcową ocenę Uczestnika bądź innych błędów występujących w sprawozdaniu z badania biegłości w terminie 14 dni od jego otrzymania. Organizator PT zobowiązany jest do niezwłocznego poprawienia ewentualnych błędów w sprawozdaniu i poinformowania o tym wszystkich Uczestników. Uwagi do sprawozdania z PT, w przypadku wyrażenia niezadowolenia przez Uczestnika, mogą być traktowane przez Organizatora PT jako skarga i rozpatrywane zgodnie z punktem 13 niniejszego programu.

13. Skargi i odwołania

Uczestnik ma prawo do złożenia skargi i/lub odwołania w terminie 14 dni od dnia otrzymania sprawozdania na adres mailowy: badania.bieglosci@barg.pl. Organizator PT w terminie 30 dni od zgłoszenia skargi / odwołania dokona ich rozpatrzenia i przekaże informację zwrotną osobie wskazanej do kontaktu. Polityką DBB jest rzetelne rozpatrywanie wszystkich skarg i odwołań otrzymanych od Uczestników, klientów lub innych stron. Procedura postępowania wyjaśniającego i prowadzenia zapisów w sprawie skarg i odwołań została opisana w DSZ – rozdział PT-5.8.

14. Kontakt z Uczestnikiem

DBB zapewnia Uczestnikom wszystkie informacje dotyczące realizacji programu, w tym każdej pojedynczej rundy. Wszystkie dokumenty i niezbędne formularze są przekazywane Uczestnikom drogą elektroniczną, za pośrednictwem firm kurierskich lub odbierane osobiście za potwierdzeniem otrzymania próbek.

Koordynator zamieszcza aktualny Harmonogram programu PT o planowanych rundach badań biegłości oraz kryteriach uczestnictwa na stronie internetowej.

DBB udostępnia Uczestnikom programu badań biegłości:

- Harmonogram programu PT (4/PT-4.4)
- Formularz zgłoszeniowy (6/PT-4.4)
- Instrukcja dla Uczestników (5/PT-4.4) – przekazywana przed rozpoczęciem rundy programu
- Karty wyników badań (8/PT-4.4)
- Sprawozdanie z badań biegłości – przekazywane Uczestnikom po zakończeniu każdej rundy programu
- Ankieta oceny klienta o poziomie usług świadczonych przez Organizatora PT (1/PT-5.7)

Uczestnicy badań biegłości mogą kontaktować się z Organizatorem PT w kwestiach budzących wątpliwości, wymagających wyjaśnienia lub uzasadnienia, a także w każdej innej sprawie, która może przyczynić się do doskonalenia organizacji badania biegłości.

15. Dokumenty odniesienia

- PN-EN 196-1:2016-07 Metody badania cementu – Część 1: Oznaczanie wytrzymałości
- PN-EN 196-2:2013-11 Metody badania cementu – Część 2: Analiza chemiczna cementu
- PN-EN 196-3:2016-12 Metody badania cementu – Część 3: Oznaczanie czasów wiązania i stałości objętości
- PN-EN 196-6:2019-01 Metody badania cementu – Część 6: Oznaczanie stopnia zmielenia
- PN-EN 196-10:2016-07 Metody badania cementu – Część 10: Oznaczanie w cemencie zawartości chromu(VI) rozpuszczalnego w wodzie
- PN-EN ISO/IEC 17025:2018-02 Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących
- PN-EN ISO/IEC 17043:2011 Ocena zgodności - Ogólne wymagania dotyczące badania biegłości^w
- PN-ISO 2854:1994 Statystyczna interpretacja danych - Techniki estymacji oraz testy związane z wartościami średnimi i wariancjami
- PN-ISO 5725-1:2002 Dokładność (poprawność i precyzja) metod pomiarowych i wyników pomiarów - Część 1: Ogólne zasady i definicje
- PN-ISO 5725-2:2002 Dokładność (poprawność i precyzja) metod pomiarowych i wyników pomiarów - Część 2: Podstawowa metoda określania powtarzalności i odtwarzalności standardowej metody pomiarowej
- ISO 13528:2022-08 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons
- DA-05 Polityka dotycząca uczestnictwa w badaniach biegłości
- DA-06 Polityka dotycząca spójności pomiarowej wyników pomiarów
- ILAC-G17 Wytyczne ILAC dotyczące niepewności pomiaru w badaniach

^w norma posiadająca status wycofanej