



**Bogumiła Zwierchanowska\***

## **STEROWANIE JAKOŚCIĄ W LABORATORIUM WZORCUJĄCYM INSTYTUTU TECHNIKI BUDOWLANEJ**

W artykule opisane zostały działania Laboratorium Wzorcującego ITB, akredytowanego przez Polskie Centrum Akredytacji (PCA) na zgodność z normą PN-EN ISO/IEC 17025 *Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących*, związane z uczestnictwem laboratorium w 2013 r. w porównaniach PT/ILC oraz w wewnętrznych porównaniach pomiędzy personelem.

### **1. Wprowadzenie**

Laboratorium Wzorcujące ITB jest od stycznia 2008 r. laboratorium akredytowanym przez Polskie Centrum Akredytacji (PCA) na zgodność z normą PN-EN ISO/IEC 17025 [1]. Obecnie znajduje się w drugim, czteroletnim cyklu akredytacji.

Wymagania normy [1] oraz wytyczne PCA [2–4] nakładają na laboratoria akredytowane konieczność uczestnictwa w porównaniach PT/ILC\*\* w celu potwierdzenia biegłości i kompetencji personelu w zakresie wykonywanych wzorcowań w danej dziedzinie. Laboratorium posiada czteroletni plan sterowania jakością dotyczący planowania porównań PT/ILC oraz rokroczne planuje porównania wewnątrzlaboratoryjne. W roku 2013 laboratorium uczestniczyło w dwóch porównaniach PT/ILC oraz czterech porównaniach wewnątrzlaboratoryjnych.

### **2. Porównania PT/ILC w Laboratorium Wzorcującym ITB**

Jako kryterium porównań międzylaboratoryjnych PT/ILC przyjęto współczynnik  $E_n$ , zgodnie z wymaganiami zawartymi w PN-EN ISO/IEC 17043:2011 *Ocena zgodności. Ogólne wymagania dotyczące badania biegłości* [5].

---

\* mgr inż. – Laboratorium Wzorcujące ITB

\*\* PT/ILC – Proficiency test / Interlaboratory comparison – Badania biegłości / Porównania międzylaboratoryjne

Wzór na współczynnik  $E_n$  jest następujący:

$$E_n = \frac{(x_{\text{lab}} - x_{\text{ref}})}{\sqrt{(U_{\text{lab}}^2 + U_{\text{ref}}^2)}} \quad (1)$$

- gdzie:  $x_{\text{lab}}$  – wynik wzorcowania uzyskany przez personel ITB,  
 $x_{\text{ref}}$  – wynik wzorcowania uzyskany przez personel laboratorium referencyjnego,  
 $U_{\text{lab}}$  – niepewność wyznaczenia błędów pomiaru w poszczególnych punktach pomiarowych przy wzorcowaniu przez personel ITB,  
 $U_{\text{ref}}$  – niepewność wyznaczenia błędów pomiaru w poszczególnych punktach pomiarowych przy wzorcowaniu przez personel laboratorium referencyjnego.

Jako spełnienie kryterium porównań według normy [5] przyjęto  $|E_n| \leq 1$ .

## 2.1. Porównania PT/ILC z Głównym Urzędem Miar

Pierwsze porównania PT/ILC zostały zorganizowane przez Główny Urząd Miar (GUM) w Warszawie – termin ustalono już w 2012 r. W badaniach biegłości dotyczących masy uczestniczyły Okręgowe Urzędy Miar oraz inne polskie laboratoria akredytowane w tej dziedzinie. Obiektem porównań była waga elektroniczna produkcji SARTORIUS klasy dokładności II, o nośności 320 g, która znajdowała się w Głównym Urzędzie Miar w Warszawie w referencyjnym Laboratorium Masy M31. Wzorcowanie wagi przez pracownika laboratorium ITB odbyło się w kwietniu 2013 r. Waga była wzorcowana w sześciu punktach pomiarowych. Po zebraniu danych z wzorcowania wagi będącej obiektem odniesienia, w Laboratorium Wzorcującym ITB zostało opracowane świadectwo wzorcowania z symbolem akredytacji. Skan świadectwa wzorcowania przesłano do PCA, gdzie wcześniej zgłoszono uczestnictwo w porównaniach, a oryginał świadectwa – do GUM. Po okresie około miesiąca otrzymano raport z porównań. Wyniki wzorcowania zamieszczone w raporcie były pozytywne.

Wyniki wzorcowania wagi przez pracownika ITB na podstawie wcześniej dostarczonego świadectwa LPO zostały porównane z wynikami uzyskanymi z wzorcowania tej samej wagi w referencyjnym Laboratorium Masy M31 w GUM przez pracownika tego laboratorium. Uzyskane wartości współczynnika  $E_n$  dla wszystkich punktów pomiarowych okazały się dużo niższe od wartości odniesienia 1, co świadczy o bardzo dużej zgodności z krajowym laboratorium referencyjnym. Uzyskane wartości współczynnika  $E_n$  z opracowanego przez GUM raportu z porównań zamieszczono w tabelicy 1.

Tablica 1. Sprawdzenie kryteriów określonych przy porównaniach PT/ILC – wzorcowanie wagi elektronicznej

Table 1. Checking the criteria set out in external comparisons PT/ILC – calibration of electronic balance

Nr punktu pomiarowego	1	2	3	4	5	6
Współczynnik $E_n$	<b>0,09</b>	<b>0,04</b>	<b>0,09</b>	<b>0,09</b>	<b>0,18</b>	<b>0,58</b>

## 2.2. Porównania PT/ILC z akredytowanym laboratorium pomiarowym PLUM

Kolejnymi porównaniami PT/ILC zorganizowanymi w 2013 r., w których uczestniczyło Laboratorium Wzorcujące ITB, było wzorcowanie czujnika temperatury. Na laboratorium referencyjne zostało wybrane akredytowane laboratorium pomiarowe PLUM (certyfikat akredytacji nr AP 074), posiadające mniejszą niż LPO, najlepszą zdolność pomiarową (CMC\*). O zainicjowaniu porównań zgodnie z wymaganiami poinformowane zostało PCA.

Obiektem wzorcowania był termometr elektryczny produkcji Ahlborn, współpracujący z sondą Pt100, o zakresie pomiarowym od  $-15^{\circ}\text{C}$  do  $100^{\circ}\text{C}$ . Ten pierwszy obiekt wzorcowania wywzorcował w trzech punktach temperatury pracownik laboratorium ITB. Po opracowaniu świadectwa wzorcowania i przesłaniu do PCA, odesłano termometr do wzorcowania w laboratorium odniesienia PLUM. Wzorcowanie odbywało się w tych samych punktach pomiarowych, co w ITB.

Po wykonaniu wzorcowania i otrzymaniu świadectwa wzorcowania z PLUM, kierownik techniczny LPO opracował sprawozdanie z porównań międzylaboratoryjnych w dziedzinie temperatury. Jako odniesienie przyjęto wymagania normy [5], według kryteriów opisanych w poprzednich porównaniach, dotyczących wzorcowania wagi w GUM. Wynik porównania międzylaboratoryjnego z laboratorium PLUM okazał się pozytywny.

Sprawozdanie opracowane w ITB wraz ze świadectwem wzorcowania PLUM przesłano do PCA, jako potwierdzenie zgodności i kompetencji pracowników.

W tabeli 2 przedstawiono wyniki porównań.

Tablica 2. Sprawdzenie kryteriów określonych przy porównaniach PT/ILC – wzorcowanie termometru elektrycznego

Table 2. Checking the criteria set out in external comparisons PT/ILC – calibration of electrical thermometer

Nr punktu pomiarowego	1	2	3
Współczynnik $E_n$	<b>0,10</b>	<b>0,00</b>	<b>0,03</b>

Jak wynika z tabeli 2, kryterium porównań  $|E_n| \leq 1$  w przypadku wszystkich trzech punktów pomiarowych zostało spełnione.

## 3. Porównania wewnętrznlaboratoryjne

Poza uczestnictwem w porównaniach zewnętrznych, Laboratorium Wzorcujące ITB organizuje rokrocznie porównania wewnętrznlaboratoryjne pomiędzy pracownikami laboratorium w każdej akredytowanej dziedzinie, tj. masie, temperaturze oraz długości. W roku 2013 wykonano cztery porównania wewnętrzne, dwa dotyczące masy i po jednym w pozostałych dziedzinach.

---

\* Calibration and Measurement Capability (CMC) – zdolność pomiarowa

Jako kryterium odniesienia dla długości i temperatury przyjęto ustalenia zawarte w Procedurze Zarządzania LPO PZ-17 dotyczącej „Zapewnienia jakości wyników” [6].

Przyjęto kryterium dla porównań wewnętrznych z dziedziny długości i termometrii według procedury [6].

Współczynnik  $E_n$  uzyskiwany podczas porównań wewnątrzlaboratoryjnych przy wzorcowaniu przez dwóch pracowników LPO powinien spełniać warunek:  $|E_n| \leq 0,8$ .

$$E_n = \frac{(x_1 - x_2)}{\sqrt{(U_1^2 + U_2^2)}} \quad (2)$$

gdzie:  $x_1$  – wyniki uzyskane przez pierwszego pracownika laboratorium LPO,  
 $U_1$  – niepewność rozszerzona pomiaru uzyskana przez pierwszego pracownika LPO,  
 $x_2$  – wyniki uzyskane przez drugiego pracownika laboratorium LPO,  
 $U_2$  – niepewność rozszerzona pomiaru uzyskana przez drugiego pracownika LPO.

Kryterium dla porównań wewnątrzlaboratoryjnych dotyczących wzorcowania wag i wzorców masy przyjęto według procedury [6].

Jako kryterium przyjęto, że uzyskane różnice pomiędzy błędami wskazań wagi, wyznaczonymi w wyniku jej wzorcowania przez dwóch kolejnych pracowników laboratorium, nie powinny być większe niż suma niepewności rozszerzonych, uzyskanych przez tych pracowników (wyznaczonych podczas wzorcowania):

$$|E_1 - E_2| \leq |U_1 + U_2| \quad (3)$$

gdzie:  $E_1$  – błąd pomiaru uzyskany przez pierwszego pracownika laboratorium LPO,  
 $U_1$  – niepewność rozszerzona pomiaru uzyskana przez pierwszego pracownika LPO,  
 $E_2$  – błąd pomiaru uzyskany przez drugiego pracownika laboratorium LPO,  
 $U_2$  – niepewność rozszerzona pomiaru uzyskana przez drugiego pracownika LPO.

### 3.1. Wzorcowanie wzorca masy 25 kg

W porównaniach dotyczących wzorcowania wzorca masy 25 kg uczestniczyło dwóch pracowników LPO. Porównania przeprowadzono w celu rozszerzenia zakresu akredytacji o wzorcowania wzorców i odważników 25 kg, wynikającego z potrzeb ZLB.

Porównania przeprowadzono w czerwcu 2013 r. w laboratorium LPO, tego samego dnia w warunkach powtarzalności, w odstępie czasowym 30 min. Uzyskano wynik końcowy, który wskazywał, że kryterium  $|E_1 - E_2| \leq |U_1 + U_2|$  zostało spełnione:

$$|0,00| \leq |0,01|$$

### 3.2. Wzorcowanie termometru o rozdzielczości 0,01°C w przenośnym kalibratorze temperatury

We wzorcowaniu termometru Pt100 w warunkach powtarzalności uczestniczyło dwóch pracowników laboratorium. Wzorcowanie odbyło się w lipcu 2013 r. Na podstawie uzyskanych wyników pomiarów wyznaczono współczynnik  $E_n$ , służący do określenia spełnienia wymagań  $|E_n| \leq 0,8$  (tabl. 3).

Tablica nr 3. Sprawdzenie kryteriów określonych przy porównaniach wewnątrzlaboratoryjnych podczas wzorcowania termometru elektrycznego

Table 3. Checking the criteria set out in internal comparisons within-the electrical thermometer calibration

Nr punktu pomiarowego	1	2	3
Współczynnik $E_n$	<b>0,05</b>	<b>0,00</b>	<b>0,05</b>

Kryterium zostało spełnione.

### 3.3. Wzorcowanie wagi elektronicznej

We wzorcowaniu wagi elektronicznej uczestniczyło trzech pracowników laboratorium. Wzorcowanie odbyło się w warunkach odtwarzalności – w okresie około 14 dni pomiędzy pierwszym a ostatnim wzorcowaniem. Obiektem wzorcowań była waga elektroniczna produkcji SARTORIUS o zakresie do 620 g i działce elementarnej  $d = 0,1$  mg. Każdy z uczestników wzorcował wagę w pięciu różnych punktach pomiarowych, realizując ten sam program obciążeń.

Kryteria zostały ustalone dla trzech uczestników porównań, według wymagań jak niżej, przy zastosowaniu metody „każdy z każdym”, tj. dla każdego pojedynczego punktu pomiarowego z ww. programu obciążeń:

$$\begin{aligned} |E_1 - E_2| &\leq |U_1 + U_2| & (4) \\ |E_1 - E_3| &\leq |U_1 + U_3| & (5) \\ |E_3 - E_2| &\leq |U_3 + U_2| & (6) \end{aligned}$$

Po wykonaniu porównań wyznaczono zależności, przedstawione w tablicy 4.

Tablica 4. Sprawdzenie kryteriów określonych przy porównaniach wewnątrzlaboratoryjnych podczas wzorcowania wagi elektronicznej

Table 4. Checking the criteria set out in internal comparisons within-the electronic balance calibration

Punkt pomiarowy/ /kryterium	$ E_1 - E_2  \leq  U_1 + U_2 $	$ E_3 - E_1  \leq  U_3 + U_1 $	$ E_3 - E_2  \leq  U_3 + U_2 $
1	<b>0,0001 ≤ 0,0006</b>	<b>0,0002 ≤ 0,0006</b>	<b>0,0001 ≤ 0,0006</b>
2	<b>0,0001 ≤ 0,0006</b>	<b>0,0003 ≤ 0,0006</b>	<b>0,0002 ≤ 0,0006</b>
3	<b>0,0001 ≤ 0,0006</b>	<b>0,0001 ≤ 0,0007</b>	<b>0,0001 ≤ 0,0007</b>
4	<b>0,0001 ≤ 0,0006</b>	<b>0,0004 ≤ 0,0007</b>	<b>0,0003 ≤ 0,0007</b>
5	<b>0,0001 ≤ 0,0008</b>	<b>0,0003 ≤ 0,0008</b>	<b>0,0003 ≤ 0,0008</b>

### 3.4. Wzorcowanie czujnika zegarowego

Obiektem wzorcowania był czujnik cyfrowy produkcji MITUTOYO o zakresie pomiarowym 30 mm i rozdzielczości  $d = 0,0005$  mm. W porównaniach wewnątrzlaboratoryjnych uczestniczyło czterech pracowników laboratorium wzorcującego. Uzyskane wyniki wzorcowania zostały opracowane na podstawie kryterium  $|E_n| \leq 0,8$ , dla porównania po dwóch pracowników, według schematu „każdy z każdym”.

Wyniki przedstawiono w tablicy 5.

Tablica 5. Sprawdzenie kryteriów określonych przy porównaniach wewnątrzlaboratoryjnych podczas wzorcowania czujnika cyfrowego

Table 5. Checking the criteria set out in internal comparisons within-the digital sensor calibration

Współczynnik $E_n$	$E_{n1-4}$	$E_{n1-2}$	$E_{n1-3}$	$E_{n3-2}$	$E_{n3-4}$	$E_{n2-4}$
		<b>0,12</b>	<b>0,05</b>	<b>0,05</b>	<b>0,00</b>	<b>0,07</b>

## 4. Podsumowanie

Wdrożony w Laboratorium Wzorcującym ITB system zarządzania zgodny z normą [1] podlega rocznie doskonaleniu. W roku 2013 szczególną uwagę zwrócono na potwierdzenie kompetencji personelu LPO w związku z uczestnictwem w porównaniach PT/ILC. Bardzo ważny okazał się wynik porównań przeprowadzony z Głównym Urzędem Metrologicznym, z Laboratorium Masy M31. GUM jako najwyższa krajowa jednostka metrologiczna jest najbardziej cenionym laboratorium referencyjnym w Polsce. Kilka lat temu GUM zrezygnował z akredytacji PCA. Jako krajowa jednostka metrologiczna utrzymująca wzorce państwowe wymaga tylko samodeklaracji w tym zakresie. Uczestniczy w porównaniach biegłości z innymi zagranicznymi jednostkami metrologicznymi NMI\*, co potwierdza jego kompetencje. W świetle uzyskanych wyników, w porównaniach międzylaboratoryjnych z GUM laboratorium LPO uzyskało rezultat pozytywny: przyjęte kryterium  $|E_n| \leq 1$  stanowi duży „zapas” w stosunku do wyników LPO, trzy wyniki współczynnika  $E_n$  nie przekroczyły wartości 0,10, tylko dwa z pięciu pomiarów miały wyższe współczynniki 0,18 i 0,58 dla maksymalnego obciążenia wagi. Potwierdza to kompetencje personelu Laboratorium Wzorcującego ITB. Podobne rezultaty uzyskano przy porównaniach międzylaboratoryjnych termometru z laboratorium PLUM: współczynniki  $E_n$  nie przekroczyły również wartości 0,1.

Przytoczone porównania PT/ILC były przedmiotem zainteresowania audytorów PCA podczas oceny w nadzorze w LPO i stanowiły podstawę uznania kompetencji pracowników laboratorium przez audytorów PCA.

W porównaniach wewnątrzlaboratoryjnych dotyczących termometru i czujnika zegarowego oraz kryterium współczynnika  $|E_n| \leq 0,8$  uzyskane wartości wyznaczonych współczynników  $E_n$  nie przekroczyły wartości 0,12, co oznacza, że zawierają się w dol-

\* National Metrology Institute (NMI) – Krajowy Instytut Metrologiczny

nych wartościach dopuszczalnego kryterium współczynnika  $E_n$  i świadczą o rzetelnie wykonywanych wzorcowaniach, zachowaniu spójności pomiarowej oraz właściwym nadzorowaniu wyposażenia pomiarowego laboratorium.

W przypadku porównań wewnątrzlaboratoryjnych dotyczących masy, przyjęte w tej dziedzinie kryterium zostało spełnione również z dużym „zapasem” odnośnie do sumy arytmetycznej obliczonych niepewności pomiarów. Tak dobre wyniki porównań wewnątrzlaboratoryjnych w dziedzinie masy są dla laboratorium wzorcującego bardzo istotne z uwagi na to, że LPO realizuje wzorcowania wag, wzorców masy klasy dokładności  $M_1$  i  $M_2$  oraz pomiary masy obiektów o nieznannej masie.

Uzyskane wyniki porównań wewnątrzlaboratoryjnych wykonanych przez pracowników LPO świadczą o powtarzalności i odtwarzalności wzorcowań wykonywanych w laboratorium ITB.

We wrześniu 2013 r. odbyła się w Laboratorium Wzorcującym ocena PCA w nadzorze, w czasie której rozszerzono zakres akredytacji AP 113 o nowe możliwości. Zmiany dotyczą wzorcowania wzorców masy, gdzie rozszerzono wzorcowania w klasie  $M_1$  o wzorec masy 1 kg, poprawiono najlepszą zdolność pomiarową wzorców masy 5 kg i 2 kg w klasie dokładności  $M_1$ . Poza tym zwiększono z dwóch do trzech przedziały wzorcowania obciążników, poprawiając tym samym w zakresie powyżej 500 g do 5 kg najlepszą zdolność pomiarową. Rozszerzono zakres akredytacji o wzorcowanie wzorców i obciążników o masie 25 kg – z uwagi na zapotrzebowanie wywzorcowania dużej liczby takich wzorców w ZLB. Szczegółowy zakres akredytacji znajduje się na stronie PCA <http://www.pca.gov.pl/zakresy/zakresy.php?d=AP&z=AP%20113>

## Bibliografia

- [1] PN-EN ISO/IEC 17025 Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących
- [2] PCA DAP-04 Akredytacja laboratoriów wzorcujących. Wymagania szczegółowe
- [3] PCA DA-06 Wytyczne. Polityka Polskiego Centrum Akredytacji dotycząca zapewnienia spójności pomiarowej
- [4] PCA DA-01 Opis sytemu akredytacji
- [5] PN-EN ISO/IEC 17043 Ocena zgodności. Ogólne wymagania dotyczące badania biegłości
- [6] Procedura Zarządzania LPO PZ-17 Zapewnienia jakości wyników

### QUALITY STEERAGE IN CALIBRATION LABORATORY OF THE BUILDING RESEARCH INSTITUTE

#### Summary

In this paper is described activity at the accredited Calibration Laboratory of the Building Research Institute in 2013 is described. Laboratory initiated the system of management and in 2008 PCA granted the certificate of accreditation in 2013 laboratory participated at the comparisons PT/ILC (proficiency test/interlaboratory comparison) and at the internal comparison between staff.

*Praca wpłynęła do Redakcji 13 XII 2013 r.*