

Wyznaczenie wskaźników precyzji dla metod badań trwałości kolorów materiałów tekstylnych

Data wpłynięcia do Redakcji: 09/2023
Data akceptacji przez Redakcję do publikacji: 10/2023

2023, volume 12, issue 2, pp. 129-144

Beata Gryniewicz-Bylina
Bożena Rakwicz
ITG KOMAG, Poland



Streszczenie: Zapewnienie jakości badań jest złożonym procesem wymagającym stosowania przez akredytowane laboratoria badawcze wielu narzędzi statystycznych, w tym wykorzystywanych w ocenie wyników porównań międzylaboratoryjnych. W artykule przedstawiono sposób wyznaczenia wskaźników precyzji metod badawczych, zaliczanych do podstawowych parametrów procesu ich walidacji. Podejście zaprezentowano na przykładzie porównań międzylaboratoryjnych dotyczących metod badań trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie wody i potu. Omówiono wymagania formalne dotyczące oceny wyników porównań międzylaboratoryjnych. Uzyskane na podstawie wyników porównań wskaźniki mogą znaleźć wykorzystanie do monitorowania przebiegu badań, potwierdzania kompetencji i identyfikowania ewentualnych nieprawidłowości.

Słowa kluczowe: zapewnienie jakości badań, porównania międzylaboratoryjne, walidacja metody badawczej, precyzja

WPROWADZENIE

Mając na celu zapewnienie jakości badań akredytowane laboratoria badawcze, zgodnie z wymaganiami normy PN-EN ISO/IEC 17025, zobligowane są do posiadania procedur monitorowania miarodajności wyników badań dostarczanych klientom. Procedury te powinny opisywać sposób analizy wyników umożliwiającą śledzenie kierunków ich zmian i uwzględniającą przegląd wyników z zastosowaniem technik statystycznych [14]. Jednym z najskuteczniejszych narzędzi służących monitorowaniu miarodajności wyników przez laboratorium jest udział w porównaniach międzylaboratoryjnych, pozwalający na porównanie uzyskiwanych przez laboratorium wyników z wynikami innych uczestników porównań. Stanowi on również podstawę potwierdzenia przez laboratorium kompetencji technicznych jednostce akredytowanej lub innym stronom trzecim [2, 8, 22]. Zgodnie z zapisami normy PN-EN ISO/IEC 17025 laboratoria powinny nie tylko planować swoje działania w tym zakresie, lecz również poddawać je przeglądom w celu analizy, wykorzystania do kontroli oraz doskonalenia działalności laboratoryjnej. W przypadku stwierdzenia przez laboratorium niespełnienia określonych dla metod badawczych kryteriów konieczne jest podjęcie odpowiednich działań

zapobiegających umieszczeniu nieprawidłowych wyników w sprawozdaniach z badań. Zgodnie z Polityką Polskiego Centrum Akredytacji (PCA) od laboratoriów wymagane jest planowanie i udział we właściwych dla posiadanego zakresu akredytacji programach badania biegłości obejmujących ocenę rezultatów działania uczestnika względem wcześniej ustalonego kryterium za pomocą porównań międzylaboratoryjnych. Brak uczestnictwa w porównaniach, albo powtarzające się niezadowolające wyniki, mogą stanowić przyczynę nieudzielenia akredytacji przez PCA, jej zawieszenia, cofnięcia lub nieprzedłużenia na następny cykl. Rezultaty osiągnięte przez laboratorium w porównaniach międzylaboratoryjnych oraz sposób ich wykorzystania do doskonalenia systemu zarządzania są brane pod uwagę przez PCA przy planowaniu zakresu ocen oraz programów nadzoru nad laboratorium w cyklu akredytacji [9].

W artykule przedstawiono wymagania formalno-prawne oceny wyników porównań międzylaboratoryjnych i na przykładzie metod badań trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie wody i potu zaprezentowano sposób postępowania podczas oceny statystycznej uzyskanych rezultatów. Wybrana do porównań metoda badawcza pozwala na ilościowe określenie tendencji tkaniny do zmiany koloru pod wpływem działania wody lub ludzkiego potu, istotnego parametru użytkowego produktów włókienniczych. Zasadność badań tego wskaźnika potwierdzają wyniki cyklicznych kontroli przeprowadzonej przez Inspekcję Handlową. Wykazały one, że trwałość kolorów tkanin na działanie wody i potu, stanowi, obok składu surowcowego, zmiany wymiarów po praniu czy odporności kolorów tkanin na pranie domowe i komunalne, podstawę zakwestionowania jakości produktów włókienniczych [18, 19]. Dla analizowanej metody badawczej, na podstawie wyników porównań, wyznaczono wskaźniki precyzji i wskazano możliwości ich wykorzystania w praktyce laboratoryjnej.

WYMAGANIA FORMALNO-PRAWNE DOTYCZĄCE OCENY WYNIKÓW PORÓWNAŃ MIĘDZYLABORATORYJNYCH

Ocena ilościowych wyników porównań międzylaboratoryjnych, zgodnie z normą PN-EN 17043:2011, polega na porównaniu parametrów statystycznych opisujących rezultaty laboratoriów z kryteriami oceny odchylenia wyników od badanej właściwości obiektu porównań [15]. Do tego celu dla badanej właściwości określa się wartość odniesienia i odchylenie standardowe do oceny biegłości. Znanych jest wiele metod wyznaczenia wartości odniesienia i ww. odchylenia, stosowanych w zależności od celu porównań [20, 21]. Jedną z nich jest wyznaczenie wartości odniesienia i odchylenia standardowego do oceny biegłości na podstawie wyników laboratoriów uczestniczących w porównaniach. Przed przeprowadzeniem obliczeń, w celu zminimalizowania wpływu danych odstających, zalecane jest przeprowadzenie odpowiednich testów statystycznych identyfikujących wartości odstające [15]. Dla oceny zmienności

międzylaboratoryjnej znajduje zastosowanie test Grubbsa. Umożliwia on jednorazowo wykrycie jednej wartości odstającej i należy go powtarzać do momentu, aż nie zaobserwuje się żadnych wartości odstających wśród analizowanych wyników. W trakcie testu wyznacza się wartość średnią i odchylenie standardowe dla zbioru wyników, uszeregowuje się zbiór wyników w porządku rosnącym i dla tak uporządkowanego zbioru wyznacza się, dla wyników skrajnych wartości parametrów G_p i G_l , wg wzorów [7, 17]:

dla największej wartości zaobserwowanej w zbiorze wyników:

$$G_p = \frac{x_k - x_{sr}}{s} \quad (1)$$

gdzie:

x_k – maksymalna wartość w zbiorze wyników,

x_{sr} – wartość średnia w zbiorze wyników,

s – odchylenie standardowe w zbiorze wyników.

dla najmniejszej wartości zaobserwowanej w zbiorze wyników:

$$G_l = \frac{x_l - x_{sr}}{s} \quad (2)$$

gdzie:

x_l – minimalna wartość średnia w zbiorze wyników,

x_{sr} – wartość średnia w zbiorze wyników,

s – odchylenie standardowe w zbiorze wyników.

Obliczone wartości parametrów G_p i G_l ocenia się w świetle wartości krytycznych, wyznaczonych na podstawie rozkładu Studenta. Jeżeli wartość liczbową parametru G_p lub G_l jest mniejsza od wartości krytycznej odpowiadającej przyjętemu poziomowi ufności lub jej równa, to analizowany wynik traktuje się jako poprawny. Wynik ma wartość odstającą gdy wartość parametru G_p lub G_l jest większa niż ww. wartość krytyczna. Poziom ufności określany jest jako procent „zaufania” do wyniku pomiaru i wynosi 95% dla założenia 5% prawdopodobieństwa popełnienia błędu (5 razy na sto przypadków) [4]. Po usunięciu wartości odstających ze zbioru wyników wyznaczana jest wartość odniesienia i odchylenie standardowe do oceny biegłości wg wzorów:

$$X = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} x_{i-lab} \quad (3)$$

gdzie:

X – wartość odniesienia,

x_{i-lab} – wartość średnia wyników pomiarów i -tego laboratorium,

n – liczba laboratoriów.

$$\hat{\delta} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^{i=n} (x_{i-lab} - X)^2} \quad (4)$$

gdzie:

$\hat{\delta}$ – odchylenie standardowe do oceny biegłości,

X – wartość odniesienia,

x_{i-lab} – wartość średnia wyników pomiarów i -tego laboratorium,

n – liczba laboratoriów.

Następnie, w oparciu o wartość odniesienia i odchylenie standardowe do oceny biegłości, dla wyników uzyskanych przez uczestników wyznaczane są parametry statyczne służące do oceny wyników porównań, których wybór uzależniony jest od celu i zakresu porównań oraz od rodzaju obiektów badań. Jednym z parametrów statystycznych, który znajduje wykorzystanie do oceny rozrzutu wyników uczestników porównań od wartości odniesienia jest wskaźnik z (z -score), wyznaczany wg wzoru [1, 3, 5, 15]:

$$z = \frac{x_{i-lab} - X}{\hat{\delta}} \quad (5)$$

gdzie:

x_{i-lab} – wartość średnia wyników pomiarów i -tego laboratorium,

X – wartość odniesienia,

$\hat{\delta}$ – odchylenie standardowe do oceny biegłości.

Wartości wskaźnika z oceniane są stosując następujące kryterium [1, 3, 15]:

$|z| \leq 2$ – wynik zadowolający,

$2 < |z| < 3$ – wynik wątpliwy,

$|z| \geq 3$ – wynik niezadowolający.

PORÓWNIANIA MIĘDZYLABORATORYJNE W ZAKRESIE BADAŃ TRWAŁOŚCI KOLORÓW MATERIAŁÓW TEKSTYLNICH NARAŻONYCH NA DZIAŁANIE WODY I POTU

Porównania międzylaboratoryjne w zakresie badań trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie wody i potu zostały zorganizowane i skoordynowane przez Laboratorium Inżynierii Materiałowej i Środowiska ITG KOMAG. W porównaniach uczestniczyło 8 laboratoriów badawczych, oznaczonych kodami od L1 do L8. Porównania przeprowadzone zostały w ramach programu jednoczesnego [6].

Obiektami badań wytypowanymi do porównań były dwie kolorowe tkaniny z bawełny (100%), przygotowane przez koordynatora i przekazane każdemu z uczestników. Tkanina w kolorze niebieskim przeznaczona była do badania trwałości koloru narażonego na działanie wody, a tkanina w kolorze różowym do badania trwałości koloru narażonego na działanie potu [6].

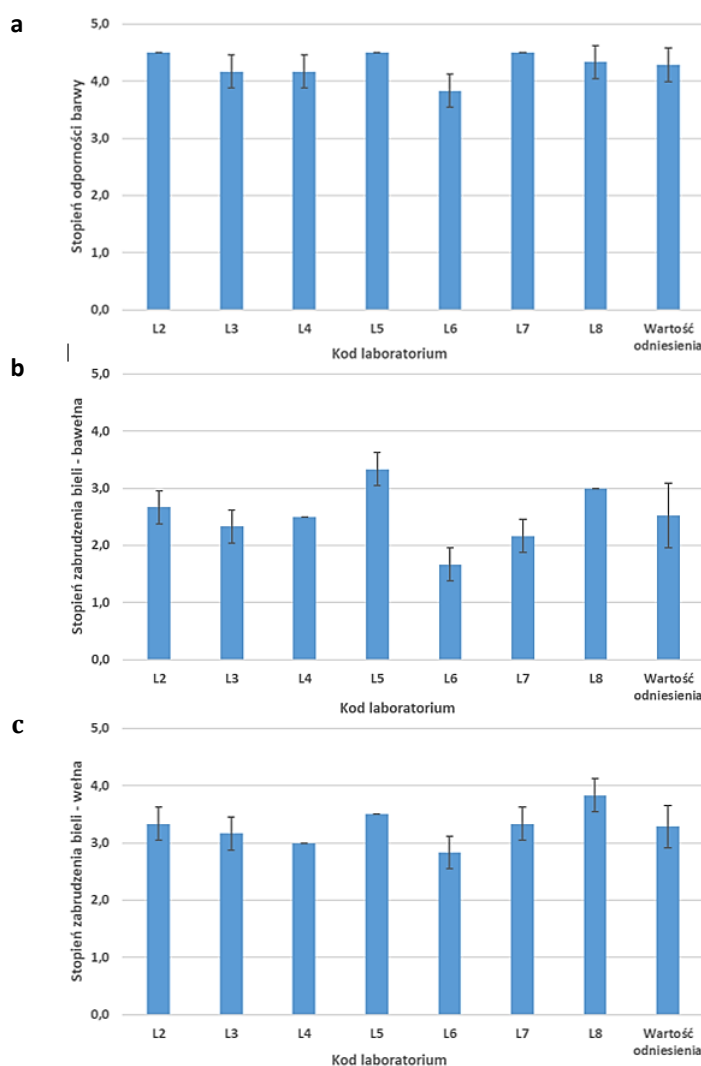
Zakres porównań obejmował ocenę zmiany barwy i zabrudzenia bieli w ramach badań trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie wody metodą wg normy PN-EN ISO 105-E01 oraz potu metodą wg normy PN-EN ISO 105-E04 [12, 13]. Badania przeprowadzono dla tkanin w kolorach niebieskim i różowym stanowiących objekty badań, które stykały się z dwoma tkaninami towarzyszącymi, dobranymi wg normy PN-ISO 105-F10 [16], tj. tkaniną bawełnianą (o tym samym składzie co objekty badań) i tkaniną wełnianą. Dla obiektów badań określono stopień odporności barwy, a dla tkanin towarzyszących: bawełny i wełny stopień zabrudzenia bieli poprzez porównanie ze skalami szarymi wg norm PN-EN 20105-A02 i PN-EN 20105-A03 [10, 11].

Dla celów oceny statystycznej rezultatów porównań międzylaboratoryjnych przyjęto wartości liczbowe dla stopni odporności barwy/zabrudzenia bieli, podane w tabeli 1.

Tabela 1 Wartości liczbowe przyjęte w porównaniach międzylaboratoryjnych dla stopni odporności barwy/zabrudzenia bieli

Stopień odporności barwy/zabrudzenia bieli	Wartość liczbową
5	5,00
4-5	4,50
4	4,00
3-4	3,50
3	3,00
2-3	2,50
2	2,00
1-2	1,50
1	1,00

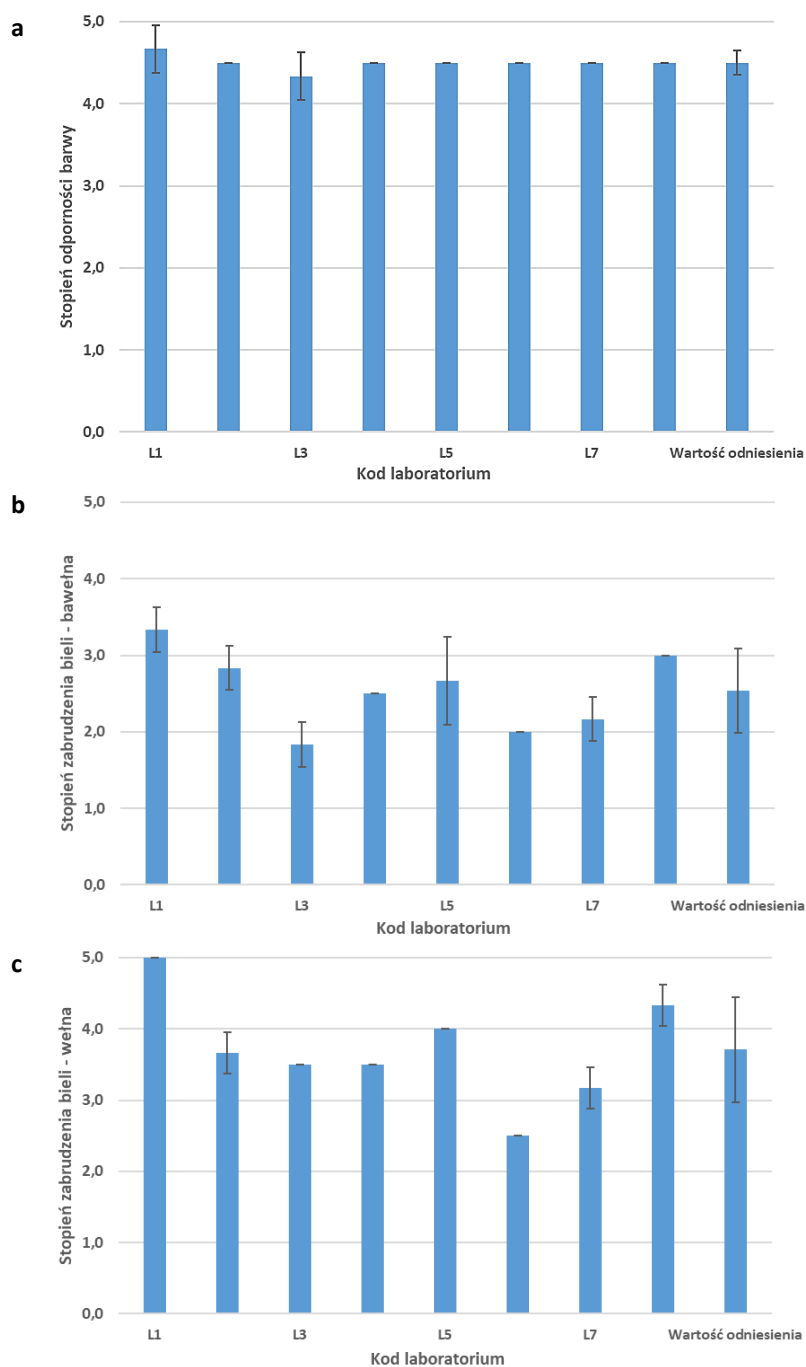
Źródło: [6]



Rys. 1 Wyniki badań trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie wody: a) ocena zmiany barwy, b) ocena zabrudzenia bieli tkaniny towarzyszącej bawełny, c) ocena zabrudzenia bieli tkaniny towarzyszącej wełny

Źródło: [6]

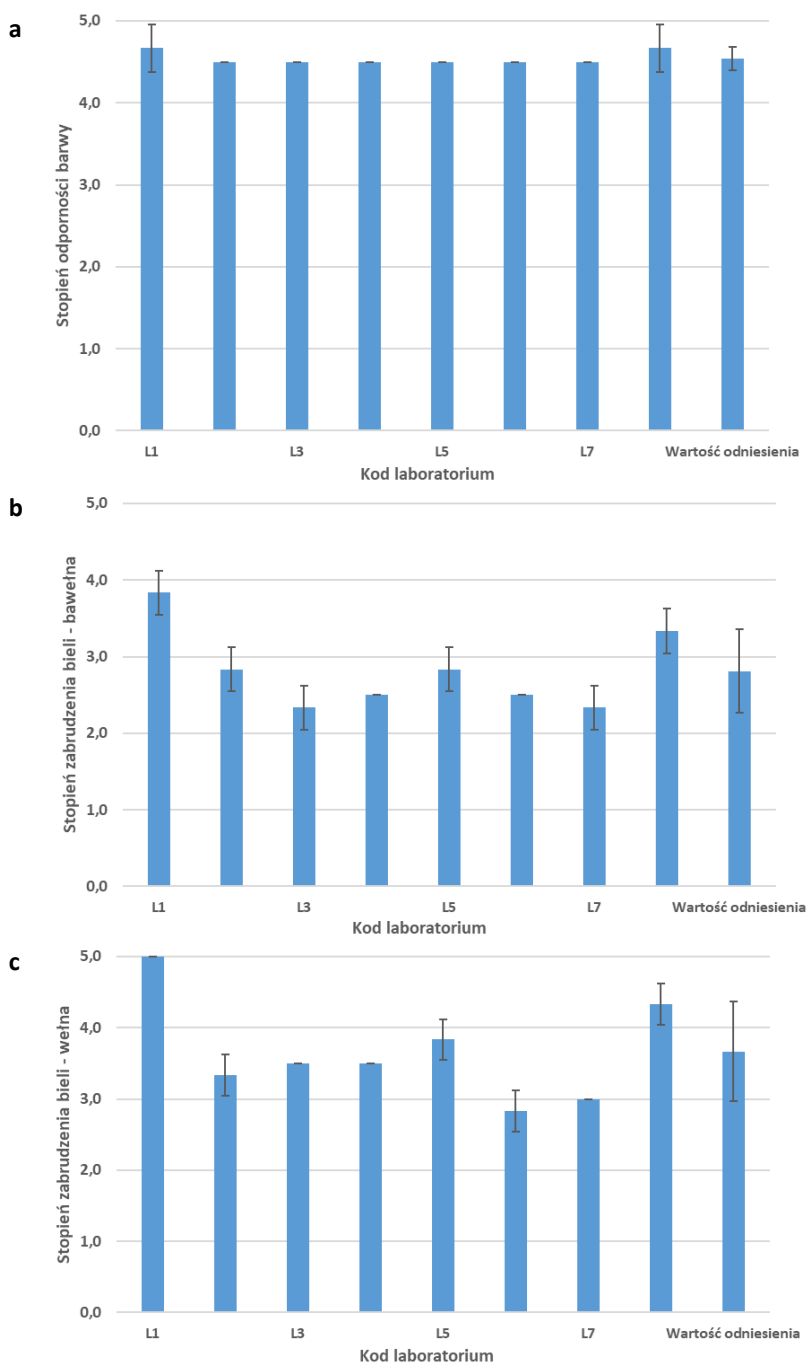
Wyniki uzyskane przez laboratoria uczestniczące w porównaniach międzylaboratoryjnych przedstawiono na rysunkach 1, 2 i 3.



Rys. 2 Wyniki badań trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie potu – roztwór alkaliczny:

- a) ocena zmiany barwy**
b) ocena zabrudzenia bieli tkaniny towarzyszącej, bawełny
c) ocena zabrudzenia bieli tkaniny towarzyszącej, wełny

Źródło: [6]



Rys. 3 Wyniki badań trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie potu – roztwór kwaśny:

- a) ocena zmiany barwy**
b) ocena zabrudzenia bieli tkaniny towarzyszącej, bawełny
c) ocena zabrudzenia bieli tkaniny towarzyszącej, wełny

Źródło: [6]

Ocenę uzyskanych przez laboratoria wyników przeprowadzono w trzech etapach [6]:

- identyfikacja wyników odstających z wykorzystaniem testu Grubbsa – etap 1,
- określenie wartości odniesienia i odchyłeń standardowych do oceny biegłości – etap 2,
- wyznaczenie wskaźnika z (*z-score*) – etap 3.

W pierwszym za pomocą testu Grubbsa wyznaczono wartości statystyk G_p i G_l i oceniono je w świetle wartości parametru krytycznego wynoszącego 2,020 przy poziomie ufności 95% dla siedmiu wyników badań trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie wody oraz 2,126 przy poziomie ufności 95% dla ośmiu wyników badań trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie potu [17]. Test Grubbsa nie wykazał wartości odstających [6].

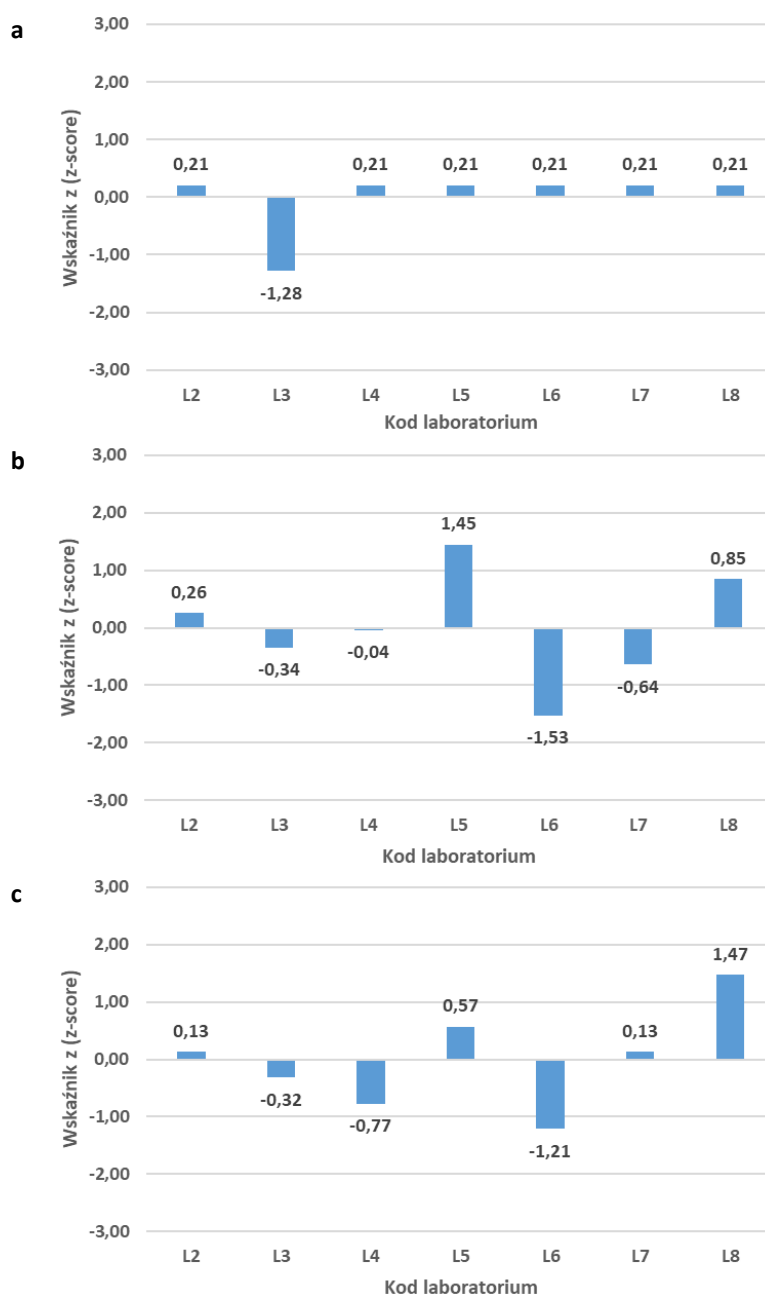
W kolejnym etapie wyznaczono wartości odniesienia, jako średnie arytmetyczne z wartości średnich wyników poszczególnych laboratoriów, a odchylenia dla oceny biegłości jako odchylenia standardowe z próby [15]. Wyznaczone wartości odniesienia i odchylenia dla oceny biegłości podano w tabeli 2.

Tabela 2 Zestawienie wartości odniesienia i odchyłeń standardowych do oceny biegłości

Parametr	Wartość odniesienia	Odchylenie standardowe do oceny biegłości
Badanie trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie wody		
Stopień odporności barwy	4,48	0,11
Stopień zabrudzenia bieli tkaniny towarzyszącej – bawełny	2,52	0,56
Stopień zabrudzenia bieli tkaniny towarzyszącej – wełny	3,29	0,37
Badanie trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie potu – roztwór alkaliczny		
Stopień odporności barwy	4,50	0,15
Stopień zabrudzenia bieli tkaniny towarzyszącej – bawełny	2,50	0,53
Stopień zabrudzenia bieli tkaniny towarzyszącej – wełny	3,71	0,74
Badanie trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie potu – roztwór alkaliczny		
Stopień odporności barwy	4,54	0,14
Stopień zabrudzenia bieli tkaniny towarzyszącej – bawełny	2,80	0,56
Stopień zabrudzenia bieli tkaniny towarzyszącej – wełny	3,67	0,70

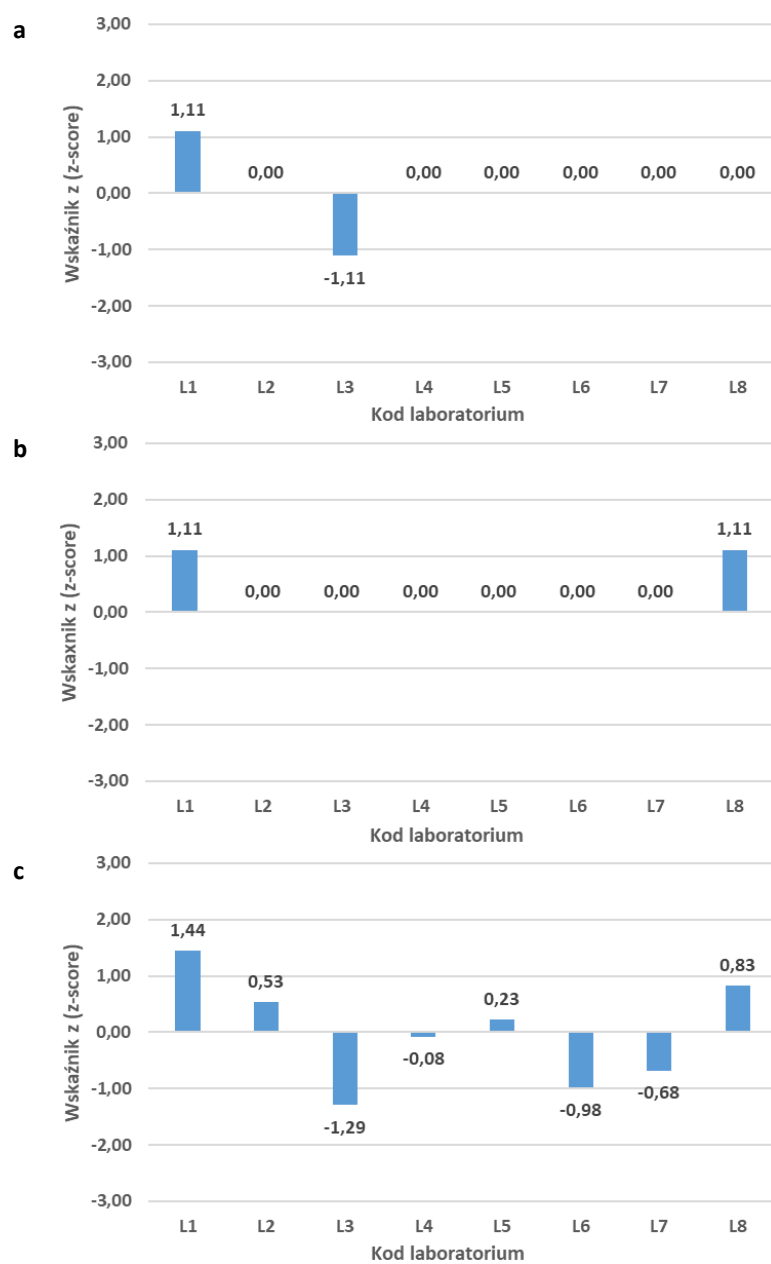
Źródło: [6]

W etapie trzecim przeprowadzono ocenę rezultatów uzyskanych przez laboratoria uczestniczące w porównaniach w oparciu o wskaźnik z (z -score). Graficzną prezentację wskaźnika z dla wyników badań trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie wody i potu przedstawiono na rysunkach 4, 5 i 6.



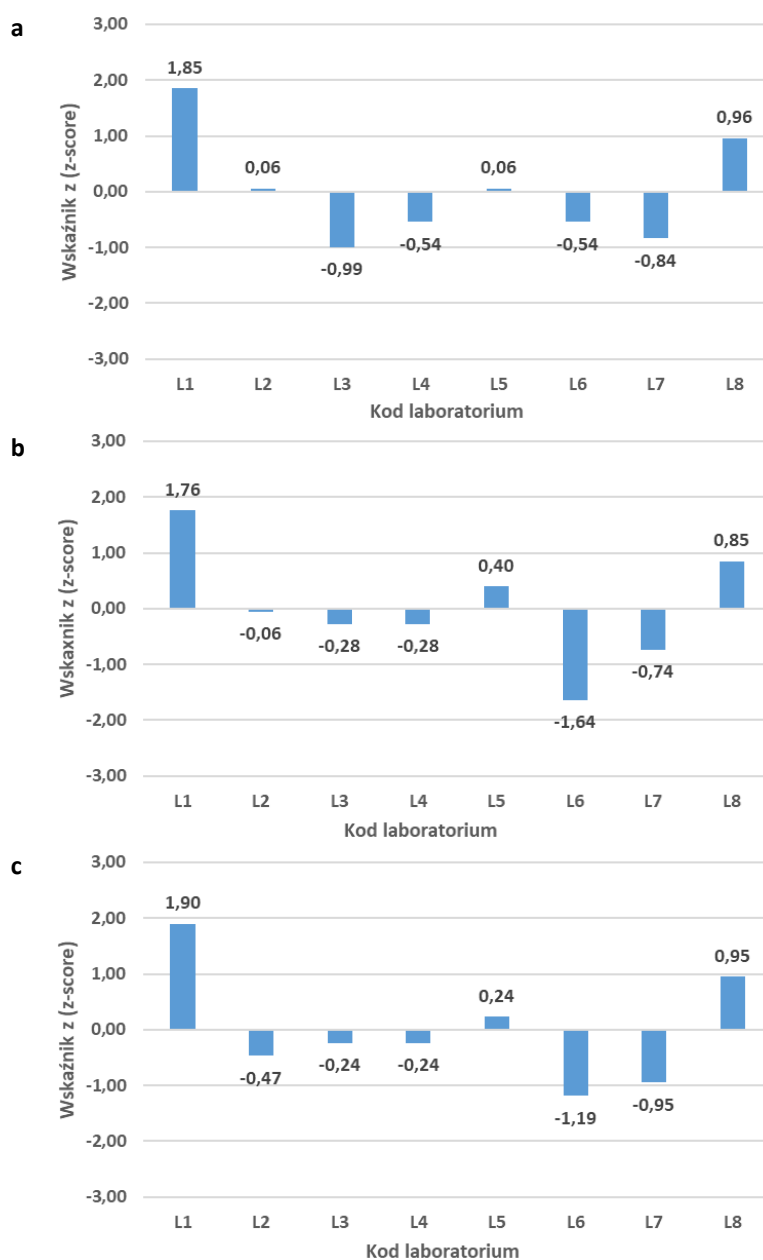
Rys. 4 Wartości wskaźnika z (*z-score*) dla wyników badań trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie wody:
a) ocena zmiany barwy
b) ocena zabrudzenia bieli tkaniny towarzyszącej, bawełny
c) ocena zabrudzenia bieli tkaniny towarzyszącej, wełny

Źródło: [6]



Rys. 5 Wartości wskaźnika z dla wyników badań trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie potu – roztwór alkaliczny:
a) ocena zmiany barwy
b) ocena zabrudzenia bieli tkaniny towarzyszącej, bawełny
c) ocena zabrudzenia bieli tkaniny towarzyszącej, wełny

Źródło: [6]



Rys. 6 Wartości wskaźnika z dla wyników badań trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie potu – roztwór kwaśny:

a) ocena zmiany barwy

b) ocena zabrudzenia bieli tkaniny towarzyszącej, bawełny

c) ocena zabrudzenia bieli tkaniny towarzyszącej, wełny

Źródło: [6]

Przeprowadzona ocena rezultatów porównań międzylaboratoryjnych wykazała, że wszystkie laboratoria uczestniczące w badaniach uzyskały zadowalające rezultaty (wskaźnik *IzI* poniżej 2) i tym samym potwierdziły biegłość w wykonywaniu badań trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie: wody wg PN-EN ISO 105-E01:2010 oraz potu wg normy PN-EN ISO 105-E04:2011 wraz z oceną zmiany barwy i zabrudzenia bieli [6].

WYZNACZENIE WSKAŹNIKÓW PRECYZJI DLA METOD BADAŃ TRWAŁOŚCI KOLORÓW MATERIAŁÓW TEKSTYLNICH NARAŻONYCH NA DZIAŁANIE WODY I POTU

Uzyskane w porównaniach międzylaboratoryjnych wyniki stanowiły podstawę wyznaczenia wskaźników precyzji dla metod badań trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie wody i potu obejmujących: odchylenia standardowe powtarzalności, międzylaboratoryjne i odtwarzalności oraz na ich podstawie granicy odtwarzalności. Znajomość granicy odtwarzalności pozwoliła określić graniczną wartość, której z określonym prawdopodobieństwem nie przekroczy wartość bezwzględnej różnicy dwóch dowolnych wyników pomiarów, przeprowadzonych przez kilka laboratoriów z zastosowaniem określonej metody pomiarowej w warunkach odtwarzalności, rozumianych jako zmienne ze względu na różnych analityków, instrumenty pomiarowe, odczytniki, warunki laboratoryjne [4].

Odchylenie standardowe powtarzalności s_{powt} wyznaczono jako zbiorcze odchylenie standardowe obliczone dla wszystkich wyników, zgodnie z wzorem [4]:

$$s_{powt} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^m s_j^2}{m}} \quad (6)$$

gdzie:

s_j – odchylenie standardowe wyników j -tego laboratorium,

m – liczba laboratoriów uczestniczących w porównaniach.

Odchylenie standardowe międzylaboratoryjne s_l obliczono na podstawie odchylenia standardowego s_{sr} charakteryzującego rozrzut średnich wokół średniej ogólnej oraz odchylenia standardowego powtarzalności s_{powt} , zgodnie z wzorem [4]:

$$s_l = \sqrt{\frac{s_{sr}^2 - s_{powt}^2}{n_0}} \quad (7)$$

gdzie:

s_{sr} – odchylenie standardowe średnich laboratoriów uczestniczących w porównaniach,

n_0 – średnia liczebność serii w laboratoriach uczestniczących w porównaniach.

Odchylenie standardowe odtwarzalności s_{odtw} , stanowiące miarę zmienności wyników uzyskanych przez poszczególne laboratoria i pomiędzy nimi, wyznaczono, zgodnie z wzorem [4]:

$$s_{odtw} = \sqrt{s_{powt}^2 + s_l^2} \quad (8)$$

W przypadku gdy $s_{sr}^2 \leq s_{powt}^2$ przyjęto, że odchylenie standardowe odtwarzalności jest równe odchyleniu standardowemu powtarzalności.

Granice odtwarzalności r_{odtw} dla poziomu ufności 95%, wyznaczono, zgodnie ze wzorem [4]:

$$r_{odtw} = 2\sqrt{2} \cdot s_{odtw} \quad (9)$$

Wartości obliczonych wskaźników precyzji zestawiono w tabeli 3.

Tabela 3 Zestawienie wskaźników precyzji dla metod badań trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie wody i potu

Wskaźnik precyzji	Stopień odporności barwy	Stopień zabrudzenia bieli dla tkaniny towarzyszącej – bawełny	Stopień zabrudzenia bieli dla tkaniny towarzyszącej – wełny
Badanie trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie wody			
odchylenie standardowe powtarzalności s_{powt}	0,22	0,24	0,24
odchylenie standardowe międzylaboratoryjne s_l	0,22	0,53	0,30
odchylenie standardowe odtwarzalności s_{odtw}	0,31	0,58	0,38
granica odtwarzalności r_{odtw}	0,87	1,65	1,09
Badanie trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie potu – roztwór alkaliczny			
odchylenie standardowe powtarzalności s_{powt}	0,14	0,29	0,18
odchylenie standardowe międzylaboratoryjne s_l	0,03	0,49	0,75
odchylenie standardowe odtwarzalności s_{odtw}	0,15	0,57	0,77
granica odtwarzalności r_{odtw}	0,42	1,61	2,17
Badanie trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie potu – roztwór kwaśny			
odchylenie standardowe powtarzalności s_{powt}	0,14	0,25	0,20
odchylenie standardowe międzylaboratoryjne s_l	-	0,51	0,70
odchylenie standardowe odtwarzalności s_{odtw}	0,14	0,57	0,73
granica odtwarzalności r_{odtw}	0,41	1,61	2,07

Źródło: obliczone na podstawie [6]

Na podstawie uzyskanych wartości granic odtwarzalności stwierdzono, że wartość bezwzględna różnicy dwóch wyników badań uzyskanych w warunkach odtwarzalności nie przekroczy, z prawdopodobieństwem 95%, wartości podanych w tabeli 3.

PODSUMOWANIE

Porównania międzylaboratoryjne stanowią jedno z narzędzi do zapewnienia jakości badań, które laboratoria badawcze powinny wykorzystywać do oceny miarodajności swoich wyników. W tym celu w ramach porównań wyznaczane są wskaźniki opisujące rozrzut od wartości odniesienia wyników badań uzyskanych przez laboratorium w warunkach identycznych z codzienną praktyką postępowania. Ocena wartości tych wskaźników w sposób jednoznaczny wskazuje czy wyniki uzyskane przez laboratorium są zadowalające, wątpliwe czy też odbiegające od ustalonych kryteriów, a tym samym stanowi podstawę

potwierdzenia przez laboratorium kompetencji technicznych. Uzyskanie zadowalających wyników porównań międzylaboratoryjnych, zgodnie z normą PN-EN ISO/IEC 17025 stanowi również podstawę walidacji metody badawczej, przeprowadzanej w celu zapewnienia jej zgodności z wymaganiami i określenia przydatności do zastosowania.

Wyniki porównań międzylaboratoryjnych znajdują wykorzystanie do wyznaczenia parametrów precyzji dla metod badawczych, co przedstawiono w publikacji na przykładzie odchylenia standardowego powtarzalności, międzylaboratoryjnego i odtwarzalności oraz granicy odtwarzalności dla metod badań trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie wody i potu. Wartości tych parametrów mogą stanowić podstawę do podjęcia decyzji o wyborze metody lub nie do wykorzystania w badaniach. Znajomość wartości odchylenia powtarzalności i odtwarzalności jest przydatna do szacowania niepewności wyników badań. Granica odtwarzalności może znaleźć wykorzystanie jako statystyczne kryterium oceny miarodajności uzyskiwanych przez laboratorium. Uzyskiwanie wyników mieszczących się w przedziale określonym granicą odtwarzalności potwierdza prawidłowość wykonania postępowania podczas wykonywanych badań, w tym prawidłowość wskazań wykorzystanego do ich realizacji wyposażenia badawczo-pomiarowego. Odnotowanie wystąpienia wyników wątpliwych lub odbiegających od wartości granicy odtwarzalności może stanowić sygnał do analizy przyczyn tej sytuacji i podjęcia wymaganych działań korygujących i zapobiegawczych.

WNIOSKI

Wyniki porównań międzylaboratoryjnych, potwierdzające biegłość laboratoriów w nich uczestniczących, pozwoliły na określenie cech charakteryzujących precyzję metod badań trwałości kolorów materiałów tekstylnych narażonych na działanie wody i potu, takich jak odchylenie standardowe powtarzalności, międzylaboratoryjne i odtwarzalności oraz granica odtwarzalności.

Przedstawiony przykład analizy statystycznej wyników porównań międzylaboratoryjnej oraz sposób wyznaczenia parametrów precyzji może znaleźć zastosowanie w procesie walidacji innych metod analitycznych, do określenia jej parametrów walidacyjnych.

Znajomość wartości wskaźników precyzji stosowanych przez laboratorium metod badawczych umożliwia wykorzystanie ich jako kryteriów w ocenie uzyskiwanych wyników, poprawności wskazań wyposażenia badawczego, szacowaniu niepewności i kompetencji technicznych oraz innych działań związanych z zapewnieniem jakości badań.

LITERATURA

- [1] E. Bulska. *Metrologia chemiczna. Sztuka prowadzenia pomiarów*. wyd. MALAMUT. Warszawa 2008.
- [2] M. Cichecka. *Porównania międzylaboratoryjne narzędziem pomocnym w ocenie kompetencji technicznych Laboratorium Badań Metrologicznych ITB „Moratex”*. Techniczne Wyroby

- Włókiennictwa. http://archive.moratex.eu/pliki/tww/2010_12/TWW_2010_1-2_art5.pdf. 2011.
- [3] M. Dobecki. *Zapewnienie jakości analiz chemicznych*. Instytut Medycyny Pracy, Łódź 1997.
- [4] W. Hyk, Z. Stojek. *Analiza statystyczna w laboratorium analitycznym*. Wydział Chemii Uniwersytetu Warszawskiego, Warszawa 2010.
- [5] I. Jasińska, Z. Mokwińska. *Analiza odtwarzalności wybranych metod pomiarowych na podstawie porównań międzylaboratoryjnych*. Techniczne Wyroby Włókiennictwa. http://archive.moratex.eu/pliki/tww/2011_12/TWW_2011_1_2_art6.pdf. 2011.
- [6] Laboratorium Inżynierii Materiałowej i Środowiska. *Sprawozdanie z porównań międzylaboratoryjnych. Badania odporności wybarwień na działanie wody i potu. Wybarwienia 2011* ITG KOMAG. Gliwice 2012 (materiały nie publikowane).
- [7] J. Namieśnik, P. Konieczka [red.]. *Ocena i kontrola jakości wyników pomiarów analitycznych*. WNT. Warszawa 2007.
- [8] T. Nowak. *Porównania międzylaboratoryjne jako element doskonalenia jakości na przykładzie badań odporności na rozdzieranie wyrobów tekstylnych*. Techniczne Wyroby Włókiennictwa. http://archive.moratex.eu/pliki/tww/2010_34/TWW_2010_3-4_art3.pdf. 2010.
- [9] Polskie Centrum Akredytacji. *Polityka dotycząca uczestnictwa w badaniach biegłości*. DA-05. wyd. 9 z 12.04.2023 r. Warszawa 2023.
- [10] PN-EN 20105-A02:1996 *Tekstyli. Badania odporności wybarwień. Szara skala do oceny zmiany barwy*. PKN.
- [11] PN-EN 20105-A03:1996 *Tekstyli. Badania odporności wybarwień. Szara skala do oceny zabrudzenia bieli*. PKN.
- [12] PN-EN ISO 105-E01:2010 *Tekstyli. Badania odporności wybarwień. Część E01: Odporność wybarwień na działanie wody*. PKN.
- [13] PN-EN ISO 105-E04:2011 *Tekstyli. Badania odporności wybarwień. Część E04: Odporność wybarwień na działanie potu*. PKN.
- [14] PN-EN ISO/IEC 17025:2018-02 *Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących*. PKN.
- [15] PN-EN ISO/IEC 17043:2011 *Ocena zgodności. Ogólne wymagania dotyczące badania biegłości*. PKN.
- [16] PN-ISO 105-F10:1996 *Tekstyli. Badania odporności wybarwień. Charakterystyka tkaniny towarzyszącej: Tkanina wieloskładnikowa*. PKN.
- [17] 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*. PKN.
- [18] Urząd Ochrony Konkurencji i Konsumentów. *Informacja z kontroli prawidłowości oznakowania i jakości produktów włókienniczych*. Warszawa 2015.
- [19] Urząd Ochrony Konkurencji i Konsumentów. *Informacja z kontroli prawidłowości oznakowania i jakości produktów włókienniczych*. Warszawa 2019.
- [20] Z. L. Warsza, E. T. Volodarsky. *Zastosowanie metod odpornościowych w analizie dokładności pomiarów międzylaboratoryjnych (1) Zasady statystyki odpornościowej, metoda Hubera czyli Algorytm A*. *Pomiary Automatyka Robotyka*, R. 21, Nr 2/2017, 47-55, DOI: 10.14313/PAR_224/47. 2017.
- [21] Z. L. Warsza, E. T. Volodarsky. *Zastosowanie metod odpornościowych w analizie dokładności pomiarów międzylaboratoryjnych (2) Ocena niepewności pomiarów metodą odporną Algorytm S*. *Pomiary Automatyka Robotyka*, R. 21, Nr 3/2017, 45-51, DOI: 10.14313/PAR_225/45. 2017.
- [22] R. Zając, V. Nordin. *Flexible scopes of accreditation at the Conformity Assessment Body and Testing Laboratories*. *Min. Mach.* 2021, nr 1, s. 55-63, DOI: 0.32056/KOMAG2021.1.6. 2021.

Determination the indicators of precision for test methods of colour fastness textile materials

Abstract: Quality assurance of tests results is a complex process that requires the use of many statistical tools by accredited research laboratories, including those used to assess the results of interlaboratory comparisons. The article presents a method for determining indicators of precision for test methods, which are among the basic parameters of their validation process. The approach was presented on the example of interlaboratory comparisons regarding the methods of testing colour fastness textile materials to water and perspiration. Formal requirements for assessing the results of interlaboratory comparisons were discussed. The indicators obtained based on the comparison results can be used to monitor the conduct of tests, confirm competences and identify possible irregularities.

Keywords: quality assurance of tests, interlaboratory comparisons, validation of test method, precision

Beata Gryniewicz-Bylina

Instytut Techniki Górniczej KOMAG
ul. Pszczyńska 37, 44-101 Gliwice, Polska
e-mail: bbylina@komag.eu

Bożena Rakwicz

Instytut Techniki Górniczej KOMAG
ul. Pszczyńska 37, 44-101 Gliwice, Polska
e-mail: brakwicz@komag.eu