

MEĐULABORATORIJSKO POREĐENJE KAO NAČIN DODATNOG OSIGURANJA KVALITETA REZULTATA ISPITIVANJA

INTERLABORATORY COMPARISON AS A WAY OF ADDITIONAL QUALITY ASSURANCE OF TEST RESULTS

**Branka Muminović
Omer Beganović
Derviš Emruli**

**University of Zenica, Institute of Metallurgy "Kemal Kapetanović"
Bosnia and Herzegovina**

REZIME

Jedan od zahtjeva standarda EN ISO/IEC 17025 odnosi se na obavezu akreditiranog laboratorija da participira u programima međulaboratorijskog poređenja ili provjerama ispitivanja sposobnosti. Akreditaciona tijela uglavnom zahtijevaju od akreditovanih laboratorija da u periodu važenja akreditacije najmanje jednom učestvuju u odgovarajućim programima međulaboratorijskog poređenja za svaku akreditovanu metodu u cilju potvrde njihove kompetentnosti. Mehanički laboratorij Instituta, koji je akreditovan od strane Instituta za akreditiranje BiH i Norveškog akreditacionog tijela, do sada je učestvovao u nekoliko međulaboratorijskih poređenja. U ovom radu prezentirani su rezultati nekih od tih poređenja.

Ključne riječi: osiguranje kvaliteta, međulaboratorijsko poređenje, provjera osposobljenosti

SUMMARY

One of the requirements of EN ISO / IEC 17025 refers to the obligation of accredited laboratories to participate in the program of interlaboratory comparisons or proficiency testing. Accreditation bodies generally require that accredited laboratories participate in appropriate programs of interlaboratory comparisons at least one time in period of accreditation validity for each accredited method in order to confirm their competence. Mechanical Laboratory of the Institute accredited by the Institute for Accreditation of BiH and the Norwegian accreditation body participated in several interlaboratory comparisons. In this paper results of some of these comparisons are presented.

Keywords: Quality Assurance, Interlaboratory comparison, Proficiency testing

1. UVOD

Mehanički laboratorij Metalurškog instituta "Kemal Kapetanović" Zenica je od 1998. godine akreditiran za mehanička ispitivanja metalnih materijala od strane Bosansko-hercegovačkog tijela za akreditaciju, koje je djelovalo pri Zavodu za standardizaciju, mjeriteljstvo i patente Bosne i Hercegovine, prema standardu EN 45001. U aprilu 2003. godine Mehanički laboratorij je reakreditiran prema zahtjevima standarda BAS EN ISO/IEC 17025 od strane Instituta za akreditiranje Bosne i Hercegovine. Važenje iste akreditacije je produženo u maju 2007. godine. Institut takođe posjeduje akreditaciju norveškog akreditacionog tijela od januara 2011. godine koja, pored ostalog, uključuje metode ispitivanja koje se provode u Mehaničkom laboratoriju.

Dokument OD 07 Bosansko-hercegovačkog tijela za akreditiranje propisuje da laboratorija koja podnosi zahtjev za odobravanje akreditacije prema standardu EN ISO/IEC 17025 mora, pored ostalih dokumenata, podnijeti i dokaz da je učestvovala u barem jednoj raspoloživoj PT/ILC šemi za jednu poddisciplinu unutar jednog tehničkog područja koje je obuhvaćeno predloženim područjem akreditacije. Takođe, nakon odobravanja akreditacije, u periodu važenja akreditacije, laboratorija mora učestvovati u barem jednoj PT/ILC šemi za svaku metodu iz odobrenog skoupa akreditacije. Laboratorija je obavezna istraživati i dokumentovati raspoloživost PT/ILC šema pri čemu se prednost daje inspekcijskim tijelima akreditovanim u skladu sa zahtjevima standarda ISO/IEC 17043 i vodičem ILAC G-13. [1]. U nemogućnosti učešća u odgovarajućim PT/ILC šemama organizovanim od strane akreditovanih tijela, laboratorija može sama organizovati poređenje sa drugim laboratorijama iste ili slične djelatnosti u cilju međusobne saradnje, razmjene iskustava i podizanja kvaliteta u pružanju usluga.

2. ORGANIZATOR PT/ILC ŠEME

Organizator PT/ILC šeme mora ispunjavati zahtjeve standarda ISO/IEC 17043, poglavlja 4 koje se odnosi na tehničke zahtjeve i poglavlja 5 koje se odnosi na zahtjeve menadžmenta. Po prihvatanju PT/ILC šeme od strane laboratorija, organizator sve laboratorije učesnike obavještava o terminu prijema uzorka, načinu rukovanja, skladištenja, pripreme i procedure ispitivanja, obrade rezultata ispitivanja, krajnjeg datuma za dostavu rezultata i eventualno vraćanje uzorka organizatoru, ako se radi o ispitivanjima koje više laboratorija vrše na istom ispitnom uzorku [2]. Po prijemu rezultata svih laboratorija učesnica organizator iste obrađuje i dostavlja finalni izvještaj laboratorijama u kojem daje procjenu rezultata PT i ocjenu laboratorija po svim elementima obuhvaćenim PT šemom. Finalni izvještaj može sadržavati pregled svih laboratorija učesnica, ali se za prikazivanje rezultata koristi laboratorijski kod koji se dodjeljuje laboratoriju po dostavi predmeta PT šeme i predstavlja identifikaciju laboratorija tokom poređenja.

Organizator PT/ILC šeme može biti i tijelo koje ne posjeduje akreditaciju prema standardu ISO/IEC 17043, ali koje je u mogućnosti da osigura dovoljno homogen i/ili certificiran uzorak za provjeru osposobljenosti, zatim koji je u mogućnosti da uradi procjenu rezultata provjere te na osnovu toga da ocjenu laboratorija učesnica. Poređenje među laboratorijama mogu organizovati i dvije ili više laboratorija sličnih ili istih djelatnosti koje ocjenu poređenja daju na osnovu uporedbe dobijenih rezultata.

3. UČEŠĆE MEHANIČKOG LABORATORIJA INSTITUTA U PT/ILC

Mehanički laboratorij Instituta učestvovao je u više šema provjere osposobljenosti u organizaciji akreditovanih tijela za provođenje PT/ILC u oblasti mehaničkih ispitivanja metalnih materijala. Takođe, Mehanički laboratorij Instituta je uzeo učešće u međulaboratorijskim poređenjima sa laboratorijama iste ili slične djelatnosti i bio inicijator za organizaciju poređenja u području kalibracije uređaja za zadavanje sile i mjerenje tvrdoće. U ovom radu prezentiran je dio rezultata međulaboratorijskih poređenja u području ispitivanja tvrdoće po metodama Rockwella i Brinella u kojem je učestvovao Mehanički laboratorij, a koja su organizovala akreditirana tijela za provođenje PT.

4. REZULTATI PT ŠEMA

4.1 Rezultati PT za Rockwell Hardness test prema EN ISO 6508-1

PT šemu organizovao je njemački Institut koji pruža usluge ispitivanja osposobljenosti u oblastima mehaničkih ispitivanja (Institut für Eignungsprüfung Njemačka) koji je akreditovan kao nezavisno inspekcijsko tijelo prema zahtjevima standarda ISO/IEC 17043.

PT šema je bazirana na ispitnom standardu EN ISO 6508-1. U PT šemi učestvovalo je 76 laboratorija iz 28 zemalja od kojih je 57 posjedovalo akreditaciju prema standardu EN ISO/IEC 17025. Laboratorijama je dodijeljena jedinstvena identifikacijska oznaka, odnosno laboratorijski kod koji se dalje koristio kod dostave uzoraka za ispitivanje, međusobne komunikacije i u finalnom izvještaju. Mehaničkom laboratoriju dodijeljen je kod 302.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
K										
I		1			•				2	
H								•		
G										
F					5					
E										
D					•					
C							•			
B		3		•					4	
A										

Slika 1. Izgled certificirane referentne pločice

U okviru ove PT šeme laboratorije učesnice su trebale da odrede tvrdoće certificiranih referentnih pločica od MPA NRW Njemačka različitih područja tvrdoće (25 HRC, 45 HRC i 60 HRC) na bazi mjerenja po jednog otiska u pet različitih polja prema Slici 1. (zahtjev A). Pored toga laboratorije su trebale odrediti tvrdoću posebnog čeličnog uzorka uz proračun mjerne nesigurnosti (zahtjev B). Procjena rezultata PT bazirana je na ISO 13528 i ISO/IEC Guide 43-1 i to na osnovu kriterija «dozvoljena greška ispitne mašine» i «dozvoljena ponovljivost ispitne mašine» prema tabeli 5 standarda EN ISO 6508-2 [3].

Greška ispitne mašine za svaki laboratorij pojedinačno « E » računata je prema jednačini:

$$E = H_{sr} - X_{CRM} \quad \dots(1)$$

H_{sr} je aritmetička srednja vrijednost mjerenja tvrdoće u pojedinim laboratorijama na odgovarajućoj referentnoj pločici, a X_{CRM} je certificirana vrijednost tvrdoće referentne pločice. Prema tabeli 5 standarda EN ISO 6508-2 greška ispitne mašine može da se kreće u području $(-1,5 \text{ HRC} \leq E \leq 1,5 \text{ HRC})$. Ponovljivost ispitne mašine za svaki laboratorij pojedinačno računata je prema jednačini:

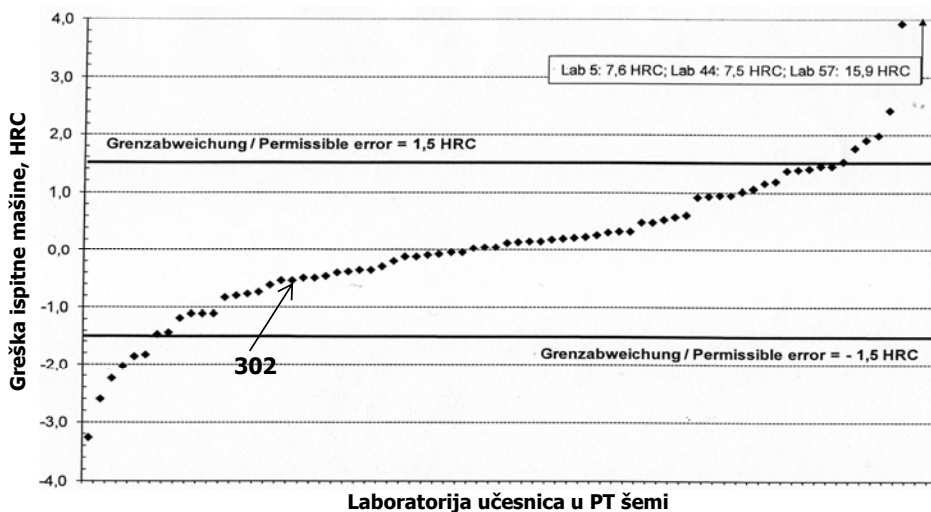
$$r = H_{max} - H_{min} \quad \dots(2)$$

H_{max} je maksimalna a H_{min} minimalna izmjerena tvrdoća na odgovarajućoj certificiranoj referentnoj pločici. Prema tabeli 5 standarda EN ISO 6508-2 ponovljivost ispitne mašine treba da bude manja ili jednaka $0,02 \cdot (100 - H)$ ili 0,8 HRC u zavisnosti od toga koja je od ovih vrijednosti veća. Pri obradi rezultata u okviru ove PT šeme računato je odstupanje ponovljivosti $\Delta(\text{HRC})$ pojedinih laboratorija od dozvoljene ponovljivosti.

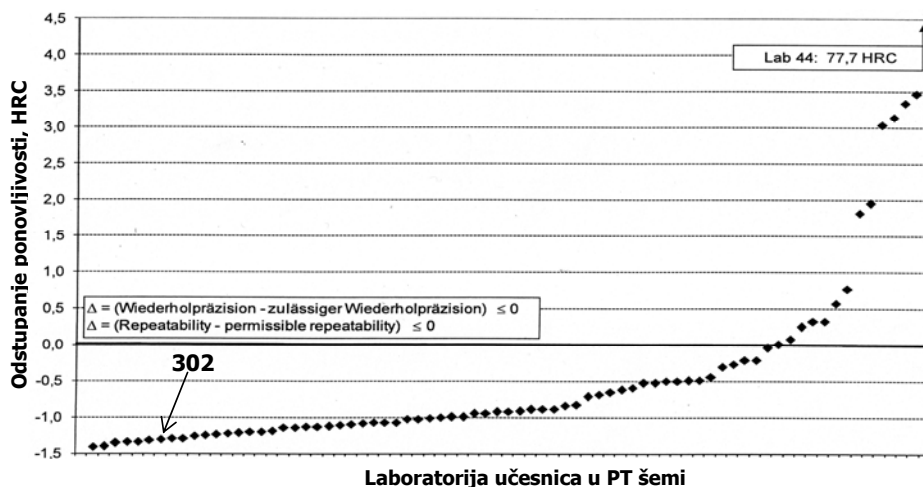
$$\Delta = r - [0,02 \cdot (100 - H_{sr})] \leq 0 \quad \dots(3)$$

$$\Delta = r - 0,8 \text{ HRC} \leq 0 \quad \dots(4)$$

Ocjena rezultata u okviru ove PT šeme za zahtjev A izvršena je na osnovu dva parametra (E i r) za svako područje tvrdoće, a rezultati su ocjenjeni kao «zadovoljava» ili «nezadovoljava». Na slici 2 grafički su prezentirani rezultati PT dobijeni na osnovu utvrđene greške ispitne mašine prema jednačini 1 za nivo tvrdoće 25 HRC. Na slici je takođe istaknut položaj Mehaničkog laboratorija (kod laboratorija 302). Slika 3 grafički prezentira rezultate PT bazirane na utvrđenim odstupanjima ponovljivosti za isti nivo tvrdoće. Takođe, istaknut je položaj Mehaničkog laboratorija. Svi rezultati koji su jednaki nuli ili su ispod linije nule ocjenjeni su kao zadovoljavajući.



Slika 2. Rezultati PT šeme bazirani na utvrđenim greškama ispitne mašine
Zahtjev A – nivo tvrdoće 25 HRC. (Prilagođeno iz [4])

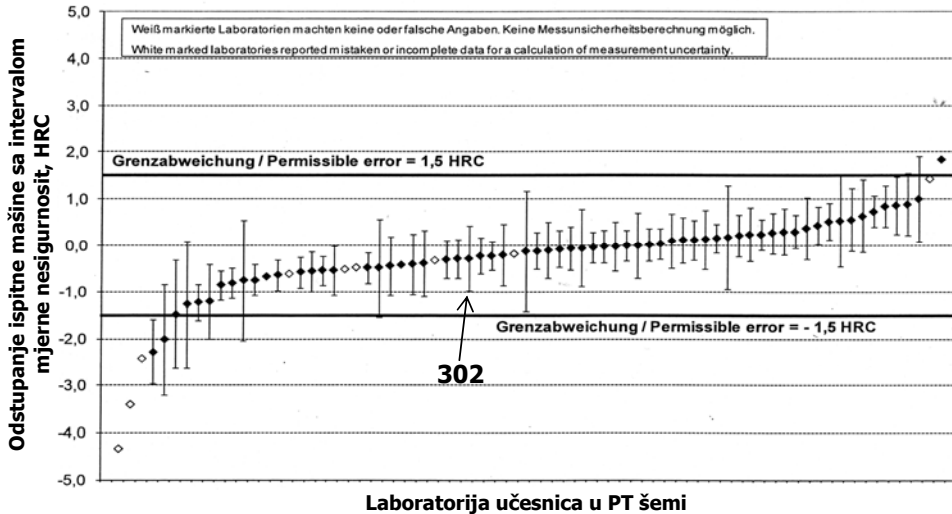


Slika 3. Rezultati PT šeme bazirani na utvrđenom odstupanju ponovljivosti ispitne mašine
Zahtjev A – nivo tvrdoće 25 HRC. (Prilagođeno iz [4])

U okviru zahtjeva B ovog poredjenja proširena mjerna nesigurnost je određena u skladu sa zahtjevima anexa G standarda EN ISO 6508-1 [5] na bazi pet pojedinačnih mjerenja tvrdoće na posebno dostavljenom čeličnom uzorku. Proširena mjerna nesigurnost (U) određena je prema jednačini 5.

$$U = 2 \cdot \sqrt{u_E^2 + u_{CRM}^2 + u_x^2 + u_{ms}^2} \quad \dots(5)$$

u_E je standardna mjerna nesigurnost od greške ispitne mašine, u_{ms} standardna mjerna nesigurnost od rezolucije ispitne mašine, u_{CRM} standardna mjerna nesigurnost certificiranog referentnog materijala i u_x standardna mjerna nesigurnost od mjerenja na ispitnom materijalu. Na slici 4 grafički su prezentirani rezultati PT šeme bazirani na ocjenjenom odstupanju ispitnih mašina sa intervalom mjerne nesigurnosti. Na slici je takođe istaknut položaj Mehaničkog laboratorija.



Slika 4. Rezultati PT šeme bazirani na utvrđenom odstupanju ispitne mašine sa intervalom mjerne nesigurnosti. Zahtjev B. (Prilagođeno iz [4])

Prema zahtjevu A, koji se odnosio na mjerenje tvrdoće na certificiranim referentnim pločicama, Mehanički laboratorij je pokazao zadovoljavajući rezultat. Rezultati Mehaničkog laboratorija koji su se odnosili na zahtjev B - ispitivanje tvrdoće na posebno dostavljenom čeličnom uzorku, a u cilju proračuna mjerne nesigurnosti, ocjenjeni su kao zadovoljavajući. Odstupanje ispitne mašine sa intervalom mjerne nesigurnosti ocjenjeno je sa zadovoljava.

4.2 Rezultati PT za Brinell Hardness test prema EN ISO 6506-1

Ovu PT šemu organizovao je China NIL Research Center for Proficiency Testing koja posjeduje akreditaciju prema ISO/IEC 17043 za provođenje PT/ILC. PT je bazirana na ispitnom standardu EN ISO 6506-1 za područje tvrdoće HBW 5/750. U PT šemi učestvovalo je 27 ispitnih laboratorija iz Kine i Bosne i Hercegovine. Svakoj laboratoriji učesnici dostavljen je po jedan ispitni uzorak, na kojem je, prema datim uputama, trebalo ispitati tvrdoću i dati srednju vrijednost. Mehaničkom laboratoriju dodijeljen je kod 03. Organizator je obezbijedio homogenost ispitnih uzoraka prema JJG 147-2005 China national metrological verification regulation for metallic Brinell hardness reference blocks. U aneksu finalnog izvještaja priložen je izvještaj o homogenosti uzoraka, što ukazuje da je priprema ispitnih uzoraka bila takva da bilo kakvo odstupanje u PT šemi nije bilo zbog razlika u uzorcima [6]. Rezultati ispitivanja su procijenjeni robustnom statističkom procedurom i korištenjem Z-scor kao numeričkog pokazatelja za ocjenu pojedinih laboratorija učesnica u PT šemi.

$$Z = (x - X) / \sigma \quad \dots(9)$$

gdje je;

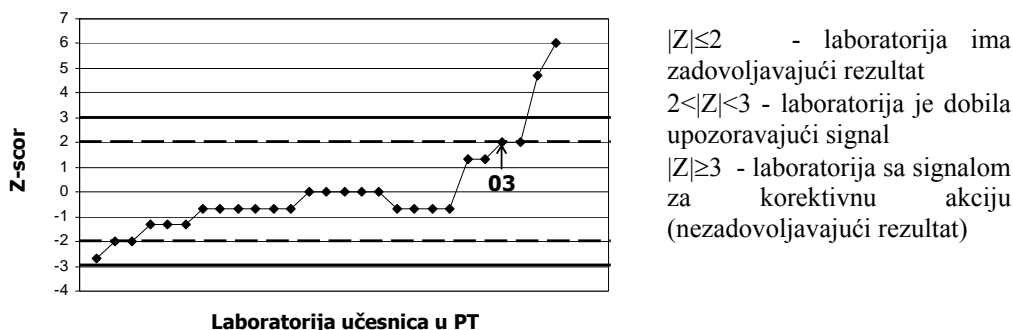
x - rezultat ispitivanja laboratorija - srednja vrijednost izmjerene tvrdoće

X - dodijeljena vrijednost

σ - standardno odstupanje

Budući da je u PT šemi učestvovao neparan broj laboratorija za dodijeljenu vrijednost izabrana je srednja vrijednost tvrdoće (200 HBW) onog laboratorija iznad kojeg su se nalazile srednje vrijednosti tvrdoća drugih trinaest laboratorija, odnosno ispod koje su se nalazile srednje vrijednosti tvrdoća preostalih trinaest laboratorija [6]. Na slici 5 grafički su

prezentirani rezultati PT šeme dobijeni na osnovu utvrđenog Z-scora za svaku laboratoriju učesnicu pojedinačno. Na slici je takođe istaknut položaj Mehaničkog laboratorija (kod laboratorija 03). Ocjena laboratorija učesnica data je sa Z-scor prema jednačini 9.



Slika5. Rezultati PT šeme bazirani na utvrđenom Z-scor. (Prilagođeno iz [6])

Mehaničkom laboratoriju utvrđen je «Z-scor» dva i ocijenjen je kao laboratorij sa zadovoljavajućim rezultatom.

5. ZAKLJUČAK

Rezultati ispitivanja Mehaničkog laboratorija Instituta, prema obe metode (Rocwell - HRC, Brinell - HBW 5/750), utvrđeni u okviru prezentiranih PT šema, ocijenjeni su kao zadovoljavajući. S druge strane, rezultati nekih od laboratorija učesnica istih PT šema ocijenjeni su kao nezadovoljavajući čime su dobili upozoravajući signal za utvrđivanje uzroka dobivanja takvih rezultata, te poduzimanje odgovarajućih korekcija ili korektivnih akcija. Učešće u programima međulaboratorijskih poređenja ili programima osposobljenosti postaje pouzdan način utvrđivanja kompetentnosti određenog laboratorija, zbog čega tijela za akreditaciju i zahtijevaju od akreditovanih laboratorija da obavezno učestvuju u takvim programima. Pri tome, rezultati takvih poređenja omogućuju konkretnoj laboratoriji da kroz njihovu pravilnu analizu dodatno unaprijede kvalitet svojih usluga bez obzira na to da li su rezultati ocijenjeni kao zadovoljavajući ili nezadovoljavajući.

6. LITERATURA

- [1] Dokument OD 07-04: OP i zahtjevi za sudjelovanje u PT/ILC šemama; Institut za akreditiranje Bosne i Hercegovine; Izdanje 4; 26.11.2010.
- [2] Standard ISO/IEC 17043:2010: Conformity assessment – General requirements
- [3] EN ISO 6508-2:2006, Metallic material - Rockwell hardness test. Part 2: Verification and calibration of testing machines (scales A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T)
- [4] Final Report - Proficiency Test Rockwell HRC Hardness Test (0801-HRC 2008); Institut für Eignungsprüfung Daimlerstraße 8, D-45770 Marl; June, 5th 2009.
- [5] EN ISO 6508-1: 2006, Metallic materials - Rockwell hardness test. Part 1: Test method (scales A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T)
- [6] Final report – CNAS T0478 proficiency Testing Scheme Brinell hardness test for metallic materials)HBW 5/750; China NIL Research Center for Proficiency Testing; June, 2010.