

# Analiza odtwarzalności wybranych metod pomiarowych na podstawie porównań międzylaboratoryjnych

**I. Jasińska, Z. Mokwińska**

Instytut Włókiennictwa

## 1. Wprowadzenie

Laboratorium Badań Surowców i Wyrobów Włókienniczych Instytutu Włókiennictwa w ramach pracy Sekcji Przemysłu Tekstylnego i Skórzanego Klubu POLLAB, w latach 2009-2010 zorganizowało cztery Porównania Międzylaboratoryjne (PM) dotyczące akredytowanych metod badawczych. W wyniku prze-

prowadzonych badań [1,2,3,4] wyznaczona została odtwarzalność dla następujących metod pomiarowych:

- PN-EN ISO 5077:2008 Tekstylija. Wyznaczanie zmiany wymiarów po praniu i suszeniu.
- PN-EN 31092:198+Ap1:2004 Tekstylija. Wyznaczanie właściwości fizjologicznych - Pomiar oporu cieplnego i oporu pary wodnej w warunkach sta-

nu ustalonego (metoda pocącej się zaizolowanej cieplnie płyty).

- PN-EN 12127:2000 Tekstyli. Płaskie wyroby włókiennicze. Wyznaczanie masy na jednostkę powierzchni z zastosowaniem małych próbek.
- PN-EN 24920:1997 Tekstyli. Wyznaczanie odporności wyrobów na zwilżanie powierzchniowe (spray test).

Głównym celem organizowanych Porównań Międzylaboratoryjnych było:

- potwierdzenie kompetencji technicznych laboratoriów badawczych w zakresie wyznaczonych metod badawczych,
- spełnienie wymagań stawianych akredytowanym laboratoriom, zawartych w dokumencie PCA - DA-05 [5].
- ocena jakości metodyki badawczej zawartej w dokumentach znormalizowanych która podlega okresowym nowelizacjom, poprzez analizę wartości wskaźników powtarzalności i odtwarzalności [6].

Porównania Międzylaboratoryjne są skutecznym narzędziem oceny odtwarzalności pomiarów dokonywanych w laboratoriach. Występuje w nich grupa czynników, względem których możemy analizować odtwarzalność. Należą do nich między innymi: osoby wykonujące badania, rodzaj posiadanego przez laboratoria wyposażenia, czas badania.

Tabela 1 Porównania Międzylaboratoryjne w latach 2009 – 2010

Lp	Porównania międzylaboratoryjne	Liczba uczestników
PM I	Wyznaczanie zmiany wymiarów po praniu i suszeniu wg PN-EN ISO 5077:2008	8
PM II	Wyznaczanie oporu cieplnego wyrobów włókienniczych wg PN-EN 31092:1998+Ap1:2004	7
PM III	Wyznaczanie masy powierzchniowej z zastosowaniem małych próbek wg PN-EN 12127:2000	9
PM IV	Wyznaczanie odporności wyrobów na zwilżanie powierzchniowe (spray test) wg PN-EN 24920:1997	6

## 2. Wykonanie badań

Każde z uczestniczących w PM laboratoriów otrzymało od organizatora jednorodny pod względem badanej cechy materiał badawczy. We wszystkich przeprowadzonych PM każdy z uczestników wykonał w warunkach powtarzalności 2 serie pomiarów wartości danego wskaźnika.

Po zebraniu wyników od wszystkich uczestników PM dokonano analizy statystycznej w oparciu o normę PN-91/P-04600 „Tekstyli. Wyznaczanie precyzji metod badań na podstawie badań międzylaboratoryjnych”. W celu eliminacji ewentualnych wyników silnie

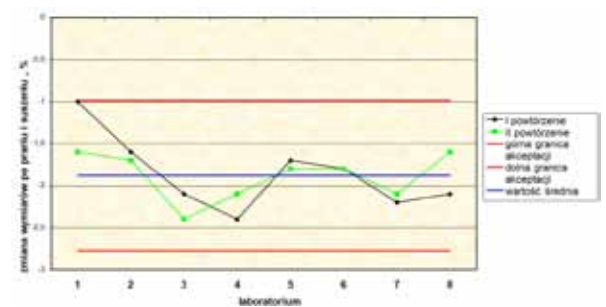
odbiegających od wartości średniej zastosowano test Dixona, dla przyjętych poziomów istotności 1% i 5%. Test ten należy do grupy testów istotności, pozwalających na podstawie matematycznych obliczeń wyeliminować błędy grube, czyli te z wyników pomiarów, które znacznie różnią się od pozostałych w populacji.

Ocena wyników pod względem precyzji została przeprowadzona przy wykorzystaniu testu Cochra. Test ten poddaje ocenie wariancję uzyskane z poszczególnych powtórzeń i pozwala na określenie ich jednorodności.

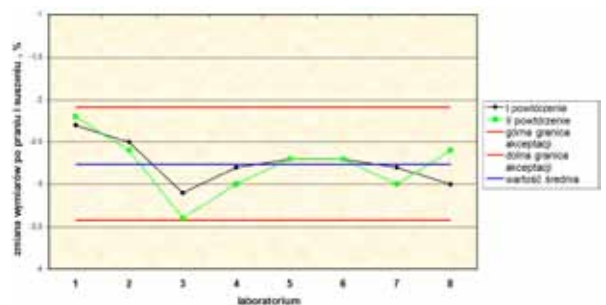
W każdym z omawianych Porównań Międzylaboratoryjnych do obliczeń statystyki osiągnięć przyjęto jedynie wyniki, dla których zarówno test Dixona jak i Cochra nie wykazał istotnej rozbieżności z pozostałymi wynikami w populacji.

## 3. Wskaźniki precyzji

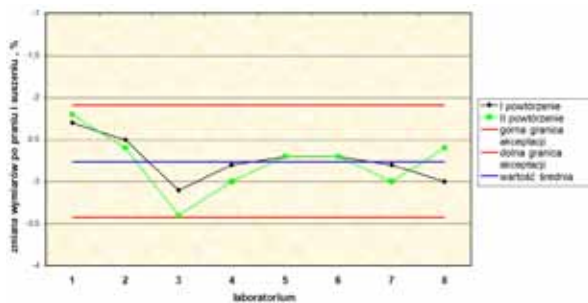
W opracowaniach PM obliczone zostały wskaźniki precyzji dla warunków powtarzalności - r i odtwarzalności - R oraz obliczono granice akceptacji wartości średniej ogólnej zgodnie z normą PN-91/P-04600 „Tekstyli. Wyznaczanie precyzji metod badań na podstawie badań międzylaboratoryjnych”. Wyniki uzyskane przez uczestników PM powinny znajdować się w granicach akceptacji wartości średniej. Rysunki 1-6 prezentują rozkład wyników w poszczególnych Porównaniach Międzylaboratoryjnych w kontekście obliczonych granic akceptacji.



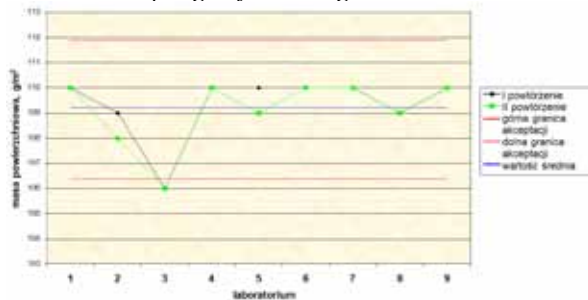
Rys. 1. PM I - Granice akceptacji wartości średniej zmiany wymiarów dla kierunku wzdłużnego tkaniny



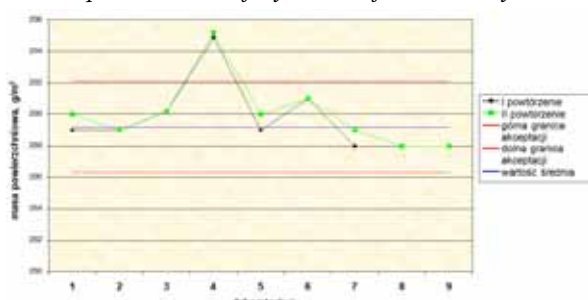
Rys. 2. PM I - Granice akceptacji wartości średniej zmiany wymiarów dla kierunku poprzecznego tkaniny



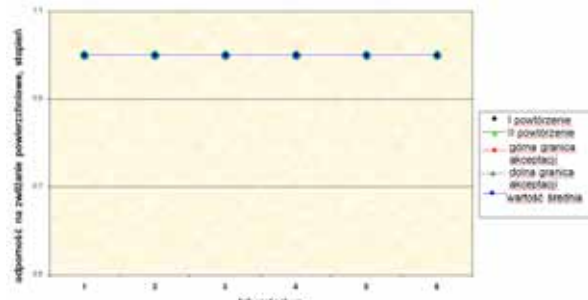
Rys. 3. PM II - Granice akceptacji średniej wartości oporu cieplnego wyznaczonego dla układu



Rys. 4. PM III - Granice akceptacji średniej wartości masy powierzchniowej wyznaczonej dla dzianiny



Rys. 5. PM III - Granice akceptacji średniej wartości masy powierzchniowej wyznaczonej dla tkaniny



Rys. 6. PM IV - Granice akceptacji średniej wartości odporności na zwilżanie powierzchniowe dla tkaniny

Omówienie wyników precyzji:

W PMI „Wyznaczanie zmiany wymiarów po praniu i suszeniu wg PN-EN ISO 5077:2008” i PM IV „Wyznaczanie odporności wyrobów na zwilżanie powierzchniowe (spray test) wg PN-EN 24920:1997”, wyniki wszystkich laboratoriów zostały uznane za prawidłowe, nieobarczone grubym błędem, o jednorodnych wariacjach w obydwu powtórzeniach.

W PM II „Wyznaczanie oporu cieplnego wyrobów włókienniczych wg PN-EN 31092:1998+Ap1:2004”, wyniki uzyskane w laboratorium o kodzie „4” nie mieszczą się w granicach akceptacji wartości średniej

i wartość wskaźnika z-score dla tego laboratorium jest wątpliwa.

W PM III Wyznaczanie masy powierzchniowej z zastosowaniem małych próbek wg PN-EN 12127:2000” wyniki uzyskane w laboratorium o kodzie „3” dla dzianiny nie mieszczą się w granicach akceptacji wartości średniej i wartość wskaźnika z-score dla tego laboratorium jest wątpliwa. Wyniki uzyskane w laboratorium o kodzie „4” dla tkaniny nie mieszczą się w granicach akceptacji wartości średniej i wartość wskaźnika z-score dla tego laboratorium jest niezadowolająca.

Wszystkie laboratoria, które uzyskały wartości wskaźnika z-score na zadowalającym poziomie wykazują prawidłowy poziom odtwarzalności wyników pomiarów. Świadczy o tym także relacja wyników względem obliczonych granic akceptacji wartości średniej.

### 3. Obliczanie statystyki osiągnięć.

Jako parametr charakteryzujący uzyskane wyniki badań i wskazujący oddalenie wyników uzyskanych w poszczególnych laboratoriach od wartości przypisanej przyjęto wskaźnik z-score oraz rozstęp  $x-X$ . Obliczenia statystyki osiągnięć wykonano na podstawie Przewodnika ISO/IEC 43-1:1997, Załącznik A [6]. Wskaźnik z-score ilustruje zależność (1).

$$z = \frac{x - X}{s} \quad (1)$$

gdzie:

$x$ - wartości uzyskane od poszczególnych uczestników w danym powtórzeniu,

$X$ - wartość przypisana dla danego powtórzenia,  
 $s$ - odchylenie standardowe międzylaboratoryjne w każdym powtórzeniu.

Natomiast wartości rozstępu  $x-X$  obliczane są jako różnice wartości przypisanej i wartości uzyskanych od poszczególnych uczestników w danym powtórzeniu.

Wybór wartości przypisanej uzależniony jest od specyfiki metody pomiarowej i charakteru rozrzutu wyników. W większości przypadków jako wartość przypisaną wybiera się średnią arytmetyczną. W przypadku wyznaczania odporności wyrobów na zwilżanie powierzchniowe (spray test) wg PN-EN 24920:1997, jako wartość przypisaną przyjęto dominantę.

Na podstawie kryteriów oceny zawartych w Przewodniku ISO/IEC 43-1:1997, Załącznik A [6] dokonywana jest ocena wiarygodności wyników uzyskiwanych w laboratoriach uczestniczących w Porównaniu Międzylaboratoryjnym.

Ocena laboratorium z uwagi na wartość bezwzględną wskaźnika z-score przedstawia się w następujący sposób:

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

Dla wskaźnika  $x-X$  przyjęto natomiast następujące kryteria oceny wartości:

$(x - X) = 0$  - wynik zadowolający

$(x - X) \in \left(-\frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right)$  - wynik wątpliwy

$(x - X) \in \left(-\infty, -\frac{1}{2}\right) \cup \left(\frac{1}{2}, \infty\right)$  - wynik niezadowolający

Dokument PCA - DA-05 [5] zaleca analizować wszystkie wyniki PM i potencjalne trendy układania się wyników, a szczególnej analizie poddawać wszystkie wątpliwe i niezadowolające wyniki i podejmować skuteczne działania zapobiegawcze i działania korygujące.

Laboratoria uczestniczące w PM uzyskały w większości przypadków wartości wskaźnika z-score i  $x-X$  na poziomie zadowolającym. Szczegółowe wyniki dla poszczególnych porównań prezentują tabele 2-5. W tabelach zaznaczono wątpliwe i niezadowolające wyniki wskaźnika z-score i  $x-X$ .

#### 4. Wnioski

Przeprowadzone Porównania Międzylaboratoryjne wykazały odtwarzalność pomiarów dokonywanych w laboratoriach.

We wszystkich czterech omawianych Porównaniach Międzylaboratoryjnych wyniki wątpliwe nie przekroczyły dopuszczalnych 20%, więc zostało spełnione kryterium zawarte w pkt.5.2 dokumentu DA-05 [5].

Wyniki Porównań Międzylaboratoryjnych są dowodem kompetencji technicznych laboratoriów biorących udział w omawianych badaniach.

Porównania Międzylaboratoryjne są pomocne przy analizie własnych osiągnięć, którą powinni przeprowadzać sami uczestnicy PM.

Tabela 2. Wartości wskaźnika z-score

PM I - wyznaczenie zmiany wymiarów po praniu i suszeniu wg PN-EN ISO 5077:2008

Kod laboratorium	Tkanina			
	kierunek wzdłużny		kierunek poprzeczny	
	I powtórzenie	II powtórzenie	I powtórzenie	II powtórzenie
1	1,96	0,92	1,71	1,61
2	0,60	0,57	0,93	0,49
3	-0,54	-1,88	-1,41	-1,75
4	-1,22	-0,83	-0,24	-0,63
5	0,37	0,22	0,15	0,21
6	0,14	0,22	0,15	0,21
7	-0,76	-0,83	-0,24	-0,63
8	-0,54	0,92	-1,02	0,49

Tabela 3. Wartości wskaźnika z-score  
PM II - wyznaczenie oporu cieplnego wg PN-EN 31092:198+Ap1:2004

Kod laboratorium	Układ tkanina-dzianina	
	I powtórzenie	II powtórzenie
1	-0,56	-0,56
2	-0,22	-0,13
3	-0,25	-0,09
4	<b>2,24</b>	<b>2,10</b>
5	-0,24	-0,27
6	-0,53	-0,51
7	-0,45	-0,43

Tabela 4. Wartości wskaźnika z-score  
PM III - wyznaczenie masy na jednostkę powierzchni z zastosowaniem małych próbek wg PN-EN 12127:2000

Kod Laboratorium	Dzianina		Tkanina	
	I powtórzenie	I powtórzenie	II powtórzenie	II powtórzenie
1	0,59	0,59	-0,25	0,75
2	-0,17	-0,93	-0,25	-0,25
3	<b>-2,46</b>	<b>-2,46</b>	0,75	0,75
4	0,59	0,59	<b>5,75</b>	<b>5,75</b>
5	0,59	-0,17	-0,25	0,75
6	0,59	0,59	1,75	1,75
7	0,59	0,59	-1,25	-0,25
8	-0,17	-0,17	-0,25	-1,25
9	0,59	0,59	-1,25	-1,25

Tabela 5. Wartości wskaźnika  $x-X$  dla tkaniny  
PM IV - wyznaczenie odporności na zwilżanie powierzchniowe wg PN-EN 24920:1997

Kod Laboratorium	Tkanina	
	I powtórzenie	I powtórzenie
1	0	0
2	0	0
3	0	0
4	0	0
5	0	0
6	0	0

#### BIBLIOGRAFIA

1. Jasińska I., Sprawozdanie z porównań międzylaboratoryjnych - Wyznaczenie zmiany wymiarów po praniu i suszeniu wg PN-EN ISO 5077:2008.
2. Jasińska I., Sprawozdanie z porównań międzylaboratoryjnych - Wyznaczenie oporu cieplnego wyrobów włókienniczych wg PN-EN 31092:1998+Ap1:2004.
3. Jasińska I., Sprawozdanie z porównań międzylaboratoryjnych - Wyznaczenie masy powierzchniowej z zastosowaniem małych próbek wg PN-EN 12127:2000.
4. Jasińska I., Sprawozdanie z porównań międzylaboratoryjnych - Wyznaczenie odporności wyrobów na zwilżanie powierzchniowe (spray test) wg PN-EN 24920:1997
5. Dokument DA-05 Polskiego Centrum Akredytacji, wydanie 4 z dnia 07.02.2008
6. Przewodnik ISO/IEC 43:1997