



A XVII-a Conferință internațională – multidisciplinară
„Profesorul Dorin Pavel – fondatorul hidroenergeticii românești”
SEBEȘ, 2017

STUDII ȘI CERCETĂRI PRIVITOARE LA VALIDAREA METODELOR ȘI ASIGURAREA CALITĂȚII REZULTATELOR ÎN LABORATORUL DE ÎNCERCĂRI PENTRU ULEIURILE MINERALE ELECTROIZOLANTE

Simona Sorina GABRIAN, Dan ROȘCA, Doru-Laurean BĂLDEAN,
Ioan Aurel CHERECHEȘ, Cornel GABRIAN

STUDIES AND RESEARCHES CONCERNING THE METHODS VALIDATION AND DATA QUALITY CHECK IN TESTING LABORATORY FOR INSULATING MINERAL OILS

This applied technical paper shows the strict procedures and specific operation in specialized laboratory for physical-chemical studies, in order to ensure a proper validation method and data quality checking. Specialized authorities on national and international levels are verifying and control the proper functionality of research certified laboratories. Also beneficiaries and consumers are interested in getting all the precise data in the physical-chemical measurements both in heavy and food industry. In this situation the present scientific article makes a presentation of operating methodology and specific aspects which define the work and quality checks in this field.

Keywords: analyse, quality, laboratory, oil, methodology, test, technical
Cuvinte cheie: analiză, calitate, laborator, ulei, metode, încercare, tehnic

1. Introducere

Cerințele necesare laboratoarelor de încercări care doresc să demonstreze că funcționează după un sistem de asigurare al calității,

sunt competente tehnic și sunt capabile să asigure rezultate valide din punct de vedere tehnic conform SR ISO 17025:2005.

Pentru îmbunătățirea calității analizelor într-un laborator de testare a uleiurilor minerale electroizolante (LI - laborator de încercări), precum și pentru acreditarea oricărui laborator este nevoie de un audit (intern și extern). Acest audit implică cunoașterea standardelor de metodă folosite la orice analiză desfășurată în laborator. Pe baza rezultatelor obținute se va realiza validarea metodei cu calculul incertitudinii.

Cerințele generale țin cont de SR EN 17025: 2005, care din 2018 va fi implementat în forma actuală ceea ce implică schimbări majore la documentele și practicile folosite în laborator, multiple aspecte (proceduri operaționale, proceduri generale ș.a.m.d.).

Deprinderile necesare în laboratoarele de încercări pentru cele 8 surse la auditarea eficace a Sistemului de Management al Calității Laboratorului este bazat pe documentele existente în laborator precum și determinarea analizelor efectuate în laborator conform ciclului de audit pentru determinarea gradului de conformitate cu cerințele de acreditare și al nivelului de eficacitate și eficiență ale Sistemului de Management al Calității Laboratorului.

2. Metodologia studiului

Validarea metodei este:

- procesul prin care laboratorul își stabilește caracteristicile de performanță și limitele metodei și prin care identifică factorii care influențează aceste caracteristici precum și gradul de influență al acestor factori.
- procesul prin care laboratorul verifică dacă metoda este adecvată scopului pentru care va fi utilizată.

În cazul de față pentru domeniul energetic se utilizează o prescripție energetică numită Regulament de exploatare tehnică a uleiurilor electroizolante PE 129/1999, prin care sunt specificate toate limitele permise pentru determinarea analizelor specifice uleiurilor minerale electroizolante destinate să asigure mediul izolan în echipamentele electrice de până la 400 kV (transformatoare și întrerupătoare) din centralele electrice, din stațiile de transformare, din punctele de alimentare și din punctele de alimentare.

Metodologia de lucru asigură următoarele aspecte:

Să aplice elementele sistemului de management al laboratorului care asigură competența tehnică necesară pentru a emite rezultate

valide din punct de vedere tehnic. Pentru fiecare aparat existent în laborator trebuie să existe o fișă tehnică a aparatelor prin care să se ateste certificarea de etalonare al aparatului, precum și folosirea MRC-ului.

Cazul practic în laborator prin folosirea MRC-ului adică pentru EMM (Echipament de măsurare și monitorizare) de verificat, respectiv titrator coulometric tip AVO-Karl-Fischer denumirea MRC-ului utilizat este Hydranal Water Standar (cu diferite concentrații), pentru verificarea inflametrului AF3 Pensky-Martens se utilizează Flash Point Reference Standard prin comparare directă cu MRC-ul la diferite temperaturi.

Tabelul 1 prezintă Program anual de etalonare și verificare internă intermediară a EMM pentru anul...

Tabelul 1

Nr. crt.	Cod încercare	Denumire EMM Firma producătoare	Date de identificare Serie/an	Periodicitate	Numărul ultimului CE/BVII/emitent	Programarea		
						Planificat	Realizat	Rezultat

Să îndeplinească cerințele standardului ISO 17025:2005 privind asigurarea calității rezultatelor de măsurare în care se specifică competența de a efectua încercări și/sau etalonări inclusiv încercări efectuate prin utilizarea de metode standardizate, metode nestandardizate (care nu sunt recunoscute ca acreditate de auditurile interne, externe) precum și metode dezvoltate în laborator.

Să determine cerințele de implementare și evaluare a unui program de asigurare a calității/controlul calității. Aceste cerințe se vor regăsi în procedurile operaționale (PO) și procedurile generale (PG), care fac obiectul oricărui audit intern și extern.

Să aplice tehnicile de control intern al calității rezultatelor: probe duble, utilizarea de MRC (sau MR), care se vor trece într-un buletin verificare intermediară (BVI) pe o perioadă de un an.

Cele 8 laboratoare folosesc la determinarea conținutului de apă pe lângă BVI-urile MRC-ului și buletine de verificare intermediară (BVI) la balanța analitică prin folosirea MRC-ului la greutatea etalon prin comparare directă (aceste greutăți trebuie etalonate la o perioadă de patru ani), conform Tabelului 2 (Registru buletine verificare internă intermediară).

Tabelul 2

Nr. BVI	Data	Beneficiar	Denumire EMM de verificat	Denumirea echipament de referință/MRC/etalon utilizat	Observații concluzii
---------	------	------------	---------------------------	---	----------------------

Să aplice principiile controlului extern de calitate: scop, criteriile de selecție, interpretare. În cazul laboratoarelor de specialitate se realizează diagrame numite "Comparări interlaboratoare", ceea ce implică participarea laboratoarelor cu profil energetic pe aceleași tipuri de analize fizico-chimice și determinări electrice (Tabel 3 - Lista participărilor și rezultatele obținute la PT/ILC).

Să prezinte rolul și locul laboratoarelor de încercări/analize/etalonare în infrastructura națională europeană/internațională de Evaluare a Conformității. În prezent toate laboratoarele care realizează analize fizico-chimice pentru uleiurile din domeniul energiei electrice de înaltă tensiune sunt acreditate RENAR (8 sucursale pe teritoriul României).

Tabelul 3

Nr. Cr.	Perioada participare/data raportului	Denumirea și codul Schemei	Organizator (FIC)	Domeniul tehnic	Probă/Obiect supus PT/ILC	Metoda/tehnică de măsurare Denumirea și poziția din Lista Anexa la cerere/ Anexa la CA	Proprietate/parametrii	Rezultate/Valori raportate	Rezultate/Valori de referință/atribuțiile	Performanța (scor Z; Număr E_n etc.)	Acțiuni corective
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1.	Luna/an RI nr./ data	Comparare interlaboratoare LI-xx	Llxx	INCERCARI ELECTRICE	ULEI ELECTROIZOLANT	1.1	Tensiunea de străpungere (kV)	30,9 kV ± 2,4 kV	30,7 kV	Z = 0,3	
						1.2	Măsurarea factorului de pierderi dielectrice	0,00218 ± 0,00030	0,00213	Z = 0,4	
						1.3	Măsurarea permitivității relative	2,12 ± 0,02	2,11	Z = 0,6	
						1.4	Măsurarea rezistivității în curent c. (+/-) ($\Omega \text{m} \times 10^9$)	219 ± 13,6 ($\rho+$) 228 ± 13,1 ($\rho-$)	221,3 ($\rho+$) 213,9 ($\rho-$)	Z = -0,1 Z = 0,4	
				2.1	Determinarea conținutului de apă titrare columetrică automată KF (ppm)	26,2 ppm ± 2,9 ppm	25,9 ppm	Z = 0,2			
				INCERCARI CHIMICE	ULEI ELECTROIZOLANT						

Nr. Cr t	Perioada participare/ data raportului	Denumirea și codul Schemei	Organizator (FIC)	Domeniul tehnic	Probă/ Obiect supus PT/ILC	Metoda/ tehnică de măsurare Denumirea și poziția din Lista Anexa la cerere/ Anexa la CA	Proprietate/ parametrii	Rezultate/ Valori raportate	Rezultate/ Valori de referință/ atribuite	Performanța (scor z; Număr E_n etc.)	Acțiuni corective
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
						2.2	Determinarea densității. Metoda cu tub oscilant U la 20°C (kg/m³)	0,8759 kg/m³ ± 0,0005 kg/m³	0,8759 kg/m³	Z = 0,0	
						2.3	Determinarea acidității. Titrare colorimetrică (mgKOH/g)	0,012 mgKOH/g ± 0,001 mgKOH/g	0,011 mgKOH/g	Z = 0,3	
						2.4	Determinarea punctului de inflamabilitate. Metoda PM în vas închis (°C)	144 °C ± 2,5 °C	143 °C	Z = 0,4	
						2.5*	Determinarea viscozității dinamice și calculul viscozității cinematice (la 20°C) (cSt)	23,36 cSt ± 1,66 cSt	20,90 cSt	Z = -0,6	
						2.6	Determinarea tensiunii interfaciale față de apă (dyne/cm)	20,36 dyne/cm ± 1,44 dyne/cm	32,15 dyne/cm	Z = -0,9	
						2.7	Determinarea numărului și dimensiunii particulelor	5093 part. ± 558 part.	5419 part.	Z = -1,0	

Să prezinte conceptele și tehnicile auditului sistemului de management al calității într-un laborator de analize/încercări, însoțite de exerciții practice de audit și studii de caz. În cadrul celor 8 laboratoare

de încercări are loc câte un audit intern și câte un audit RENAR (cele 8 laboratoare fiind acreditate RENAR).

Să pregătească specialiști din cadrul laboratorului pentru a planifica/pregăti/ desfășura audituri interne conform cerințelor ISO17025:2005 și ISO19011:2011. Fiecare șef de laborator a fost validat de către auditul RENAR, iar periodic acesta urmează cursuri de specialitate în vederea actualizării cunoștințelor de profil și pentru calculul incertitudinii (care face parte din rezultatul final al determinărilor).

Cerințe speciale pentru laboratoarele acreditate: trasabilitatea metrologică la SI de unități de măsură, participarea la schemele de încercări interlaboratoare, calculul incertitudinii de măsurare, auditul calității, definiții care se regăsesc în PG. Pregătirea și desfășurarea auditului conform SR EN ISO 19011:2011.

Elemente specifice ale tehnicilor de audit: Responsabilii cu calitatea în cele 8 laboratoare sunt șefii de laboratoare, conform fișei postului acestora, iar persoanele din lista de promovare a personalului din laboratoare vor fi testate de cel puțin patru ori pe an de către șefii de laborator. În urma testelor se întocmesc procese verbale cu calificativele obținute.

Imaginea îmbunătățită în ceea ce privește calitatea analizelor din cele 8 laboratoare de încercări supuse determinărilor efectuate sunt concluzionate pe baza "Chestionarului de evaluare a satisfacției clientului" precum și "Fișa de analiză cerere ofertă/contract/comandă" (vezi tabelul 4).

Tabelul 4

Nr.crt.	Cerinta analizata	DA	NU
1.	Comanda/contractul/oferta este semnata, stampilata, înregistrata corespunzător?		
2.	Clientul este identificabil juridic prin formularul de comanda?		
3.	Se regăsesc în comanda explicit formulate toate cerințele clientului?		
4.	<i>Încercările solicitate se desfășoară pe teren (in situ)?</i>		
5.	Clientul specifica în comanda făcută metode de încercare altele decât cele standardizate?		
6.	Metodele de încercare ce urmează a fi aplicate de laboratorul de încercări sunt corect definite și documentate?		
7.	Are laboratorul capabilitatea și resursele		

	tehnice și umane necesare să satisfacă cerințele clientului?		
8.	Denumirea încercărilor solicitate este corespunzătoare celor specificate în lista de definire a încercărilor pentru care laboratorul este acreditat?		
9.	Este solicitata vreo încercare neacreditată RENAR?		
10.	A fost informat clientul asupra acestui aspect?		
11.	S-a obținut acordul în scris a acestuia de a efectua încercarea în regim neacreditat?		
12.	Este necesară efectuarea unor subcontractări de către laborator? (Există încercări cerute de client ce nu pot fi făcute în cadrul laboratorului?)		
13.	Produsul ce urmează a fi încercat este complet și unic identificat?		
14.	Clientul a fost informat de perioada și durata în care se vor face încercările asupra produsului?		
15.	Se propune aprobarea comenzii/contractului/ofertei? *		

4. Concluzii

Studiul realizat a facilitat elaborarea următoarelor concluzii:

- capacitatea societății care deține un astfel de laborator de a verifica oricând calitatea analizelor, având certitudinea obținerii unor rezultate valide; aceste rezultate sunt verificate în continuare de către Transelectrica (în cazul celor 8 laboratoare), unde există un dosar specific pentru fiecare centru de mentenanță din stațiile aferente.
- posibilitatea verificării permanente a încadrării analizelor în limitele calitative de admisibilitate impuse de legislația aplicabilă (PE 129/1999) precum și caracteristicile uleiului electroizolant care se urmăresc în timpul exploatării echipamentului electric precum și cel nou. În funcție de valorile obținute se vor lua decizii privind acțiunile corective la echipamentele electrice din stații.
- performanța laboratorului se realizează cu ajutorul testelor de competență prin intermediul comparărilor inter-laboratoare. Toate laboratoarele acreditate trebuie să participe la încercări de competență, mai ales acolo unde astfel de scheme sunt disponibile, competente și relevante pentru domeniul lor acreditat la nivel național, european sau internațional; Participarea la exercițiile de intercomparare este o

necesitate pentru îmbunătățirea continuă a proceselor precum și o cerință a standardului ISO 17025:2005.

- rezultatele obținute trebuie raportate de șeful de laborator managementului și pot genera acțiuni corective/preventive. Modul în care este asigurată calitatea rezultatelor încercărilor și etalonărilor va face obiectul analizei sistemului.

- depistarea la timp a analizelor neconforme evitând pierderile suplimentare, care pot conduce la catastrofe.

- eliberarea unor rapoarte de încercări care să garanteze conformitatea analizelor realizate, în acord cu rezultatele valide.

- auditul intern constituie un instrument recunoscut de schimbare a mentalităților managementului și angajaților entităților.

BIBLIOGRAFIE

[1] * * * ISO/IEC 17025, Cerințe generale privind competența laboratoarelor de încercări/etalonări.

[2] * * * SR EN ISO/CEI 17043:2010, Evaluarea conformității. Cerințe generale pentru încercările de competență.

[3] * * * ILAC-P9:11/2010 ILAC Policy for participation in Proficiency Testing Activities.

[4] * * * PE 129/1999. Regulament de exploatare tehnică a uleiurilor electroizolante.

[5] * * * ISO 19011:2011. Ghid pentru auditarea sistemelor de management al calității.

[6] * * * *Validare estimare incertitudini măsurare metode analiza medicale, metode analiza fizico-chimice*, <https://consultantaacreditare.wordpress.com/79-2/>.

Dr.Ing. Simona Sorina GABRIAN

SMART SA Sucursala Cluj Laboratorul de încercări ,
e-mail : simonasorinagabrian@yahoo.com; simona.gabrian@smartcj.ro
0740033605

Ing. Dan ROȘCA

Inginer profesor, Colegiul Tehnic „Alexandru Domșa ” Alba-Iulia
e-mail : anadanrosca@yahoo.com

Șef lucr. Dr.Ing. Doru-Laurean BĂLDEAN,
e-mail: dorubaldean@yahoo.com; doru.baldean@auto.utcluj.ro; 0752083337

Șef lucr. Dr.Ing. Ioan Aurel CHERECHEȘ
e-mail:aurel.chereches@auto.utcluj.ro

Ing. Cornel GABRIAN

e-mail: cornel.gabrian@auto.utcluj.ro
Departamentul de Autovehicule Rutiere și Transporturi,
Facultatea de Mecanică, Universitatea Tehnică din Cluj-Napoca