

MAREK SZCZUTKOWSKI

Wydział Mechaniczny, Uniwersytet Technologiczno-Przyrodniczy, Bydgoszcz

# Walidacja metod badawczych w laboratorium akredytowanym. Cz. II. Przykład praktyczny

## Walidacja metody badawczej

### „Wyznaczenie naprężenia eksploatacyjnego w próbie statycznego rozciągania z wykorzystaniem efektu *Kaisera*”

Procedura badawcza „Wytrzymałość elementów konstrukcyjnych lub zespołów maszynowych” jest dokumentem wdrożonym i funkcjonującym w akredytowanym *Laboratorium Podstaw Konstrukcji Maszyn Uniwersytetu Technologiczno-Przyrodniczego*. Została ona również, zarówno ze względów formalnych dla potrzeb akredytacji jak i po to by korzystać z niej jako pełnoprawnego dokumentu badawczego, zwalidowana, czyli (według podanej w części 1 publikacji definicji) potwierdzono, przez zbadanie i przedstawienie obiektywnego dowodu, że zostały spełnione szczególne wymagania dotyczące konkretnie zamierzonego zadania, tj. zapewnienia właściwego postępowania podczas badań wytrzymałościowych kompletnych elementów konstrukcyjnych ich fragmentów lub zespołów maszynowych, zwanych obiektami badań, na hydraulicznych maszynach wytrzymałościowych [1–6].

W oparciu o możliwości badawcze laboratorium zidentyfikowano możliwość rozszerzenia zakresu akredytacji o procedurę „Wyznaczenie naprężenia eksploatacyjnego w próbie statycznego rozciągania z wykorzystaniem efektu *Kaisera*” (efekt *Kaisera* polega na tym, że w przypadku niektórych materiałów sygnał emisji akustycznej pojawia się dopiero po przekroczeniu wartości poprzedniego obciążenia). W tym przypadku, aby potwierdzić skuteczność opracowanej metody przystąpiono do walidacji. Do walidacji wykorzystano wspomniany dokument „Wytrzymałość elementów konstrukcyjnych lub zespołów maszynowych”, co potwierdza argument o stopniowym, uzasadnionym z wielu punktów widzenia (wyposażenie pomiarowo-badawcze, wiedza ludzka, czynniki ekonomiczne) rozszerzaniu zakresu akredytacji. Walidację można przedstawić w następujących punktach:

#### Część I

1. Zdefiniowanie próbki/ obiektu badawczego.
2. Zlecenie w akredytowanym laboratorium obciążenia próbki zgodnie z procedurą „Wytrzymałość elementów konstrukcyjnych lub zespołów maszynowych” do siły o określonej wartości.
3. Wykonanie sprawozdania z badań (wyniki w postaci wykresu naprężenie – odkształcenie).
4. Koniec części I.

#### Część II

1. Bazując na tych samych próbkach zlecenie zgodnie z procedurą „Wyznaczenie naprężenia eksploatacyjnego w próbie statycznego rozciągania z wykorzystaniem efektu *Kaisera*” wykrycia, jakie było ostatnie obciążenie eksploatacyjne.
2. Przygotowanie do badań zgodnie z procedurami.

3. Badanie właściwe (w tym rozciąganie do zniszczenia oraz kontynuacja rejestracji wyników badań związanych z przebiegiem zjawiska emisji akustycznej przy wykorzystaniu procedury „Wyznaczenie naprężenia eksploatacyjnego w próbie statycznego rozciągania z wykorzystaniem efektu *Kaisera*”).

4. Wykonanie sprawozdania z badań (wyniki w postaci wykresu suma zdarzeń emisji akustycznej – naprężenie lub siła).

5. Koniec części II

#### Część III

Porównanie dwóch sprawozdań:

1. Wynik z pierwszego sprawozdania – zadane obciążenie
2. Wynik z drugiego sprawozdania – obciążenie z jakim pojawia się emisja
3. Wnioski.

Badania przeprowadzono w dwóch ujęciach:

- a) siłowym,
- b) naprężeniowym.

Przyjęcie takiego ujęcia miało na celu udowodnienie, że sposób sterowania nie wpływa na uzyskane wyniki. Różnica polegała na tym, że w ujęciu siłowym nie jest wymagana informacja o próbce tj. o:

- a) materiale,
- b) przekroju.

Uściślając – informacja o przekroju nie jest potrzebna do uzyskania wyników badania i ich interpretacji, a jedynie do doboru parametrów maszyny.

Schemat postępowania dla badań statycznych w ujęciu naprężeniowym można w uproszczeniu (wskazując na zasadnicze różnice) przedstawić w następujących punktach:

- przyjęcie próbek do badań w tym oględziny zewnętrznej i określenie wymiarów geometrycznych,
- założenie wartości naprężeń przy których próbki będą sprawdzane,
- wyliczenie wartości siły  $P$  (wykorzystując znajomość wartości naprężenia i przekroju),
- zadanie na maszynie wytrzymałościowej odpowiedniej wartości wyliczonej siły  $P$ .

Z kolei schemat postępowania dla próby statycznej w ujęciu siłowym przedstawia się w uproszczeniu (wskazując na zasadnicze różnice) następująco:

- przyjęcie próbek do badań ze szczególnym uwzględnieniem oględzin zewnętrznych (brak potrzeby określania wymiarów geometrycznych – taka informacja może być potrzebna jedynie ze względu na ograniczenia maszyny wytrzymałościowej),
- założenie wartości siły  $P$ ,
- zadanie na maszynie wytrzymałościowej odpowiedniej wartości siły  $P$ .

Do badań w ujęciu naprężeniowym przygotowano 5 próbek z kompozytu o kształcie wioselka. Próbkę zostały wykonane zgodnie z normą PN-EN ISO 527-4 [3]. Z kolei do badań w ujęciu siłowym przygotowano 10 próbek z kompozytu o kształcie wioselka oraz 10 próbek ze stopu aluminium o przekroju okrągłym z częścią chwytową z gwintem.

Dobór materiałów do badań walidacyjnych podyktowany był dotychczasowym doświadczeniem laboratorium PKM, ponieważ rozważany efekt *Kaisera* najlepiej widoczny jest na kompozytach, a w dalszej kolejności na aluminium. Istotne znaczenie ma też fakt, że procedura służąca za podstawę walidacji „Wytrzymałość elementów konstrukcyjnych lub zespołów maszynowych” nie ogranicza laboratorium w zakresie doboru materiałów czy cech geometrycznych próbek co, zwłaszcza przy badaniach w ujęciu siłowym, upraszcza kwestię doboru próbek do badań.

Porównanie polegało na obliczeniu różnicy pomiędzy obciążeniem zadaniem, a obciążeniem odczytanym z próby monotonicznego rozciągania z wykorzystaniem efektu *Kaisera* zgodnie ze wzorem:

$$\Delta X = X_W - X_{EK} \quad (1)$$

gdzie:

$X_W$  – obciążenie zadane,

$X_{EK}$  – obciążenie z próby statycznego rozciągania z wykorzystaniem efektu *Kaisera*.

Założono, że pozytywny wynik porównania jest wówczas gdy, dla każdego z ujęć osobo, zostanie spełniona zależność:

$$\frac{|\Delta X| \cdot 100}{X_W} \leq 10\% \quad (2)$$

Wartość 10% została dobrana na podstawie dotychczasowych doświadczeń laboratorium PKM w rozpatrywanym zakresie badawczym. Stanowi on pewien poziom dokładności jaki laboratorium PKM chciałoby uzyskać dla procedury dot. wykorzystania efektu *Kaisera* w odniesieniu do zwalidowanej wcześniej procedury badań wytrzymałości elementów konstrukcyjnych lub zespołów maszynowych.

Zgodnie z opisaną powyżej metodyką uzyskano wyniki badań, na podstawie których potwierdzono słuszność stosowania opracowanej metody w zakresie określonym przez Laboratorium PKM w procedurze badawczej. Wszystkie wyniki

mieściły się w zakresie błędu poniżej 10%. Średnia wartość błędu dla ujęcia naprężeniowego wyniosła 2,95%, a średnia wartość błędu dla ujęcia siłowego wyniosła 5,62%. Zatem spełniony został warunek pozytywnego warunku porównania.

### Podsumowanie

Metody badawcze oparte na normach mogą okazać się niewystarczające z punktu widzenia klienta laboratorium: czy to wewnętrznego czy zewnętrznego. Wyjściem z takiej sytuacji może okazać się opracowanie nowej procedury, która likwidowałaby ograniczenia norm i przewidywałaby różne rozwiązania np. odnośnie do obiektów badawczych. W takiej sytuacji, szczególnie w przypadku laboratoriów akredytowanych, niezbędna jest walidacja metody badawczej. W publikacji zaprezentowano przebieg takiego procesu, w sytuacji kiedy walidacja odbywa się poprzez porównanie nowej metody badawczej z inną, co do wiarygodności której nie ma wątpliwości. Zaprezentowany przebieg oraz przyjęte kryteria mogą znaleźć ogólniejsze zastosowanie niż tylko w przedstawionym obszarze badań wytrzymałościowych. Co więcej, bardziej szczegółowa analiza problemu z różnych punktów widzenia (choćby metrologicznego) może skutkować wypracowaniem skutecznych narzędzi weryfikacyjnych w kontekście nowych metod badawczych opracowywanych (niekoniecznie) w celach akredytacyjnych, a np. dla potrzeb ściśle naukowych.

### LITERATURA

1. K. Cammann, W. Kleibohmer: Need for quality management in research and development: Symposium1: Trends of accreditation and licensing of Laboratories, Accreditation and Quality Assurance nr 3, 1998.
2. Walidacja metod referencyjnych (2008-12-12) Pracownia biologiczna BIOM, <http://www.biom.pl/pliki/02.doc>
3. PN-EN ISO 527-4:2000 Tworzywa sztuczne – Oznaczanie właściwości mechanicznych przy statycznym rozciąganiu – Warunki badań kompozytów tworzywowych izotropowych i ortotropowych wzmocnionych włóknami.
4. PN-EN ISO/IEC 17025:2005 Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących.
5. M. Szczutkowski: Inż. Ap. Chem., 47, nr 3, 26 (2008).
6. M. Szczutkowski: Proces akredytacji uczelnianego laboratorium badawczego na przykładzie laboratorium Podstaw Konstrukcji Maszyn Akademii Techniczno-Rolniczej w Bydgoszczy, IX Konferencja Rozwój przedsiębiorstw w aspekcie projekcyjnego doskonalenia i innowacyjności, Boszkowo 2006.