

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор

_____ *В.А. Маловецкий*

« ____ » _____ 2021 г.

Отчет по раунду «Дизельное топливо-2»

Шифр отчета: ДТ-21-2
№ программы: ПР-ПК-004
№ раунда: 2

Период
проведения ПК: 02.10.2021 – 24.12.2021

Составитель:
Координатор программы ПК

_____ *Ю.Б. Моргалюк*

Санкт-Петербург
2021 г.

СОДЕРЖАНИЕ

СОКРАЩЕНИЯ	3
ВВЕДЕНИЕ	3
1. ССЫЛКИ НА СВЯЗАННЫЕ ДОКУМЕНТЫ	3
2. ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ	4
2.1. Образцы для проверки квалификации.....	4
2.2. Аккредитация	5
2.3. Конфиденциальность	5
3. ОБРАЗЦЫ ДЛЯ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ	6
3.1. Оценка однородности образцов.....	6
3.2. Оценка стабильности образцов.....	7
3.3. Дополнительная информация	7
4. ПРЕДСТАВЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ	7
4.1. Статистическая обработка.....	8
4.2. Графическое представление результатов	9
4.3. Критерии для оценивания характеристик функционирования.....	9
5. ОЦЕНКА РЕЗУЛЬТАТОВ.....	10
5.1. Сводная оценка результатов раунда	10
5.2. Оценка общего количества полученных результатов	11
5.3. Сравнение результатов участников прошлых раундов	12
5.4. Результаты статистической обработки данных участников	13

СОКРАЩЕНИЯ

ПК – проверка квалификации

ОПК – образец для проверки квалификации

НД – нормативный документ

ВВЕДЕНИЕ

Провайдер ПК:	ООО «СпектроХим»
Адрес:	190103, Россия, г. Санкт-Петербург, ул. Циолковского, д. 10А, 3Н, оф. 322-328
Контактный телефон:	+7 (812) 655-09-19
Интернет-сайт:	www.gso.ru
Электронная почта:	msi@gso.ru
Координатор программы ПК:	Моргалюк Ю.Б.
Контактный телефон координатора:	+7 (812) 655-09-19 доб. 2
Электронная почта координатора:	morgalyukub@gso.ru

С 2021 года компания ООО «СпектроХим» проводит проверку квалификации лабораторий по направлению «Нефть и нефтепродукты». ООО «СпектроХим» реализует программы проверки квалификации по параллельной схеме.

В отчете представлены результаты проверки квалификации участников по раунду «Дизельное топливо-2». В раунде ПК приняли участие 18 лабораторий из России.

Данный Отчет доступен в электронном виде на веб-сайте компании ООО «СпектроХим» по ссылке <https://gso.ru/msi/>.

1. ССЫЛКИ НА СВЯЗАННЫЕ ДОКУМЕНТЫ

ГОСТ ISO/IEC 17043	Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации
ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015)	Статистические методы. Применение при проверке квалификации посредством межлабораторных испытаний
ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002	Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений
ГОСТ 305-2013	Межгосударственный стандарт. Топливо дизельное. Технические условия

ГОСТ ISO/IEC 17025	Требования к аккредитации испытательных и калибровочных лабораторий
РК-ПК-001	Руководство по качеству провайдера проверок квалификации
ПР-ПК-004	Программа проверки квалификации «Дизельное топливо»

2. ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ

2.1. Образцы для проверки квалификации

Для проведения испытаний по раунду «Дизельное топливо-2» в лаборатории ООО «СпектроХим» были подготовлены образцы для проверки квалификации:

- образец ПК ДТ01-21-2 (комплексный) подготовлен из гомогенизированного стабильного дизельного топлива (испытания на показатели: кислотность, плотность при 15°C, кинематическая вязкость при 20°C, фракционный состав: отгон 50%, отгон 95%, массовая доля серы, температура вспышки в закрытом тигле, предельная температура фильтруемости, температура застывания, температура помутнения) и расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 1 дм³;
- образец ПК ДТ01-21-2 (йодное число) представляет собой стандартный образец утвержденного типа и расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 15 см³;
- образец ПК ДТ02-21-2 (цетановое число) подготовлен из гомогенизированного стабильного дизельного топлива, расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 1 дм³;
- образец ПК ДТ03-21-2 (зольность) подготовлен из гомогенизированного стабильного дизельного топлива с добавкой для повышения зольности и расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 250 см³;
- образец ПК ДТ04-21-2 (коксуемость 10 % остатка) подготовлен из гомогенизированного стабильного дизельного топлива с добавкой для повышения коксуемости и расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 250 см³;
- образец ПК ДТ05-21-2 (массовая доля воды) представляет собой стандартный образец утвержденного типа, расфасован в ампулу вместимостью 5 см³;
- образец ПК ДТ06-21-2 (концентрация фактических смол) подготовлен по методике приготовления стандартного образца и расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 50 см³.

Всем участникам были предоставлены ОПК, имеющие одинаковую маркировку, объем и одинаковые условия подготовки. Даты проведения этапов раунда представлены в Табл. 1.

Табл. 1 Этапы проведения раунда «Дизельное топливо – 2»

Раунд	Даты	Прием заявок до	Отгрузка ОПК участнику, с	Предоставление рез-тов исп. ОПК участником, до	Предоставление заключений участнику, до
Дизельное топливо -2	02.10 – 24.12	02.10	16.10	10.12	24.12

Шифр образца, определяемые показатели и рекомендуемые участникам НД на методы испытания представлены в Табл. 2.

Табл. 2 Характеристика ОПК, определяемые показатели, рекомендованные НД на метод испытания образца «Дизельное топливо-2»

<i>Шифр ОПК</i>	<i>Определяемый показатель</i>	<i>Методика испытания</i>	<i>Единицы измерения</i>
ДТ01-21-2	Кислотность	ГОСТ 5985	мг КОН/100 см ³
ДТ01-21-2	Плотность при 15°C	ГОСТ Р ИСО 3675, ГОСТ Р 51069, ASTM D 4052, ASTM D1298, ГОСТ Р 57037	г/см ³
ДТ01-21-2	Кинематическая вязкость при 20°C	ГОСТ 33, ASTM D445, ЕН ИСО 3104, ГОСТ Р 53708	мм ² /с
ДТ01-21-2	Фракционный состав отгон 50% отгон 95%	ГОСТ Р ЕН ИСО 3405, ГОСТ 2177, ГОСТ ISO 3405, ISO 3405, ASTM D 86	° С
ДТ01-21-2	Массовая доля серы	ГОСТ ISO 8754, ГОСТ 33194, ГОСТ 32139, ASTM D 4294	мг/кг
ДТ01-21-2	Температура вспышки в закрытом тигле	ГОСТ 6356, ГОСТ ISO 2719, ГОСТ Р ЕН ИСО 2719, ЕН ИСО 2719, ГОСТ Р 54279 (ASTM D 93)	° С
ДТ01-21-2	Предельная температура фильтруемости	ГОСТ 22254, ГОСТ EN 116	° С
ДТ01-21-2	Температура застывания	ГОСТ 32393, ГОСТ 20287, ASTM D 97	° С
ДТ01-21-2	Йодное число	ГОСТ 2070	г йода/100 г
ДТ01-21-2	Температура помутнения	ГОСТ 5066, ASTM D 2500	° С
ДТ02-21-2	Цетановое число	ГОСТ Р ЕН 15195, ГОСТ 3122, ГОСТ 32508, ASTM D 613	ед.
ДТ03-21-2	Зольность	ГОСТ 1461, ГОСТ ISO 6245, ASTM D 482, ISO 6245	%
ДТ04-21-2	Коксуемость 10% остатка	ГОСТ 32392, ГОСТ 19932	%
ДТ05-21-2	Массовая доля воды	ISO 12937	%
ДТ06-21-2	Концентрация фактических смол	ГОСТ 8489	мг/100 см ³

2.2. Аккредитация

Провайдер ПК ООО «СпектроХим» аккредитован в ААЦ «Аналитика» на соответствие требованиям ГОСТ ISO/IEC 17043 (Аттестат аккредитации № ААС.РТР.00556 от 25 июня 2021г.).

2.3. Конфиденциальность

Все данные, представленные в этом отчете, являются конфиденциальными и могут использоваться только участниками. Раскрытие информации допускается только посредством опубликования всего отчета. Использование содержания данного Отчета третьими лицами допускается только с письменного разрешения ООО «СпектроХим». Провайдер ПК ООО «СпектроХим» присваивает участникам программы проверки квалификации личный идентификационный номер, который является конфиденциальным.

Результаты испытаний относятся к коммерческой тайне организации, за исключением случаев, установленных законодательными и нормативными правовыми актами Российской Федерации.

3. ОБРАЗЦЫ ДЛЯ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ

3.1. Оценка однородности образцов

В соответствии с процедурой подготовки в лаборатории ООО «СпектроХим» подготовлены и упакованы партии из необходимого количества образцов для проверки квалификации. Из каждой партии случайным образом отобраны 10 ОПК и направлены на испытания в соответствующие лаборатории.

- Испытания образцов для оценки однородности по показателям – кислотность, фракционный состав: 50% отгона, плотность при 15 °С, кинематическая вязкость при 20 °С, массовая доля серы выполнены в лаборатории ООО «СпектроХим», прошедшей процедуру внутреннего аудита на соответствие требованиям ГОСТ ISO/IEC 17025-2019
- Испытания образцов для оценки однородности по показателю – зольность выполнены в лаборатории ООО «Северо-Западный Центр Экспертиз», аккредитованной в Национальной системе аккредитации на соответствие требованиям ГОСТ ISO/IEC 17025-2019.
- Испытания образцов для оценки однородности по показателю – коксумость 10% остатка выполнены в лаборатории ООО «ПетроХимТест», аккредитованной в Национальной системе аккредитации на соответствие требованиям ГОСТ ISO/IEC 17025-2019.

Качество перемешивания материала ОПК было оценено по показателю «Плотность при 15 °С» после фасовки образцов и признано удовлетворительным.

Результаты испытаний и оценка однородности представлены в Табл. 3.

Табл. 3 Результаты испытаний для оценки однородности образцов по показателю: плотность при 15°С, г/см³.

Шифр ОПК	1 измерение	2 измерение
ДТ01-21-2 (1)	0,8106	0,8106
ДТ01-21-2 (2)	0,8106	0,8106
ДТ01-21-2 (3)	0,8108	0,8108
ДТ01-21-2 (4)	0,8106	0,8106
ДТ01-21-2 (5)	0,8108	0,8108
ДТ01-21-2 (6)	0,8108	0,8108
ДТ01-21-2 (7)	0,8108	0,8108
ДТ01-21-2 (8)	0,8108	0,8108
ДТ01-21-2 (9)	0,8106	0,8106
ДТ01-21-2 (10)	0,8108	0,8108
Среднее значение	0,8107	
Контрольный метод	ГОСТ Р ИСО 3675	
s_s	0,00010	
$0,3 \times \sigma_R$ (контрольный метод)	0,00013	
Оценка:	однороден	

Однородность образцов была оценена по выбранным показателям в соответствии с ГОСТ Р 50779.60-2017.

Образцы признаются однородными при соблюдении критерия:

$$S_s \leq 0,3\sigma_R, \text{ где} \quad (1)$$

S_s – оценка стандартного отклонения изменчивости между образцами;

σ_R – стандартное отклонение воспроизводимости.

3.2. Оценка стабильности образцов

Образцы прошли проверку на стабильность в течение всего периода проведения этапа. Стабильность образцов контролировалась в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р 50779.60 и внутренними правилами провайдера.

3.3. Дополнительная информация

Участникам было рекомендовано обращаться с ОПК как с обычной пробой. После выполнения испытаний участники предоставляли результаты испытаний в «Личный кабинет» на платформе «СпектроХим. Проверка квалификации».

Дополнительно участники направляли протокол испытаний по форме лаборатории на электронный адрес координатора ПК. Участники должны были предоставить точное число, результаты «выше предела обнаружения» и «ниже предела обнаружения» не принимались, т.к. их нельзя использовать при статистической обработке, в этом случае участникам было предложено направить фактически полученное значение при испытании. Результаты были предоставлены участниками в строго определенных единицах измерений.

4. ПРЕДСТАВЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ

18 участников предоставили результаты до 10.12.2021 г. Количество предоставленных результатов по показателям отражено в Табл. 4. Результаты, направленные участниками в «Личный кабинет» программы «СпектроХим. Проверка квалификации», содержатся и оценены в п. 5.4 настоящего отчета. Лаборатории-участники указаны под своими индивидуальными номерами.

Табл. 4 Количество предоставленных участниками результатов проверки квалификации

Шифр ОПК	Определяемый показатель	Количество заявившихся участников на определение показателя	Количество предоставленных результатов
ДТ01-21-2	Кислотность	6	4
ДТ01-21-2	Плотность при 15°C	15	15
ДТ01-21-2	Кинематическая вязкость при 20°C	12	12
ДТ01-21-2	Фракционный состав отгон 50% отгон 95%	12	12
ДТ01-21-2	Массовая доля серы	12	12
ДТ01-21-2	Температура вспышки в закрытом тигле	15	15
ДТ01-21-2	Предельная температура фильтруемости	13	13
ДТ01-21-2	Температура застывания	8	8
ДТ01-21-2	Йодное число	1	1
ДТ01-21-2	Температура помутнения	10	11
ДТ02-21-2	Цетановое число	7	6

ДТ03-21-2	Зольность	6	6
ДТ04-21-2	Коксуемость 10% остатка	7	7
ДТ05-21-2	Массовая доля воды	7	7
ДТ06-21-2	Концентрация фактических смол	3	2

4.1. Статистическая обработка

Полученные результаты были обработаны в несколько этапов:

1. На первом этапе оценки полученных результатов участников из расчетов удалены очевидные выбросы:
 - данные с некорректными единицами измерений;
 - ошибка в порядке предоставленного значения.
2. На следующем этапе была проведена проверка подозрительно выделяющихся значений в соответствии с тестом Диксона.
3. Проведена визуальная оценка результатов для определения распределения результатов. Данный этап обработки позволяет выявить аномалии в распределении (бимодальное распределение, мультимодальное распределение, связанные с применением различных методик, либо оборудования (вспомогательного или измерительного) для выполнения испытаний по тому или иному показателю ОПК. При наличии бимодального распределения выборка делится и совокупности данных анализируются по отдельности. Выводы об ожидаемом распределении результатов представлены в п.5.4 отчета.
4. В зависимости от количества участников выполнены следующие варианты статистической обработки результатов в соответствии с ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015) по показателям:
 - 12 и более участников - расчет робастного среднего значения и робастного отклонения. Для расчетов применяется Алгоритм А с итеративной шкалой. В раунде «Дизельное топливо - 2» данный способ оценки применен к результатам участников по показателям – фракционный состав: 50%, 95%, плотность при 15 °С, кинематическая вязкость при 20 °С, массовая доля серы, температура вспышки в закрытом тигле, предельная температура фильтруемости.
 - от 8 до 11 – расчет среднего значения и стандартного отклонения по результатам выполнения измерений лабораториями-участниками. Определение приписанного значения осуществляется на основе согласованного значения результатов участников. В раунде «Дизельное топливо - 2» данный способ оценки применен к результатам участников по показателям – температура застывания, температура помутнения.
 - от 4 до 7 участников - расчет среднего значения и стандартного отклонения по результатам выполнения измерений лабораториями-участниками с применением бут-стреп метода до получения результатов в количестве 8. В раунде «Дизельное топливо - 2» данный способ оценки применен к результатам участников по показателям – кислотность, цетановое число, зольность, коксуемость 10% остатка.

При направлении участнику стандартного образца с известной концентрацией за приписанное значение образца применяется паспортное. В раунде «Дизельное топливо - 2» данный способ

оценки применялся по показателям – йодное число, массовая доля воды, концентрация фактических смол.

4.2. Графическое представление результатов

В итоговом отчете результаты представлены следующими графиками:

- График распределения результатов между участниками;
- График нормального распределения.

4.3. Критерии для оценивания характеристик функционирования

Для оценки квалификации лабораторий ООО «СпектроХим» рассчитывает:

- z-индекс

$$z_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt\ lit}}, \text{ где} \quad (2)$$

x_i – результат одной лаборатории;

x_{pt} – приписанное значение;

$\sigma_{pt\ lit}$ – стандартное отклонение для оценки квалификации. Рассчитывается на основании прецизионности методики, принятой провайдером ООО «СпектроХим» в качестве референтной. Шифр методик указан в п.5.4. настоящего отчета;

- z'-индекс

$$z'_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sqrt{\sigma_{pt\ lit}^2 + u_A^2(x_{pt})}}, \text{ где} \quad (3)$$

x_i – результат одной лаборатории;

x_{pt} – приписанное значение;

$\sigma_{pt\ lit}$ – стандартное отклонение для оценки квалификации. Рассчитывается на основании прецизионности методики, принятой провайдером ООО «СпектроХим» в качестве референтной. Шифр методик указан в п.5.4. настоящего отчета;

$u_A(x_{pt})$ – неопределенность приписанного значения.

Расчет неопределенности приписанного значения производится по формуле (расчет неопределенности по типу А):

$$u_A(x_{pt}) = \sqrt{\frac{\sum(x_i - x_{pt})^2}{n(n-1)}}, \text{ где} \quad (4)$$

x_i – результат одной лаборатории;

x_{pt} – приписанное значение;

n – количество результатов участников.

Индексы имеют следующую интерпретацию:

$|z(z')| \leq 2,0$ – результат удовлетворительный и не требующий выполнения действий;

$2,0 < |z(z')| < 3,0$ – сомнительный результат, требующий предупреждающих действий;

$|z(z')| \geq 3,0$ – неудовлетворительный результат, требующий выполнения корректирующих действий.

5. ОЦЕНКА РЕЗУЛЬТАТОВ

В этом разделе приведены данные, предоставленные после проведения испытаний участниками, а также результаты статистической обработки полученных значений.

5.1. Сводная оценка результатов раунда

Представлена сводная таблица результатов раунда, характеризующая возможные отклонения в ходе проведения процедуры проверки квалификации по определенным показателям (Табл. 5).

При обработке поступивших результатов проведена оценка использованных методик выполнения измерений, необходимая для объяснения наблюдаемых различий (в случае необходимости).

Табл. 5 Сводная оценка результатов раунда «Дизельное топливо - 2»

Определяемый показатель	Оценка результатов
Кислотность	Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет среднего значения по результатам участников с применением бут-стреп метода и стандартного отклонения на основании прецизионности референтного метода.
Плотность при 15°C	Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет робастного среднего по результатам участников и стандартного отклонения на основании прецизионности референтного метода.
Кинематическая вязкость при 20°C	Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет робастного среднего по результатам участников и стандартного отклонения на основании прецизионности референтного метода.
Фракционный состав отгон 50% отгон 95%	Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет робастного среднего по результатам участников и робастного отклонения.
Массовая доля серы	Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет робастного среднего по результатам участников и стандартного отклонения на основании прецизионности референтного метода.
Температура вспышки в закрытом тигле	Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет робастного среднего по результатам участников и стандартного отклонения на основании прецизионности референтного метода.
Предельная температура фильтруемости	Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет робастного среднего по результатам участников и стандартного отклонения на основании прецизионности референтного метода.
Температура застывания	Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет среднего значения по результатам участников и стандартного отклонения на основании прецизионности референтного метода.
Йодное число	Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет по аттестованному значению стандартного образца и стандартному отклонению на основании прецизионности референтного метода.
Температура помутнения	Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет среднего значения по результатам участников и стандартного отклонения на основании прецизионности референтного метода.
Цетановое число	Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет среднего значения по результатам участников с применением бут-стреп метода и стандартного отклонения на основании прецизионности референтного метода.
Зольность	Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет среднего значения по результатам участников с применением бут-стреп метода и стандартного отклонения на основании прецизионности референтного метода.
Коксуемость 10% остатка	При определении обнаружен один выброс. Статистическая обработка – расчет среднего значения по результатам участников и стандартного отклонения на основании прецизионности референтного метода. Выбросы не учитываются при статистических расчетах.
Массовая доля воды	Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет по аттестованному значению стандартного образца и стандартному отклонению на основании прецизионности референтного метода.
Концентрация фактических смол	Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет по аттестованному значению стандартного образца

Итоги статистической обработки результатов участников, получивших, соответственно удовлетворительные, сомнительные и неудовлетворительные оценки в ходе проверки квалификации представлены в п. 5.4 отчета.

Участникам, получившим сомнительные и неудовлетворительные результаты, рекомендуется выяснить причины и, при необходимости, осуществить корректирующие действия.

К наиболее вероятным причинам сомнительных и(или) неудовлетворительных результатов можно отнести:

- несоблюдение условий хранения образцов для проверки квалификации;
- нарушение условий транспортировки;
- отклонение от инструкций к ОПК;
- проведение испытаний образца через некоторое время после вскрытия его упаковки, а не сразу;
- нарушение процедуры проведения измерений и неправильность обработки и(или) представления полученных результатов;
- недостаточно точное соблюдение всех процедур, предусмотренных методиками испытаний, а также недостаточную эффективность внутрилабораторного контроля качества результатов испытаний.

5.2. Оценка общего количества полученных результатов

Оценка общего количества полученных результатов представлена в Табл. 6.

На основании предоставленных результатов проведено сравнение между воспроизводимостью, заявленной референтной методикой испытаний (где возможно), и воспроизводимостью, найденной для группы участвующих лабораторий. Количество результатов испытаний, приписанное значение, рассчитанная воспроизводимость ($2,77 \times \sigma_{pt}$) и воспроизводимость (R_{lit}), полученные на основе референтных методов испытаний, представлены в таблице 6 и в п. 5.4 настоящего отчета.

Табл. 6 Общие данные участников по показателям

Определяемый показатель	Единицы измерения	Количество участников	Приписанное значение	Стандартное отклонение	$2,77 \times \sigma_{pt}$	R_{lit}
Кислотность	мг КОН/100 см ³	4	0,896	0,096	0,266	0,250
Плотность при 15°C	г/см ³	15	0,8119	0,00027	0,00074	0,00120
Кинематическая вязкость при 20°C	мм ² /с	12	2,3370	0,0144	0,0398	0,0168
Фракционный состав: отгон 50%	°С	12	216,80	1,50	4,14	-
Фракционный состав: отгон 95%	°С	12	339,60	3,86	10,69	-
Массовая доля серы	мг/кг	12	2324,00	67,78	187,75	283,64
Температура вспышки в закрытом тигле	°С	15	43,42	2,58	7,14	4,00

Предельная температура фильтруемости	° С	13	-29,45	3,17	8,77	5,25
Температура застывания	° С	8	-48,03	5,16	14,29	8,00
Йодное число	г йода/100 г	1	0,47	-	-	0,094
Температура помутнения	° С	11	-13,04	1,83	5,06	3,00
Цетановое число	ед.	6	49,11	0,59	1,63	3,92
Зольность	%	6	0,0917	0,0081	0,0224	0,0241
Коксуемость 10% остатка	%	7	0,14	0,19	0,52	0,088
Массовая доля воды	%	7	0,025	-	-	0,0109
Концентрация фактических смол	мг/100 см ³	2	10,00	2,50	-	-

5.3. Сравнение результатов участников прошлых раундов

Представлена сводная таблица результатов прошедших раундов, характеризующая общее количество результатов и отклонений в ходе проведения процедуры проверки квалификации по объекту «Дизельное топливо» (Табл. 7).

Табл. 7 Сравнительные данные по проведенным раундам

Раунд	Период проведения раунда	Количество участников	Количество результатов	Количество выбросов	% выбросов от общего количества результатов
1	26.03.2021 – 11.06.2021	18	174	4	2,30
2	02.10.2021 – 24.12.2021	18	143	1	0,70

5.4. Результаты статистической обработки данных участников

1. Показатель «Кислотность»

Табл. 8 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Кислотность».

Шифр лаборатории	Методика испытания	Результат, мг КОН/100см ³	Z'-индекс	Комментарий
24	ГОСТ 5985	0,82	-0,787	удовлетворительно
31	ГОСТ 5985	1,0	1,078	удовлетворительно
56	ГОСТ 5985	0,97	0,767	удовлетворительно
60	ГОСТ 5985	0,794	-1,057	удовлетворительно

Нормальное распределение	Подтверждено
Число лабораторий	4
Среднее значение	0,896
Стандартное отклонение	0,096
Предел воспроизводимости	0,266
Стандартное отклонение для оценки квалификации (ГОСТ 5985)	0,090
Предел воспроизводимости (ГОСТ 5985)	0,250

ДТ01-21-2 - Кислотность

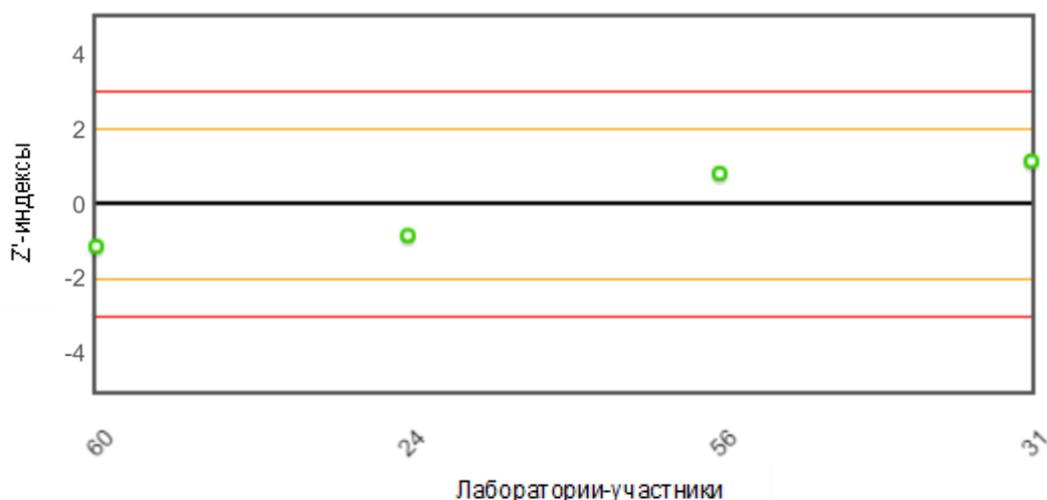


Рис. 1 Распределение z'-индексов для показателя «Кислотность»

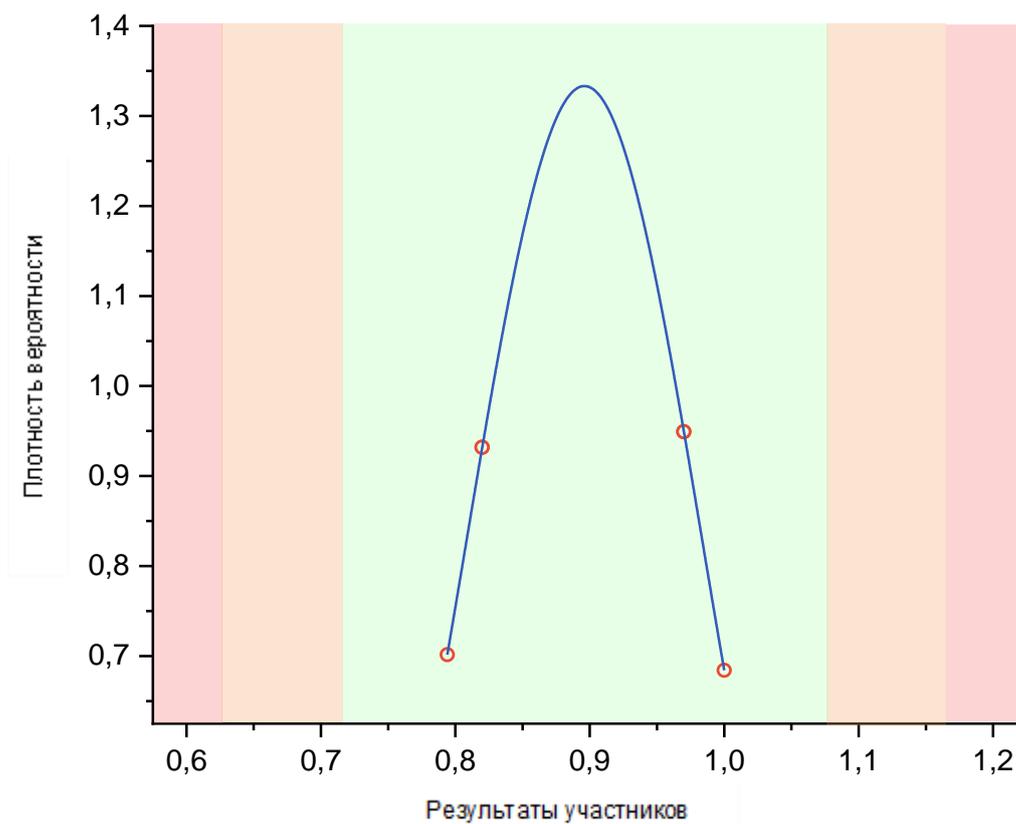


Рис. 2 Нормальность распределения результатов по показателю «Кислотность»

2. Показатель «Плотность при 15 °С»

Табл. 9 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Плотность при 15 °С».

Шифр лаборатории	Методика испытания	Результат, г/см ³	Z'-индекс	Комментарий
24	ASTM D4052	0,8107	-2,736	сомнительно
27	ГОСТ Р ИСО 3675	0,8119	0,000	удовлетворительно
31	ASTM D4052	0,8120	0,228	удовлетворительно
47	ASTM D4052	0,81205	0,342	удовлетворительно
49	ASTM D4052	0,8121	0,456	удовлетворительно
55	ГОСТ ISO 3675	0,812	0,228	удовлетворительно
56	ГОСТ Р ИСО 3675	0,8119	0,000	удовлетворительно
57	ASTM D4052	0,81167	-0,524	удовлетворительно
58	ASTM D4052	0,8117	-0,456	удовлетворительно
59	ASTM D4052	0,8119	0,000	удовлетворительно
60	ASTM D4052	0,8119	0,000	удовлетворительно
61	ГОСТ Р 57037	0,8133	3,192	неудовлетворительно
64	ASTM D4052	0,8119	0,000	удовлетворительно
71	ГОСТ 51069	811,4	-	выброс (некорректные ед. измерения)
78	ГОСТ Р 51069	0,81150	-0,912	удовлетворительно

Нормальное распределение	Подтверждено
Число лабораторий	15
Среднее значение	0,8119
Стандартное отклонение	0,00027
Предел воспроизводимости	0,00074
Стандартное отклонение для оценки квалификации (ГОСТ 51069)	0,00043
Предел воспроизводимости (ГОСТ 51069)	0,00120

ДТ01-21-2 - Плотность при 15°С

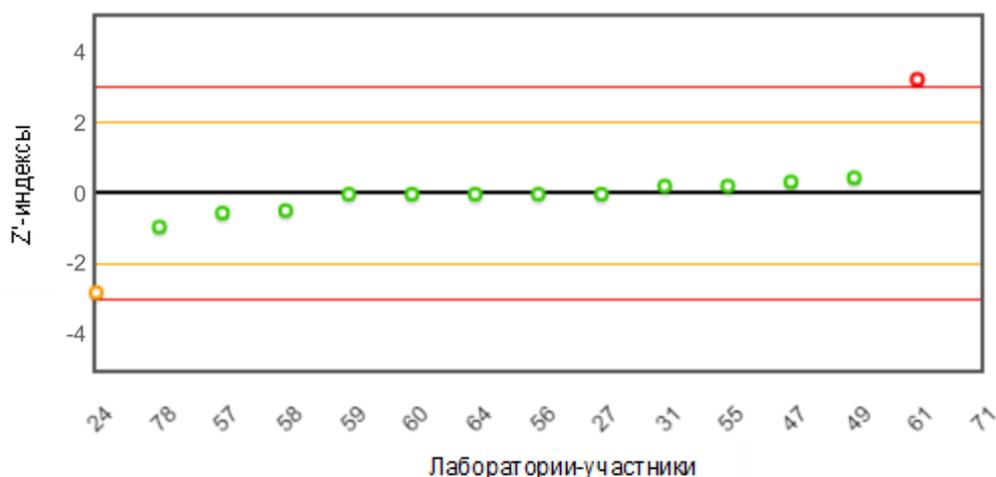


Рис. 3 Распределение z'-индексов для показателя «Плотность при 15 °С»

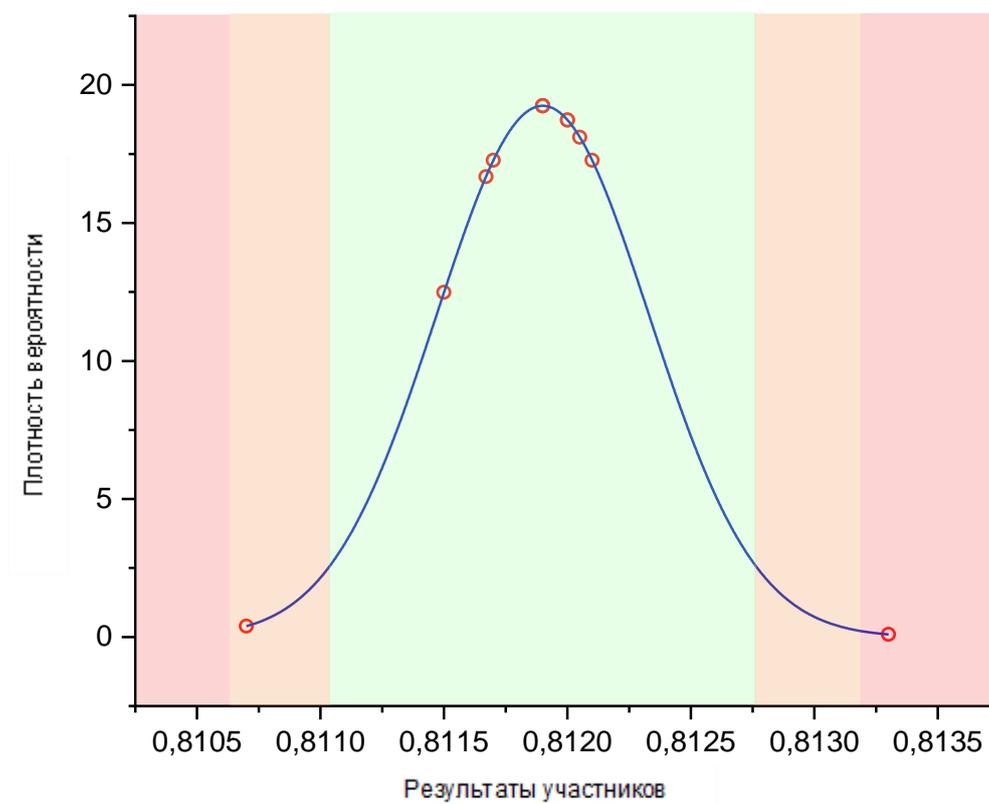


Рис. 4 Нормальность распределения результатов по показателю «Плотность при 15 °С»

3. Показатель «Кинематическая вязкость при 20 °С»

Табл. 10 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Кинематическая вязкость при 20 °С».

Шифр лаборатории	Методика испытания	Результат, мм ² /с	Z'-индекс	Комментарий
56	ГОСТ 33	2,325	-1,502	удовлетворительно
49	ГОСТ 33	2,296	-5,131	неудовлетворительно
24	ГОСТ 33	2,340	0,375	удовлетворительно
31	ASTM D445	2,350	1,627	удовлетворительно
47	ГОСТ 33	2,3395	0,313	удовлетворительно
57	ГОСТ 33	2,333	-0,501	удовлетворительно
60	ГОСТ 33	2,3493	1,539	удовлетворительно
61	ГОСТ 33	2,33	-0,876	удовлетворительно
64	ГОСТ 33	2,346	1,126	удовлетворительно
70	ГОСТ 33	2,335	-0,250	удовлетворительно
71	ГОСТ 33	2,376	4,880	неудовлетворительно
78	ГОСТ 33	2,3233	-1,714	удовлетворительно

Нормальное распределение	Подтверждено
Число лабораторий	12
Среднее значение	2,3370
Стандартное отклонение	0,0144
Предел воспроизводимости	0,0398
Стандартное отклонение для оценки квалификации (ГОСТ 33)	0,0061
Предел воспроизводимости (ГОСТ 33)	0,0168

ДТ01-21-2 - Кинематическая вязкость при 20°С

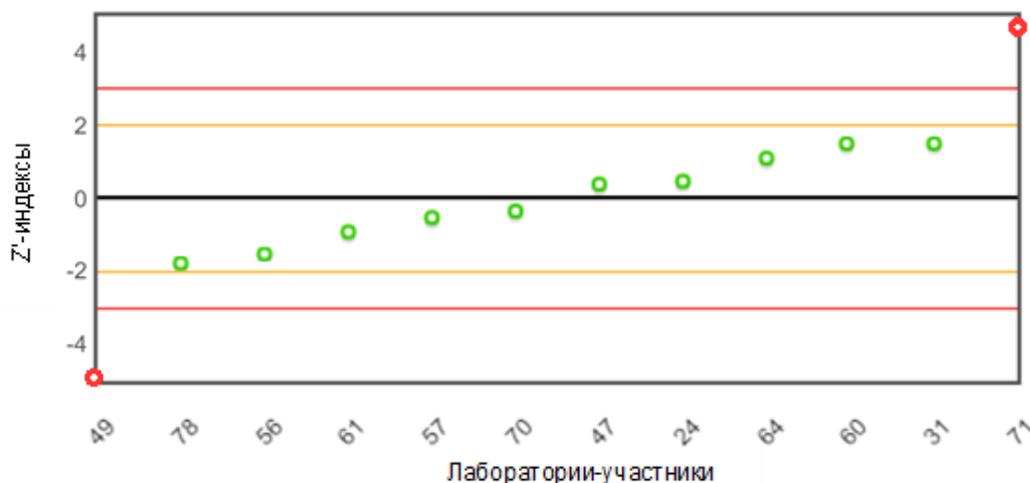


Рис. 5 Распределение z'-индексов для показателя «Кинематическая вязкость при 20 °С»

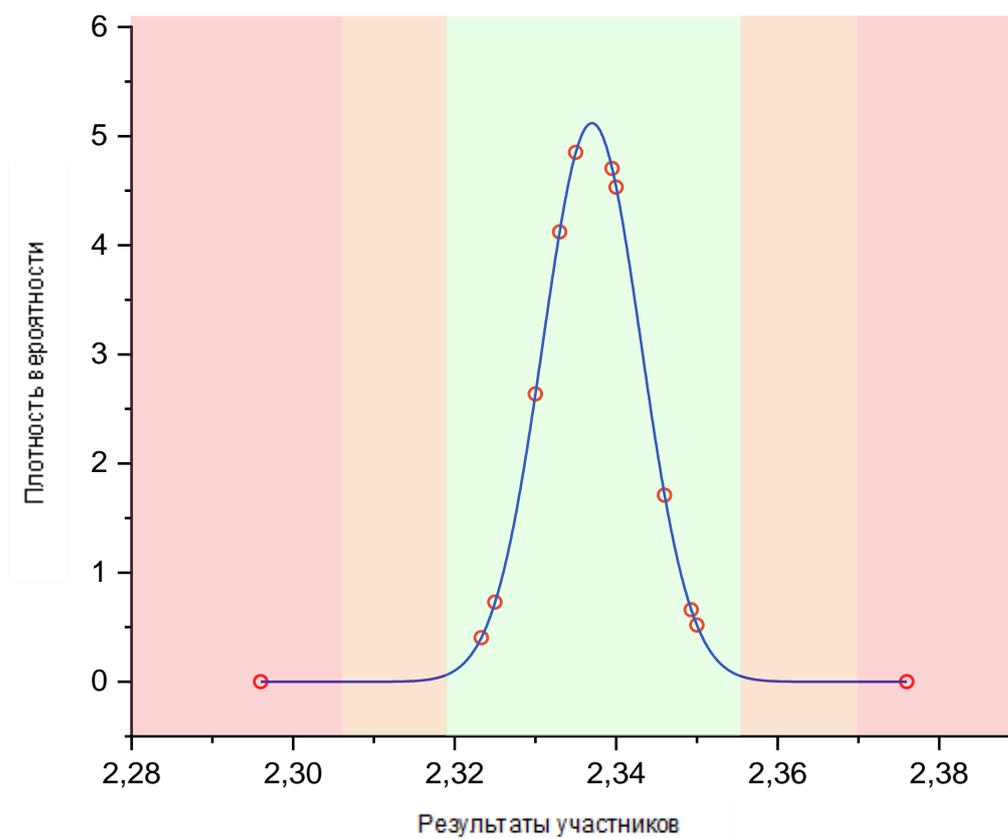


Рис. 6 Нормальность распределения результатов по показателю «Кинематическая вязкость при 20 °С»

4. Показатель «Фракционный состав: отгон 50%»

Табл. 11 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Фракционный состав: отгон 50%».

Шифр лаборатории	Методика испытания	Результат, °С	Z'-индекс	Комментарий
24	ГОСТ 2177 (метод А)	215,4	-0,881	удовлетворительно
27	ISO 3405	218,5	1,070	удовлетворительно
31	ГОСТ 2177 (метод А)	218,0	0,755	удовлетворительно
47	ASTM D86	215,0	-1,133	удовлетворительно
55	ГОСТ 2177 (метод А)	215,5	-0,818	удовлетворительно
56	ГОСТ 2177 (метод А)	216,0	-0,503	удовлетворительно
57	ГОСТ 2177 (метод А)	217	0,126	удовлетворительно
58	ГОСТ 2177 (метод А)	218,0	0,755	удовлетворительно
59	ГОСТ 2177 (метод А)	217	0,126	удовлетворительно
60	ГОСТ 2177 (метод А)	218,5	1,070	удовлетворительно
64	ГОСТ 2177 (метод А)	215,2	-1,007	удовлетворительно
78	ГОСТ 2177 (метод А)	217,33	0,333	удовлетворительно

Нормальное распределение	Подтверждено
Число лабораторий	12
Среднее значение	216,80
Стандартное отклонение	1,50
Предел воспроизводимости	4,14
Стандартное отклонение для оценки квалификации (ГОСТ 2177)	-
Предел воспроизводимости (ГОСТ 2177)	-

ДТ01-21-2 - Фракционный состав (температура при отгоне) 50%

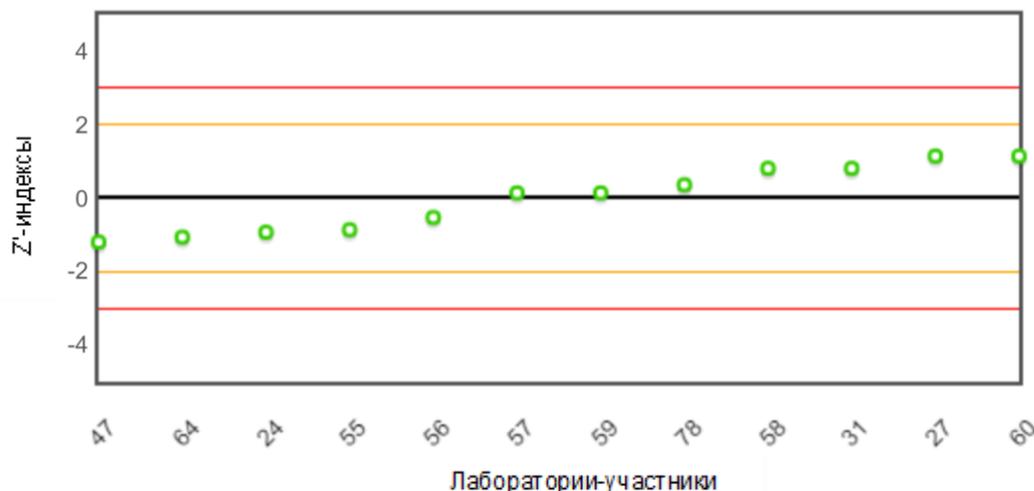


Рис. 7 Распределение z'-индексов для показателя «Фракционный состав: отгон 50%»

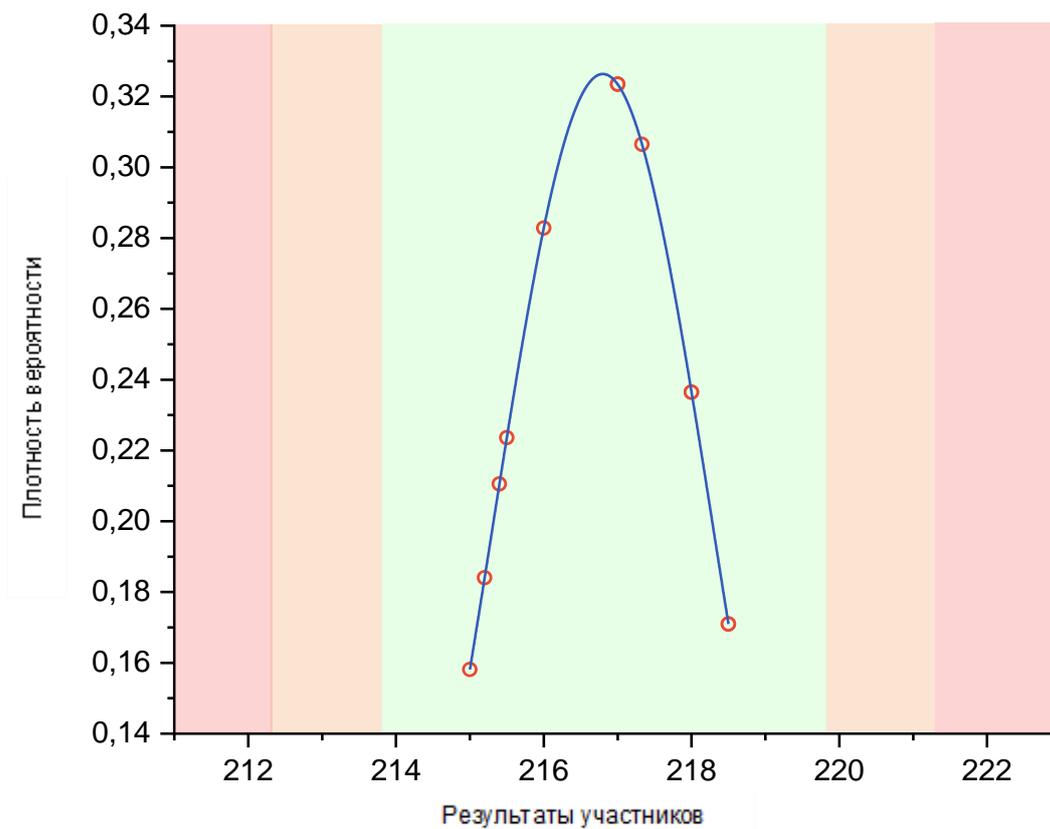


Рис. 8 Нормальность распределения результатов по показателю «Фракционный состав: отгон 50%»

5. Показатель «Фракционный состав: отгон 95%»

Табл. 12 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Фракционный состав: отгон 95%».

Шифр лаборатории	Методика испытания	Результат, °С	Z'-индекс	Комментарий
24	ГОСТ 2177 (метод А)	341,4	0,439	удовлетворительно
27	ISO 3405	323,0	-4,047	неудовлетворительно
31	ГОСТ 2177 (метод А)	340,0	0,098	удовлетворительно
47	ASTM D86	348,5	2,170	сомнительно
55	ГОСТ 2177 (метод А)	340,5	0,219	удовлетворительно
56	ГОСТ 2177 (метод А)	338,0	-0,390	удовлетворительно
57	ГОСТ 2177 (метод А)	345	1,317	удовлетворительно
58	ГОСТ 2177 (метод А)	338,0	-0,390	удовлетворительно
59	ГОСТ 2177 (метод А)	340	0,098	удовлетворительно
60	ГОСТ 2177 (метод А)	340,5	0,219	удовлетворительно
64	ГОСТ 2177 (метод А)	337,0	-0,634	удовлетворительно
78	ГОСТ 2177 (метод А)	335,73	-0,944	удовлетворительно

Нормальное распределение	Подтверждено
Число лабораторий	12
Среднее значение	339,60
Стандартное отклонение	3,86
Предел воспроизводимости	10,69
Стандартное отклонение для оценки квалификации (ГОСТ 2177)	-
Предел воспроизводимости (ГОСТ 2177)	-

ДТ01-21-2 - Фракционный состав (температура при отгоне) 95%

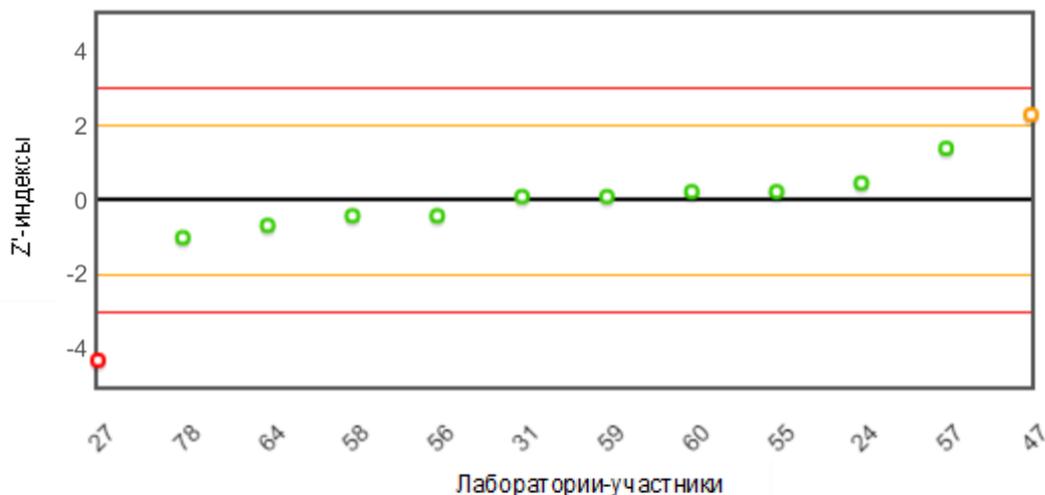


Рис. 9 Распределение z'-индексов для показателя «Фракционный состав: отгон 95%»

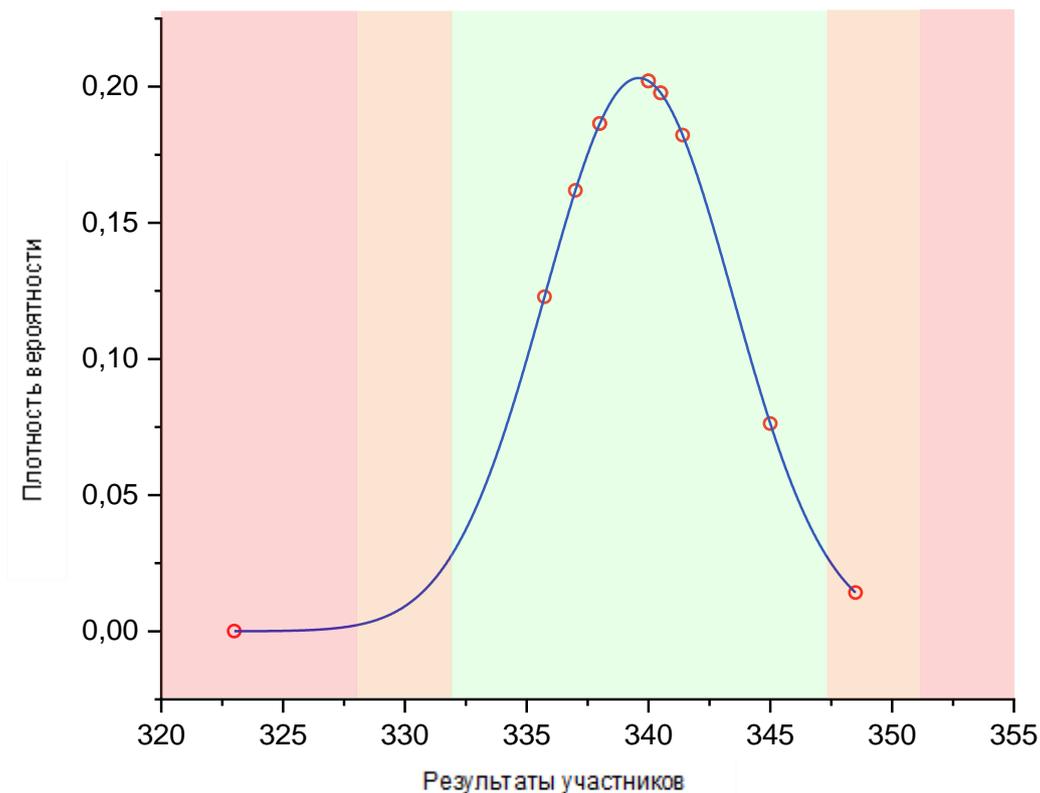


Рис. 10 Нормальность распределения результатов по показателю «Фракционный состав: отгон 95%»

6. Показатель «Массовая доля серы»

Табл. 13 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Массовая доля серы».

Шифр лаборатории	Методика испытания	Результат, мг/кг	Z-индекс	Комментарий
27	ГОСТ ИСО 8754	2300	-0,234	удовлетворительно
31	ASTM D2622	2340	0,156	удовлетворительно
47	ASTM D4294	2297	-0,264	удовлетворительно
49	ASTM D4294	2330	0,059	удовлетворительно
55	ГОСТ 32139	2235	-0,869	удовлетворительно
56	ГОСТ Р 51947	2470	1,426	удовлетворительно
57	ГОСТ ISO 20884	2372	0,469	удовлетворительно
58	ГОСТ ISO 20884	2280	-0,430	удовлетворительно
59	ГОСТ ISO 20884	2348	0,234	удовлетворительно
60	ГОСТ 32139	2381	0,557	удовлетворительно
61	ГОСТ Р 51947	3661,7	13,064	неудовлетворительно
64	ГОСТ ISO 20884	2359,3	0,345	удовлетворительно

Нормальное распределение	Подтверждено
Число лабораторий	12
Среднее значение	2324,00
Стандартное отклонение	67,78
Предел воспроизводимости	187,75
Стандартное отклонение для оценки квалификации (ГОСТ 32139)	102,40
Предел воспроизводимости (ГОСТ 32139)	283,64

ДТ01-21-2 - Массовая доля серы.

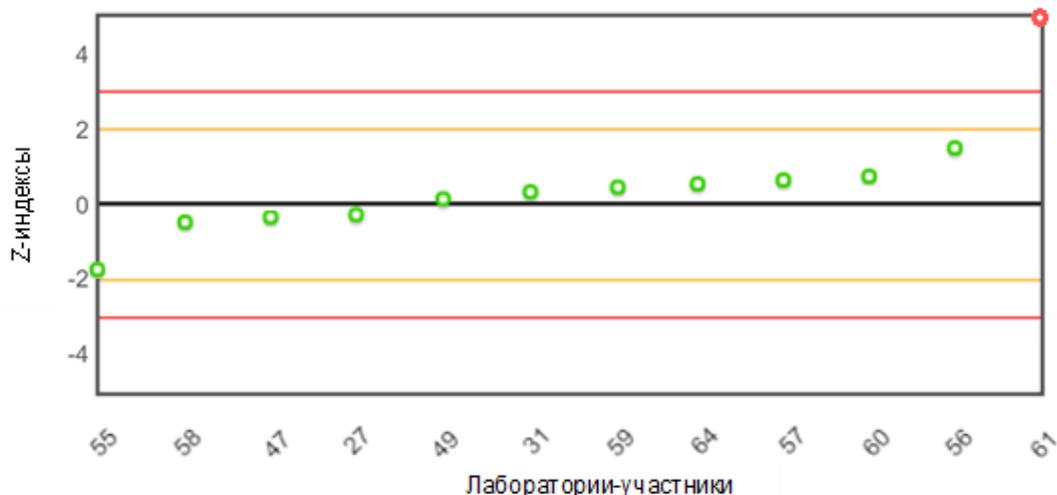


Рис. 11 Распределение z-индексов для показателя «Массовая доля серы»

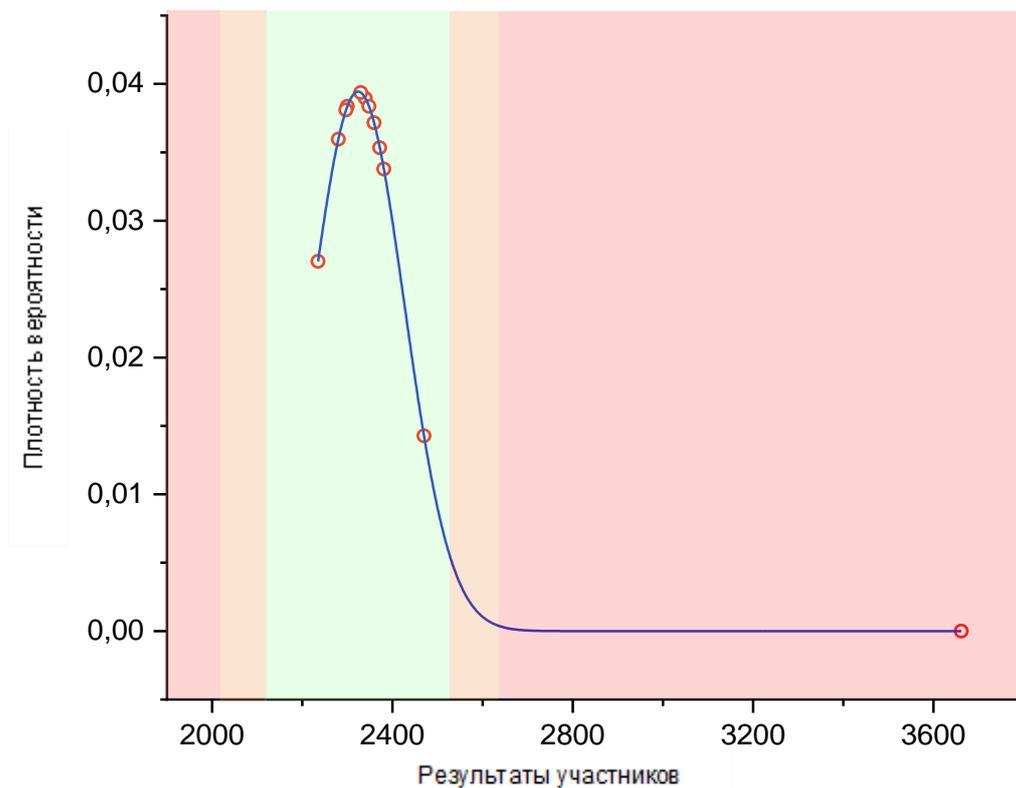


Рис. 12 Нормальность распределения результатов по показателю «Массовая доля серы»

7. Показатель «Температура вспышки в закрытом тигле»

Табл. 14 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Температура вспышки в закрытом тигле».

Шифр лаборатории	Методика испытания	Результат, °С	Z'-индекс	Комментарий
24	ГОСТ 6356	40	-2,052	сомнительно
27	ГОСТ ИСО 2719	41,5	-1,152	удовлетворительно
31	ГОСТ 6356	44,0	0,348	удовлетворительно
47	ГОСТ 6356	45,5	1,248	удовлетворительно
49	ГОСТ 6356	47	2,148	сомнительно
55	ГОСТ 6356	41	-1,452	удовлетворительно
56	ГОСТ 6356	46	1,548	удовлетворительно
57	ГОСТ 6356	42	-0,852	удовлетворительно
58	ГОСТ 6356	44,0	0,348	удовлетворительно
59	ГОСТ 6356	42	-0,852	удовлетворительно
60	ГОСТ ИСО 2719	42,0	-0,852	удовлетворительно
61	ГОСТ 6356	44,8	0,828	удовлетворительно
64	ГОСТ 6356	47	2,148	сомнительно
65	ГОСТ 6356	41	-1,452	удовлетворительно
78	ГОСТ ИСО 2719	43,50	0,048	удовлетворительно

Нормальное распределение	Подтверждено
Число лабораторий	15
Среднее значение	43,42
Стандартное отклонение	2,58
Предел воспроизводимости	7,14
Стандартное отклонение для оценки квалификации (ГОСТ 6356)	1,44
Предел воспроизводимости (ГОСТ 6356)	4,00

ДТ01-21-2 - Температура вспышки в закрытом тигле

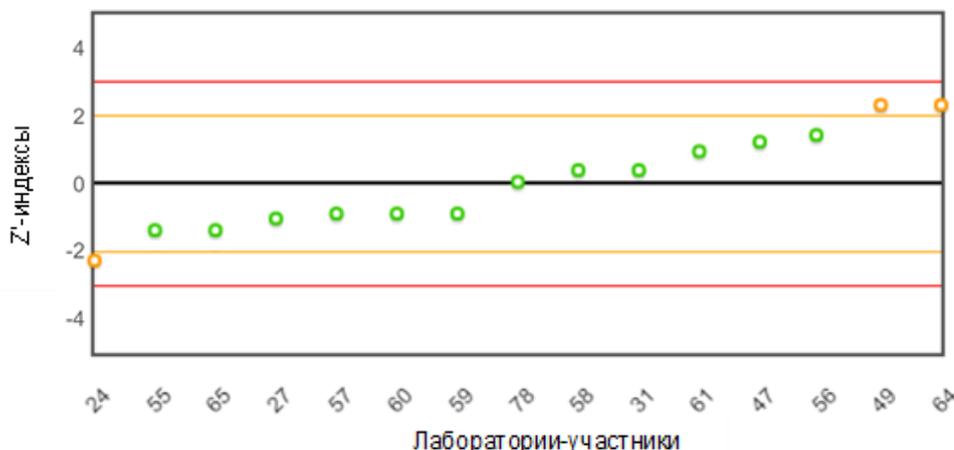


Рис. 13 Распределение z'-индексов для показателя «Температура вспышки в закрытом тигле»

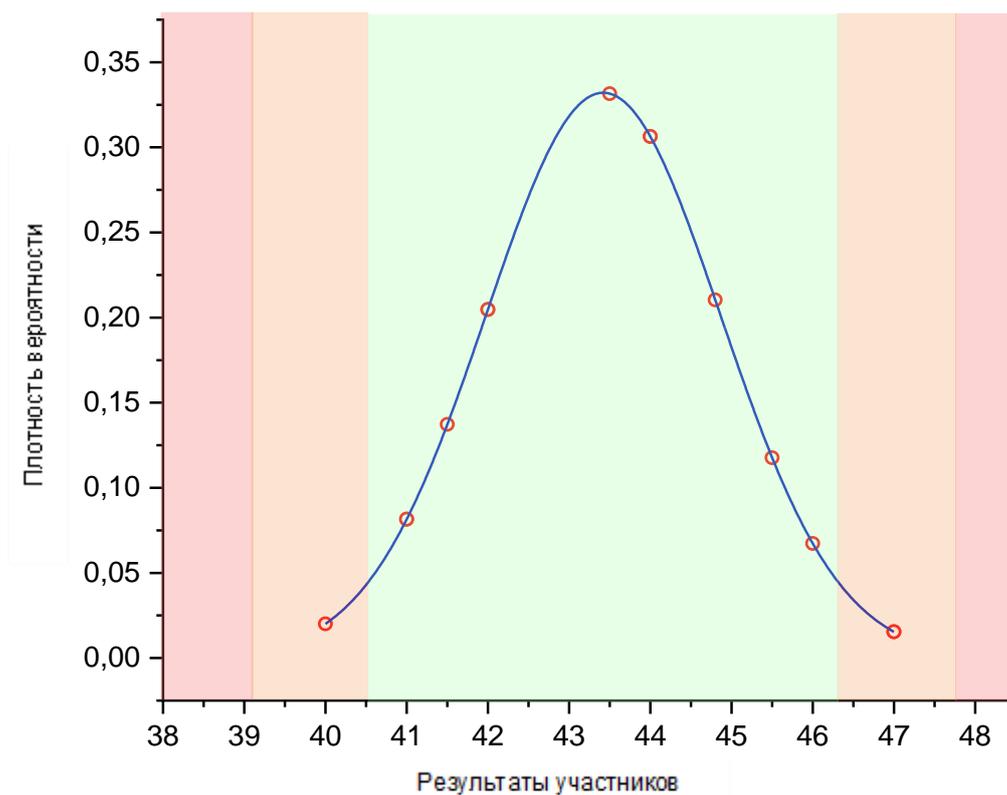


Рис. 14 Нормальность распределения результатов по показателю «Температура вспышки в закрытом тигле»

8. Показатель «Предельная температура фильтруемости»

Табл. 15 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Предельная температура фильтруемости».

Шифр лаборатории	Методика испытания	Результат, °С	Z'-индекс	Комментарий
27	ГОСТ 22254	-33	-1,621	удовлетворительно
31	ГОСТ 22254	-28	0,662	удовлетворительно
47	ГОСТ 22254	-18	5,229	неудовлетворительно
49	ГОСТ 22254	-30	-0,251	удовлетворительно
55	ГОСТ EN 116	-32	-1,164	удовлетворительно
56	ГОСТ 22254	-42	-5,731	неудовлетворительно
57	ГОСТ 22254	-28	0,662	удовлетворительно
58	ГОСТ 22254	-29	0,205	удовлетворительно
59	ГОСТ 22254	-28	0,662	удовлетворительно
60	ГОСТ 22254	-28	0,662	удовлетворительно
61	ГОСТ 22254	-33,0	-1,621	удовлетворительно
64	ГОСТ 22254	-28	0,662	удовлетворительно
78	ГОСТ 22254	-27,0	1,119	удовлетворительно

Нормальное распределение	Подтверждено
Число лабораторий	13
Среднее значение	-29,45
Стандартное отклонение	3,17
Предел воспроизводимости	8,77
Стандартное отклонение для оценки квалификации (ГОСТ 22254)	1,90
Предел воспроизводимости (ГОСТ 22254)	5,25

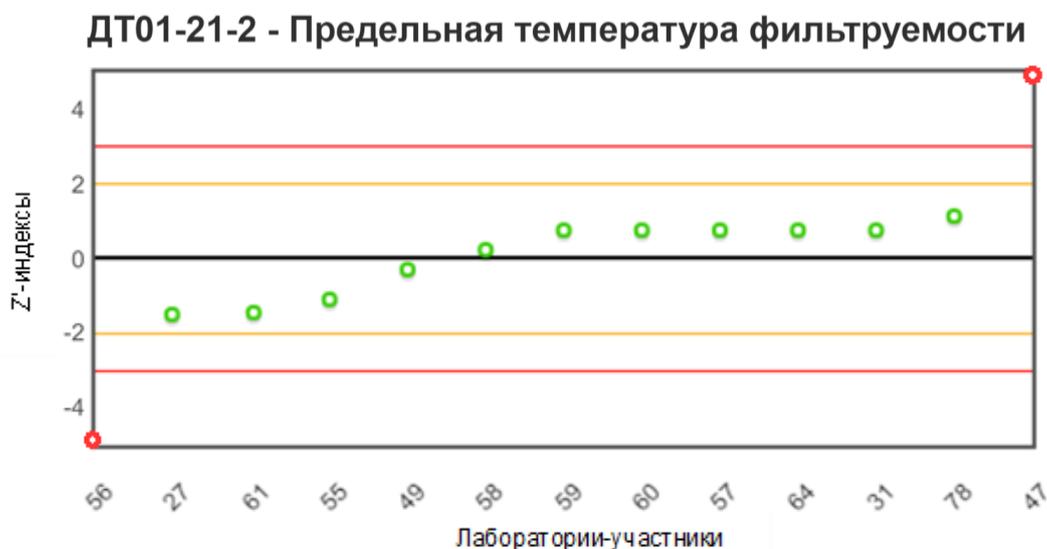


Рис. 15 Распределение z'-индексов для показателя «Предельная температура фильтруемости»

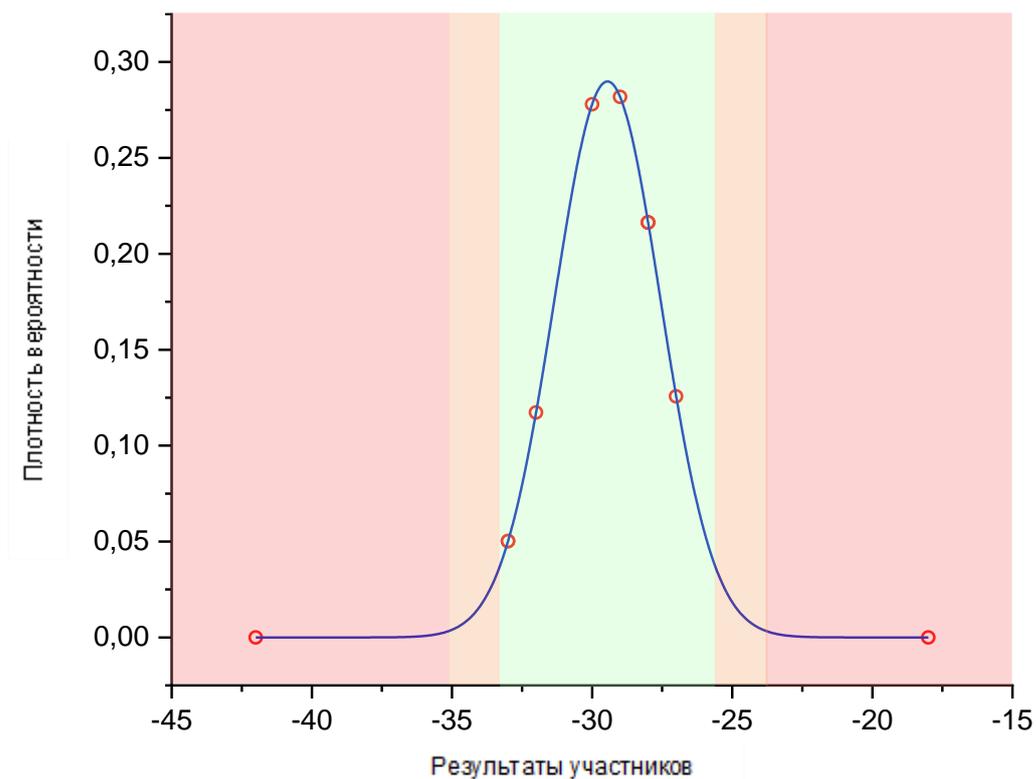


Рис. 16 Нормальность распределения результатов по показателю «Предельная температура фильтруемости»

9. Показатель «Температура застывания»

Табл. 16 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Температура застывания».

Шифр лаборатории	Методика испытания	Результат, °С	Z'-индекс	Комментарий
24	ГОСТ 20287	-45	0,885	удовлетворительно
27	ГОСТ 20287 (метод Б)	-44	1,178	удовлетворительно
31	ASTM D97	-51	-0,871	удовлетворительно
47	ГОСТ 20287 (метод Б)	-55	-2,042	сомнительно
55	ГОСТ 20287 (метод Б)	-50	-0,578	удовлетворительно
56	ГОСТ 20287 (метод Б)	-54	-1,749	удовлетворительно
60	ГОСТ 20287 (метод Б)	-41	2,056	сомнительно
61	ГОСТ 20287 (метод Б)	-44,2	1,120	удовлетворительно

Нормальное распределение	Подтверждено
Число лабораторий	8
Среднее значение	-48,03
Стандартное отклонение	5,16
Предел воспроизводимости	14,29
Стандартное отклонение для оценки квалификации (ГОСТ 20287)	2,89
Предел воспроизводимости (ГОСТ 20287)	8,00

ДТ01-21-2 - Температура застывания

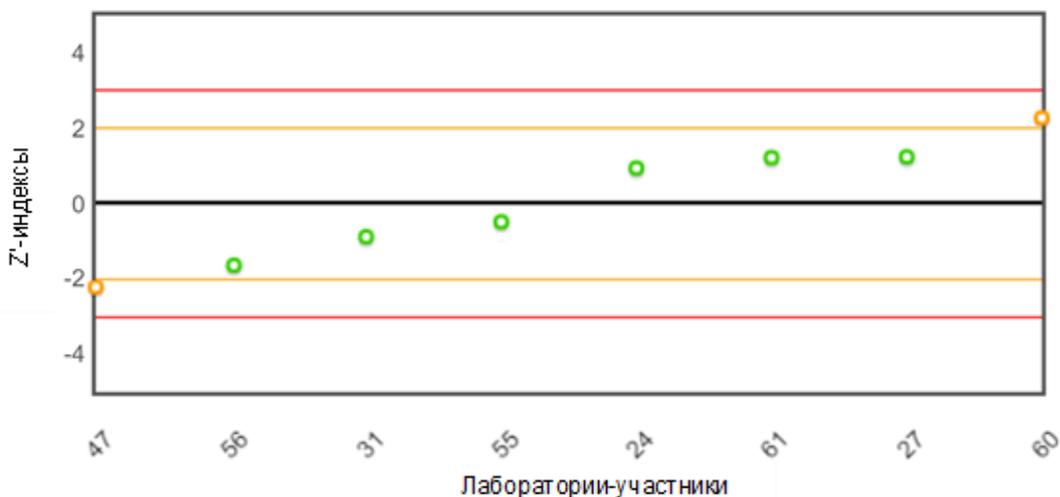


Рис. 17 Распределение z'-индексов для показателя «Температура застывания»

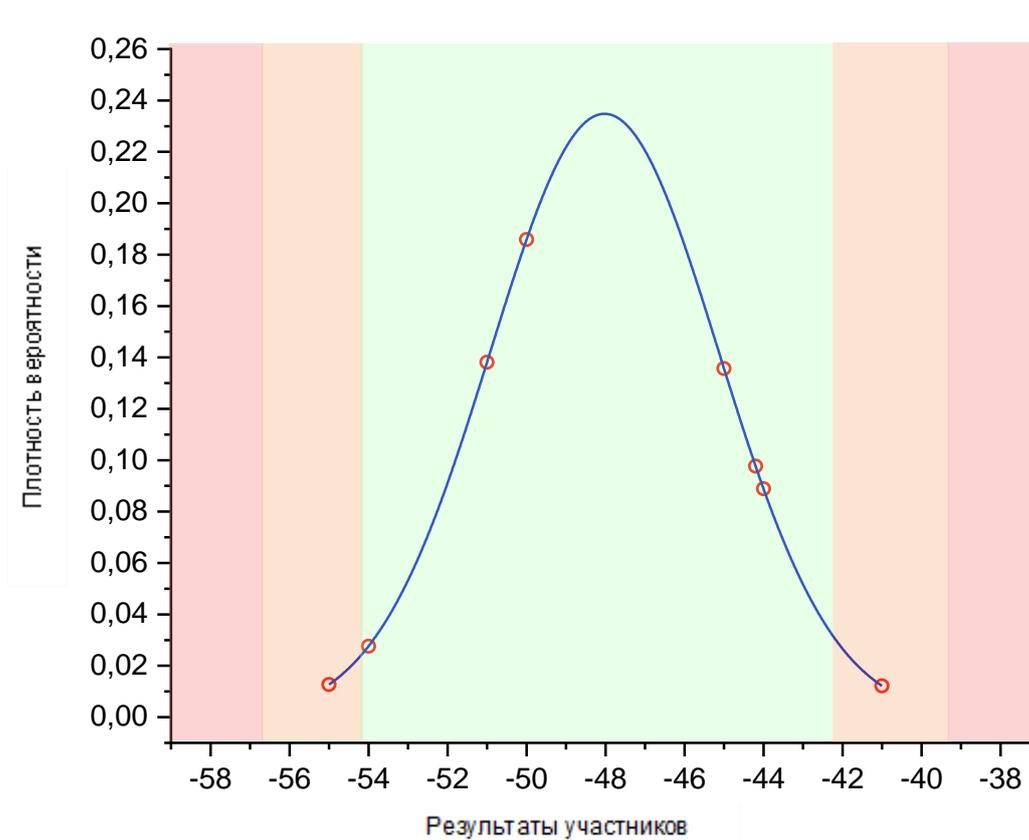


Рис. 18 Нормальность распределения результатов по показателю «Температура застывания»

10. Показатель «Йодное число»

Табл. 17 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Йодное число».

Шифр лаборатории	Методика испытания	Результат, г йода/100 г	Z-индекс	Комментарий
56	ГОСТ 2070 (Метод А)	0,55	2,358	сомнительно
Нормальное распределение		Подтверждено		
Число лабораторий		1		
Аттестованное значение		0,47		
Стандартное отклонение		-		
Предел воспроизводимости		-		
Стандартное отклонение для оценки квалификации (ГОСТ 2070)		0,034		
Предел воспроизводимости (ГОСТ 2070)		0,094		



Рис. 19 Распределение z'-индексов для показателя «Йодное число»

11. Показатель «Температура помутнения»

Табл. 18 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Температура помутнения».

Шифр лаборатории	Методика испытания	Результат, °С	Z'-индекс	Комментарий
24	ГОСТ 5066	-15	-1,616	удовлетворительно
27	ASTM D2500	-9	3,322	неудовлетворительно
31	ГОСТ 5066 (метод Б)	-14	-0,793	удовлетворительно
47	ASTM D2500	-14	-0,793	удовлетворительно
49	ASTM D2500	-13	0,030	удовлетворительно
55	ГОСТ 5066 (метод Б)	-15	-1,616	удовлетворительно
56	ГОСТ 5066 (метод Б)	-12	0,853	удовлетворительно
57	EN 23015	-11	1,676	удовлетворительно
59	DIN EN ISO 3015	-14	-0,793	удовлетворительно
60	ГОСТ 5066 (метод Б)	-14	-0,793	удовлетворительно
64	ISO 3015	-12,4	0,524	удовлетворительно

Нормальное распределение	Подтверждено
Число лабораторий	11
Среднее значение	-13,04
Стандартное отклонение	1,83
Предел воспроизводимости	5,06
Стандартное отклонение для оценки квалификации (ГОСТ 5066)	1,08
Предел воспроизводимости (ГОСТ 5066)	3,00

ДТ01-21-2 - Температура помутнения

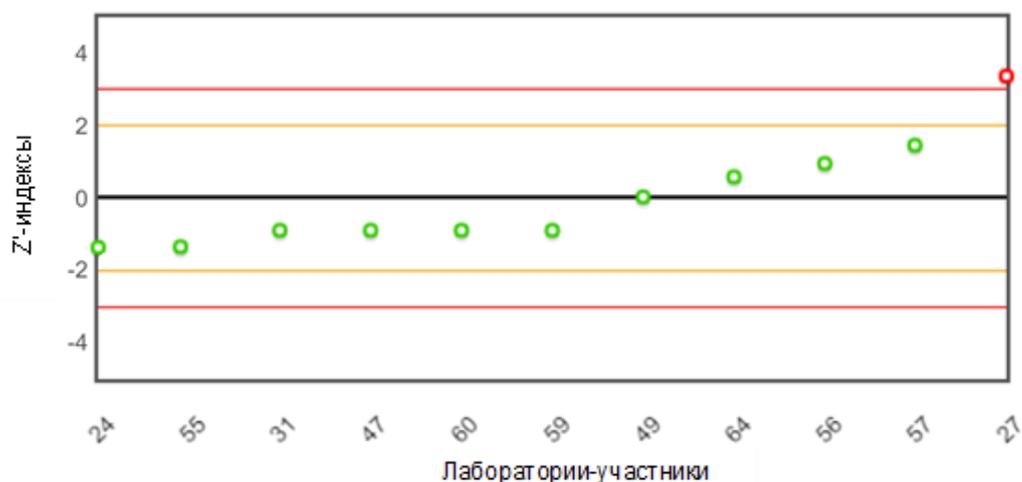


Рис. 20 Распределение z'-индексов для показателя «Температура помутнения»

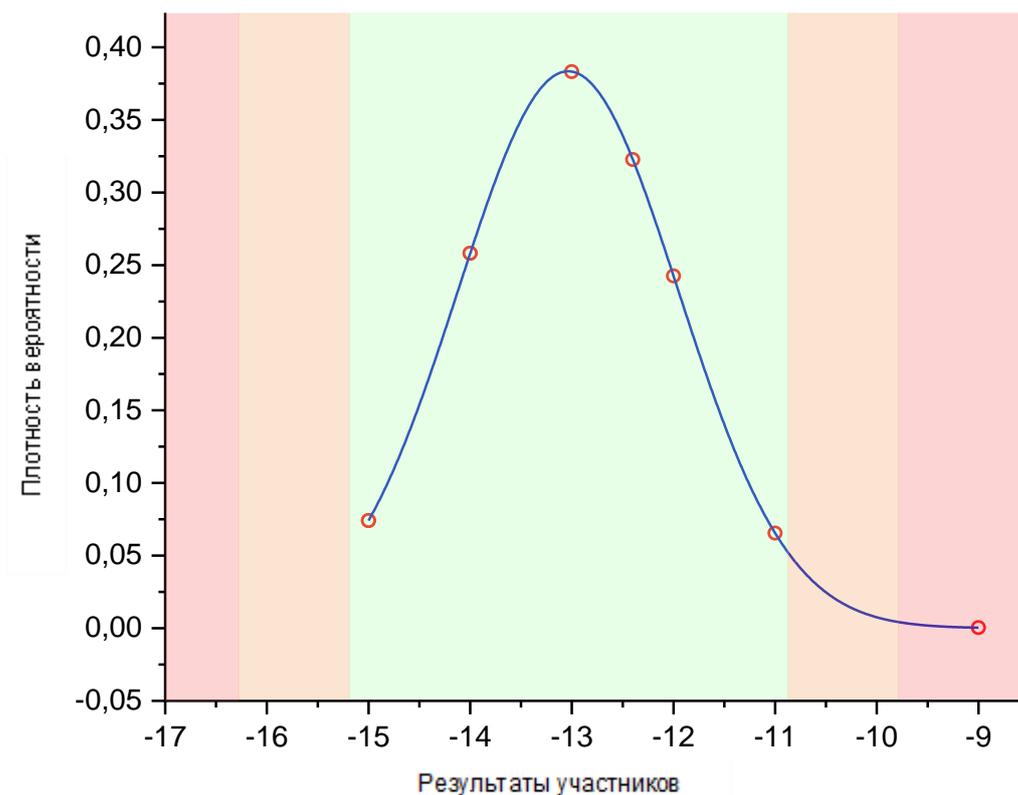


Рис. 21 Нормальность распределения результатов по показателю «Температура помутнения»

12. Показатель «Цетановое число»

Табл. 19 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Цетановое число».

Шифр лаборатории	Методика испытания	Результат, ед.	Z'-индекс	Комментарий
55	ГОСТ 32508	49,4	0,201	удовлетворительно
56	ГОСТ 32508	48,0	-0,777	удовлетворительно
57	ГОСТ 32508	49	-0,079	удовлетворительно
59	ГОСТ 32508	49,4	0,201	удовлетворительно
60	ГОСТ 3122	49	-0,079	удовлетворительно
83	ГОСТ 32508	50,1	0,690	удовлетворительно

Нормальное распределение	Подтверждено
Число лабораторий	6
Среднее значение	49,11
Стандартное отклонение	0,59
Предел воспроизводимости	1,63
Стандартное отклонение для оценки квалификации (ГОСТ 32508)	1,42
Предел воспроизводимости (ГОСТ 32508)	3,92

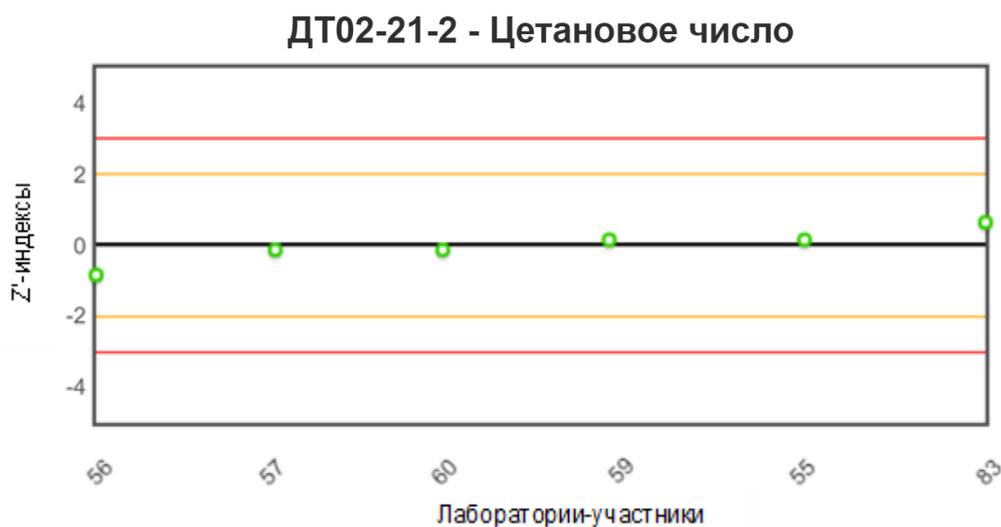


Рис. 22 Распределение z'-индексов для показателя «Цетановое число»

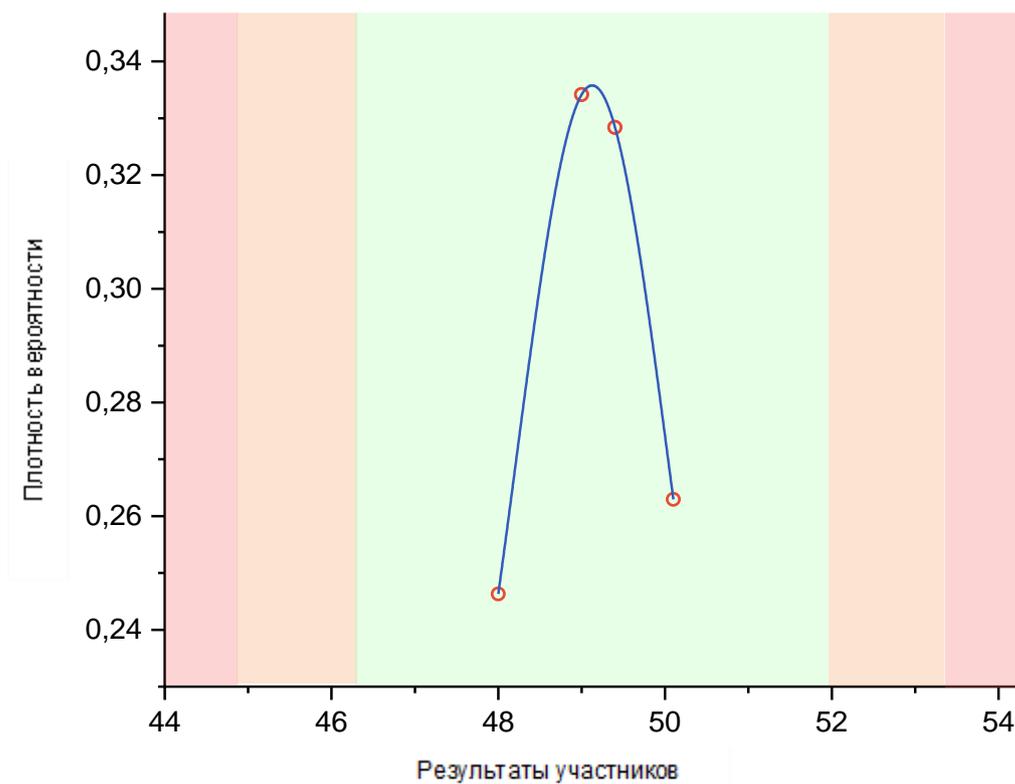


Рис. 23 Нормальность распределения результатов по показателю «Цетановое число»

13. Показатель «Зольность»

Табл. 20 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Зольность».

Шифр лаборатории	Методика испытания	Результат, %	Z'-индекс	Комментарий
27	ISO 6245	0,102	1,128	удовлетворительно
55	ГОСТ 1461	0,086	-0,620	удовлетворительно
56	ГОСТ 1461	0,105	1,455	удовлетворительно
57	ГОСТ 1461	0,0858	-0,642	удовлетворительно
59	ГОСТ 1461	0,087	-0,511	удовлетворительно
60	ГОСТ 1461	0,0958	0,451	удовлетворительно

Нормальное распределение
Число лабораторий **6**
Среднее значение **0,0917**
Стандартное отклонение **0,0081**
Предел воспроизводимости **0,0224**
Стандартное отклонение для оценки квалификации (ГОСТ 1461) **0,0087**
Предел воспроизводимости (ГОСТ 1461) **0,0241**

ДТ03-21-2 - Зольность



Рис. 24 Распределение z'-индексов для показателя «Зольность»

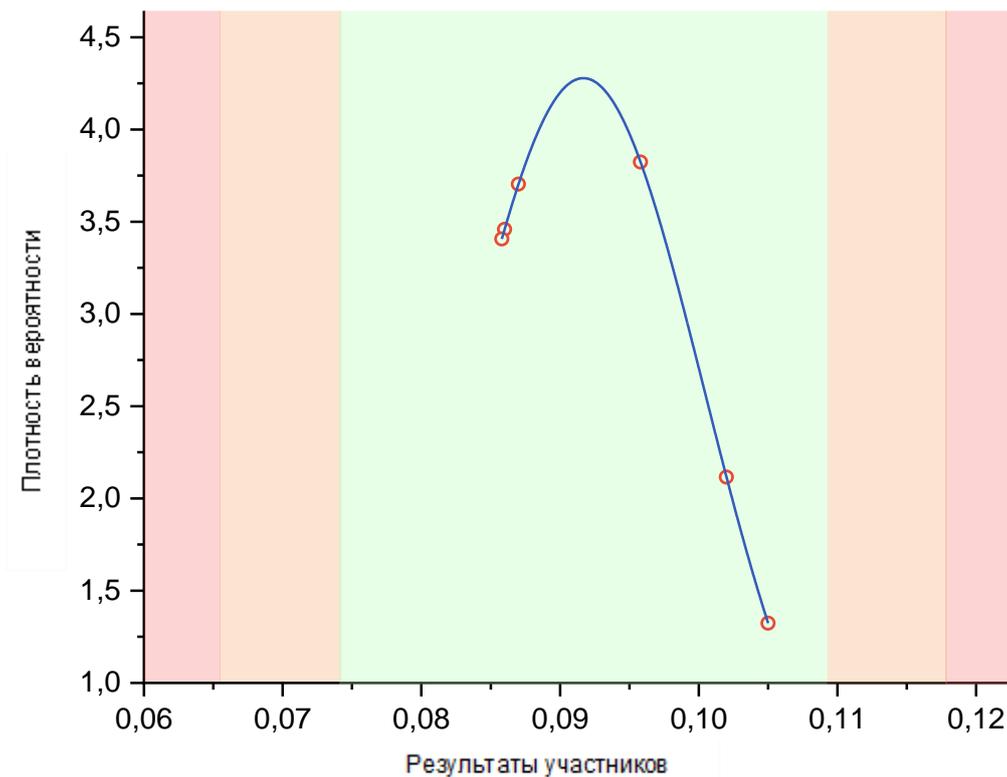


Рис. 25 Нормальность распределения результатов по показателю «Зольность»

14. Показатель «Коксуемость 10% остатка»

Табл. 21 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Коксуемость 10% остатка».

Шифр лаборатории	Методика испытания	Результат, %	Z'-индекс	Комментарий
27	ГОСТ 32392	0,06	-1,060	удовлетворительно
55	ГОСТ 32392	0,6	6,206	неудовлетворительно
56	ГОСТ 32392	1,21	14,414	неудовлетворительно
57	ГОСТ 19932	0,12	-0,252	удовлетворительно
59	ГОСТ 19932	0,044	-1,275	удовлетворительно
60	ГОСТ 19932	0,033	-1,423	удовлетворительно
64	ГОСТ 19932	0,1	-0,521	удовлетворительно

Нормальное распределение	Подтверждено
Число лабораторий	7
Среднее значение	0,14
Стандартное отклонение	0,19
Предел воспроизводимости	0,52
Стандартное отклонение для оценки квалификации (ГОСТ 19932)	0,032
Предел воспроизводимости (ГОСТ 19932)	0,088

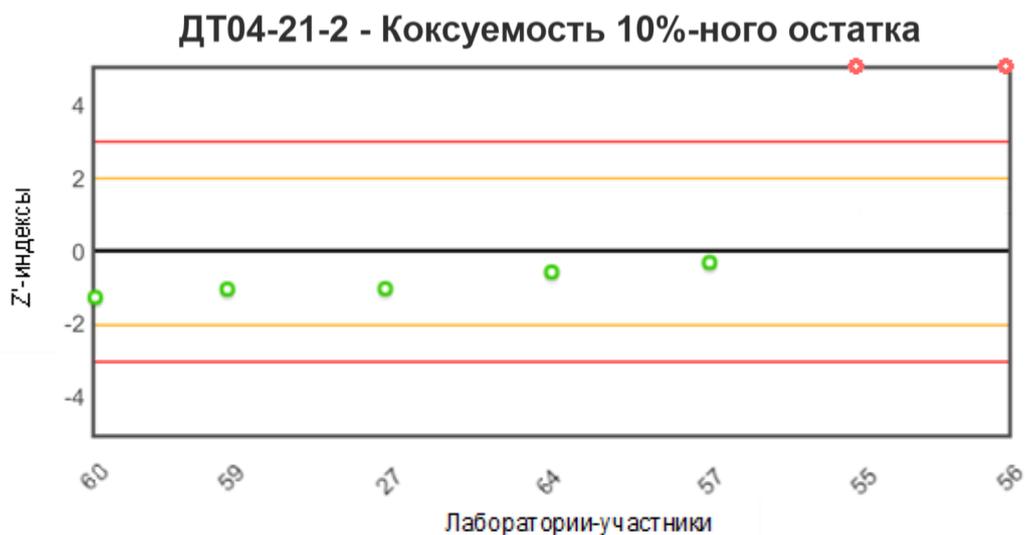


Рис. 26 Распределение z'-индексов для показателя «Коксуемость 10% остатка»

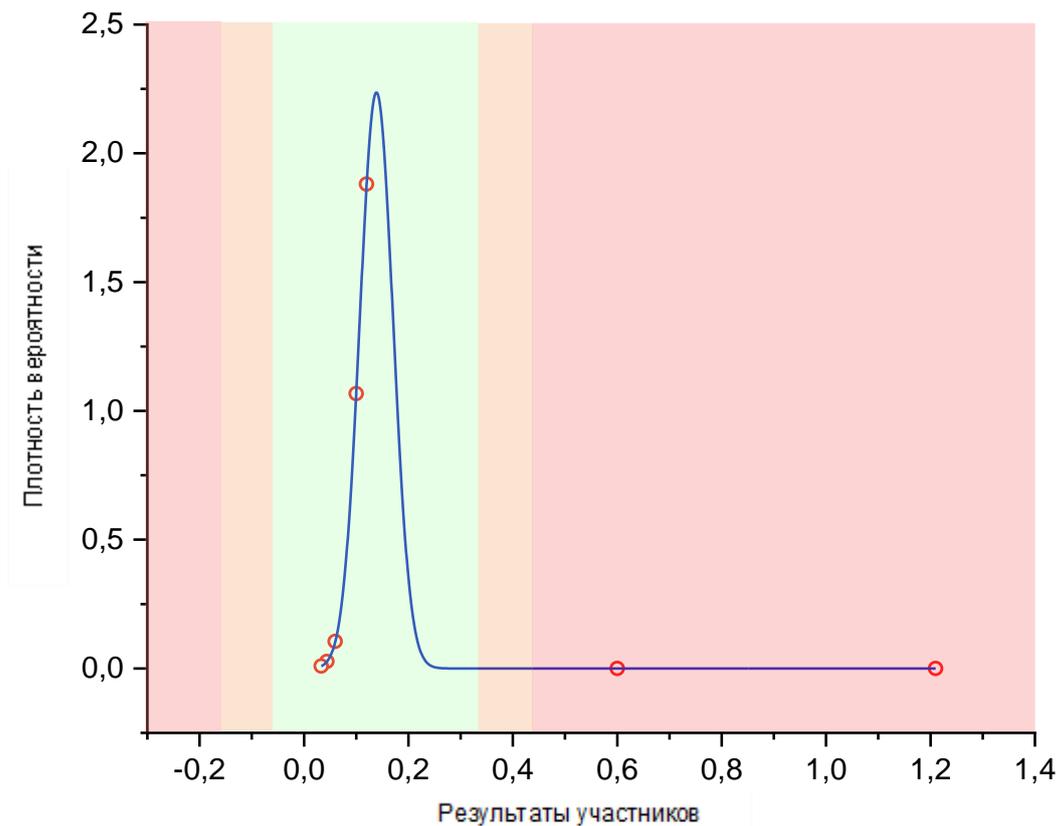


Рис. 27 Нормальность распределения результатов по показателю «Коксумость 10% остатка»

15. Показатель «Массовая доля воды»

Табл. 22 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Массовая доля воды».

Шифр лаборатории	Методика испытания	Результат, %	Z-индекс	Комментарий
27	EN ISO 12937	0,025	0,000	удовлетворительно
31	ISO 12937	0,021	-1,019	удовлетворительно
49	ASTM D6304	0,025	0,000	удовлетворительно
56	ISO 12937	0,020	-1,274	удовлетворительно
61	ISO 12937	0,0066	-4,687	неудовлетворительно
65	ISO 12937	0,026	0,255	удовлетворительно
78	ISO 12937	0,0259	0,229	удовлетворительно

Нормальное распределение	Подтверждено
Число лабораторий	7
Аттестованное значение	0,025
Стандартное отклонение	-
Предел воспроизводимости	-
Стандартное отклонение для оценки квалификации (EN ISO 12937)	0,0039
Предел воспроизводимости (EN ISO 12937)	0,0109

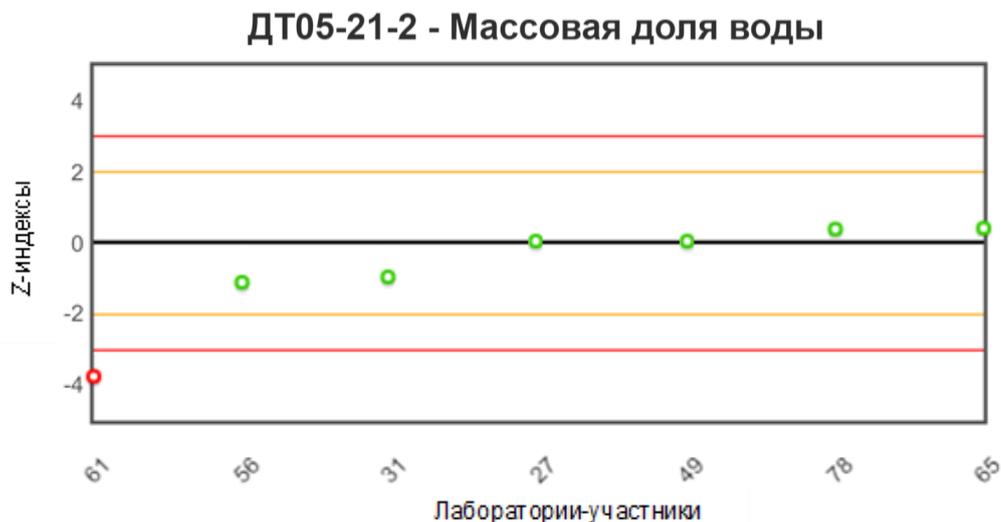


Рис. 28 Распределение z-индексов для показателя «Массовая доля воды»

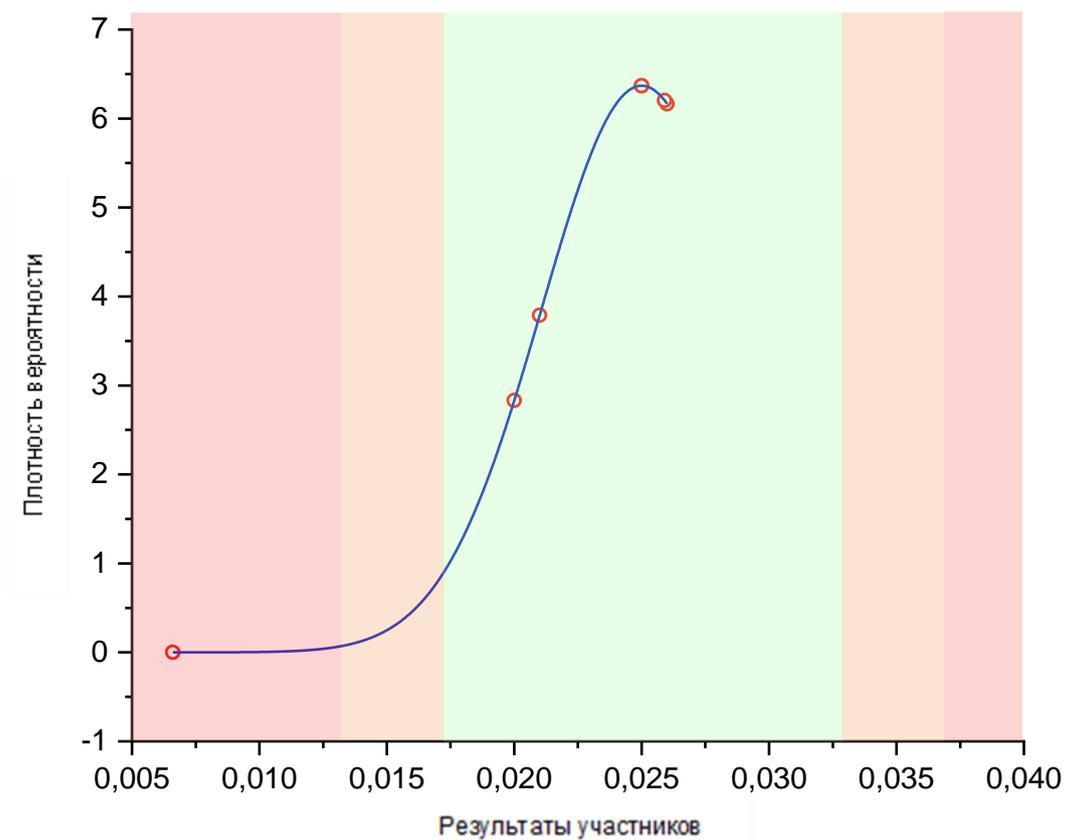


Рис. 29 Нормальность распределения результатов по показателю «Массовая доля воды»

16. Показатель «Концентрация фактических смол»

Табл. 23 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Концентрация фактических смол».

Шифр лаборатории	Методика испытания	Результат, мг/100 см ³	Z-индекс	Комментарий
56	ГОСТ 1567 (ИСО 6246)	10	0,000	удовлетворительно
65	ГОСТ 8489	12	0,800	удовлетворительно

Нормальное распределение	Подтверждено
Число лабораторий	2
Аттестованное значение	10,00
Абсолютная погрешность	2,5
Предел воспроизводимости	-
Стандартное отклонение для оценки квалификации (ГОСТ 8489)	-
Предел воспроизводимости (ГОСТ 8489)	-

ДТ06-21-2 - Концентрация фактических смол (топливо)

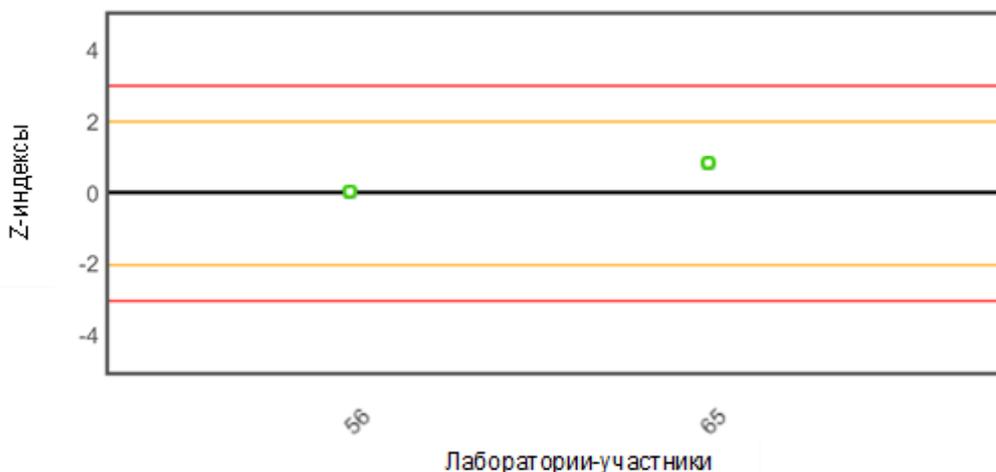


Рис. 30 Распределение z-индексов для показателя «Концентрация фактических смол»