

УТВЕРЖДАЮ  
Генеральный директор

*В.А. Маловецкий*

«\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2022 г.

# Отчет по раунду «Масло моторное-1»

Шифр отчета: ММ-22-1 (дополнение 1)  
№ программы: ПР-ПК-007  
№ раунда: 1

Период  
проведения ПК: 22.08.2022 – 05.12.2022

**Составил:**  
Координатор программы ПК

\_\_\_\_\_ *Ю.Б. Моргалюк*

**Проверил:**  
Начальник ООПК

\_\_\_\_\_ *Н.С. Афанасьев*

Санкт-Петербург  
2022 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 .....	4
2.3. Конфиденциальность .....	5
3. ОБРАЗЦЫ ДЛЯ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ .....	5
3.1. Оценка однородности образцов.....	5
3.2. Оценка стабильности образцов.....	5
3.3. Дополнительная информация .....	5
4. ПРЕДСТАВЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ .....	5
4.1. Статистическая обработка.....	6
4.2. Графическое представление результатов .....	6
4.3. Критерии для оценивания характеристик функционирования.....	6
5. ОЦЕНКА РЕЗУЛЬТАТОВ.....	7
5.1. Сводная оценка результатов раунда .....	7
5.2. Оценка общего количества полученных результатов .....	8
5.3. Сравнение результатов участников прошлых раундов .....	8
5.4. Результаты статистической обработки данных участников .....	9

## 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:	Моргальюк Ю.Б.
Контактный телефон координатора:	+7 (812) 655-09-19 доб. 102
Электронная почта координатора:	<u><a href="mailto:morgalyukub@gso.ru">morgalyukub@gso.ru</a></u>

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 «Масло моторное-1». В раунде ПК приняли участие 3 лаборатории 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 17043-2013	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
ТР ТС 030/2012	О требованиях к смазочным материалам, маслам и специальным жидкостям

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Требования к аккредитации испытательных и калибровочных лабораторий
РК-ПК-001	Руководство по качеству провайдера проверок квалификации
ПР-ПК-007	Программа проверки квалификации «Масло моторное»

## 2. ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ

### 2.1. Образцы для проверки квалификации

Для проведения испытаний по раунду «Масло моторное-1» в ООО «СпектроХим» были подготовлены образцы для проверки квалификации:

- образец ПК ММ05-22-1 (кинематическая вязкость при минус 18 °С) представляет собой стандартный образец утвержденного типа ГСО 9494-2009, расфасован в 2 флакона из темного стекла вместимостью 0,1 дм<sup>3</sup>;
- образец ПК ММ09-22-1 (зольность сульфатная) представляет собой стандартный образец утвержденного типа ГСО 9494-2009, расфасован в 2 флакона из темного стекла вместимостью 30 см<sup>3</sup>.

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 «Масло моторное – 1»

Раунд	Даты	Прием заявок до	Отгрузка ОПК участнику, с	Предоставление результатов исп. ОПК участником, до	Предоставление заключений участнику, до
Масло моторное – 1	22.08 – 05.12	05.08	15.10	18.11	05.12

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 определения образца «Масло моторное – 1»

Шифр ОПК	Определяемый показатель	Нормативный документ	Единицы измерения
ММ05-22-1	Кинематическая вязкость при минус 18°С	ГОСТ 33, ASTM D 445	мм <sup>2</sup> /с
ММ09-22-1	Зольность сульфатная	ГОСТ 12417, ASTM D 874	%

### 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

Оценка однородности образцов для проверки квалификации произведена на этапе разработки стандартных образцов утвержденного типа, используемых в раунде проверки квалификации.

### 3.2. Оценка стабильности образцов

Оценка стабильности образцов для проверки квалификации произведена на этапе разработки стандартных образцов утвержденного типа, используемых в раунде проверки квалификации.

### 3.3. Дополнительная информация

Участникам было рекомендовано обращаться с ОПК как с обычной пробой. После выполнения испытаний участники предоставляли результаты испытаний по форме лаборатории-участника или по форме инструкции по подготовке и применению образца для проверки квалификации 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

3 участника предоставили результаты до 18.11.2022 г. Количество предоставленных результатов по показателям отражено в Табл. 3. Результаты, направленные участниками, содержатся и оценены в п. 5.4 настоящего отчета. Лаборатории-участники указаны под своими индивидуальными номерами.

Табл. 3 Количество предоставленных участниками результатов проверки квалификации

Шифр ОПК	Определяемый показатель	Количество заявившихся участников на определение показателя	Количество предоставленных результатов
ММ05-22-1	Кинематическая вязкость при минус 18°С	1	1
ММ09-22-1	Зольность сульфатная	3	3

#### 4.1. Статистическая обработка

При направлении участнику стандартного образца с известной концентрацией в соответствии с ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015) за приписанное значение образца применяется аттестованное значение. В раунде «Масло моторное-1» данный способ оценки применялся по всем показателям.

В случае использования для испытаний образца одной методики всеми лабораториями-участниками стандартное отклонение рассчитывается (если это возможно) на основе воспроизводимости методики.

#### 4.2. Графическое представление результатов

В отчете результаты представлены следующими графиком:

- График распределения результатов между участниками;

#### 4.3. Критерии для оценивания характеристик функционирования

Для оценки квалификации лабораторий ООО «СпектроХим» рассчитывает:

- z-индекс

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

$x_i$  – результат одной лаборатории;

$x_{pt}$  – приписанное значение;

$\sigma_{pt}$  – стандартное отклонение для оценки квалификации по результатам участников или стандартное отклонение для оценки квалификации на основе прецизионности используемого метода.

- $z'$ -индекс

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

$x_i$  – результат одной лаборатории;

$x_{pt}$  – приписанное значение;

$\sigma_{pt}$  – стандартное отклонение для оценки квалификации по результатам участников или стандартное отклонение для оценки квалификации на основе прецизионности используемого метода.

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

При отсутствии данных расчет неопределенности приписанного значения производится по формуле (расчет неопределенности по типу A):

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

$x_i$  – результат одной лаборатории;

$X_{pt}$  – приписанное значение;

$n$  – количество результатов участников.

- $z'$ -индекс

$$z'_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + S_s^2}}, \text{ где} \quad (5)$$

$x_i$  – результат одной лаборатории;

$X_{pt}$  – приписанное значение;

$\sigma_{pt}$  – стандартное отклонение для оценки квалификации по результатам участников или стандартное отклонение для оценки квалификации на основе прецизионности используемого метода.

$S_s$  – оценка стандартного отклонения изменчивости между образцами.

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. 4).

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

**Табл. 4** Сводная оценка результатов раунда «Масло моторное-1»

Определяемый показатель	Оценка результатов
<b>Кинематическая вязкость при минус 18°C</b>	Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет с использованием аттестованного значения стандартного образца и стандартного отклонения для проверки квалификации на основе прецизионности используемого метода.
<b>Зольность сульфатная</b>	Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет с использованием аттестованного значения стандартного образца и стандартного отклонения для проверки квалификации на основе прецизионности используемого метода. При расчете $z'$ -индекса учтена неопределенность приписанного значения.

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 ошибочность 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. 5.

На основании предоставленных результатов проведено сравнение между воспроизводимостью, заявленной методикой испытаний (где возможно), и воспроизводимостью, найденной для группы участвующих лабораторий. Количество результатов испытаний, приписанное значение, неопределенность приписанного значения, рассчитанная воспроизводимость ( $2,77 \times$ станд. отклон.) и воспроизводимость ( $R_{lit}$ ) метода испытаний, представлены в Табл. 5 и в п. 5.4 настоящего отчета.

Табл. 5 Общие данные участников по показателям

Определяемый показатель	Единицы измерения	Количество участников	Приписанное значение	Стандартная неопределенность приписанного значения	Стандартное отклонение	2,77×станд. отклон.	$R_{lit}$
Кинематическая вязкость при минус 18°C	мм <sup>2</sup> /с	1	5463	10,93	37,47	104 (1,9%)	1,9%
Зольность сульфатная	%	3	0,82	0,029	0,058	0,161	0,161

## 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 «Масло моторное» (Табл. 6).

Табл. 6 Сравнительные данные по проведенным раундам

Раунд	Период проведения раунда	Количество участников	Количество результатов	Количество выбросов	% выбросов от общего количества результатов
1	23.04.2021 – 16.07.2021	7	10	0	0
2	22.08.2022 – 05.12.2022	3	4	0	0



## 5.4. Результаты статистической обработки данных участников

### 1. Показатель «Кинематическая вязкость при минус 18 °С»

Табл. 7 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Кинематическая вязкость при минус 18 °С».

Шифр лаборатории	Нормативный документ	Результат, мм <sup>2</sup> /с	Тест Диксона (выброс +/-)	Z-индекс	Интерпретация индекса
35	ГОСТ 33	5548	-	2,3	сомнительно
Нормальное распределение		Оценка не проводилась			
Количество результатов		1			
Аттестованное значение		5463			
Стандартное отклонение (ГОСТ 33-2016)		37,47			
Относительная стандартная неопределенность		10,93			

### 2. Показатель «Зольность сульфатная»

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

Шифр лаборатории	Нормативный документ	Результат, %	Тест Диксона (выброс +/-)	Z'-индекс	Интерпретация индекса
25	ГОСТ 12417	0,946	-	2,0	удовлетворительно
35	ГОСТ 12417	0,78	-	-0,6	удовлетворительно
94	ГОСТ 12417-94	0,81	-	-0,2	удовлетворительно
Нормальное распределение		Подтверждено			
Количество результатов		3			
Аттестованное значение		0,82			
Стандартное отклонение (ГОСТ 12417-94)		0,058			
Относительная стандартная неопределенность		0,029			

ММ09-22-1 - Зольность сульфатная

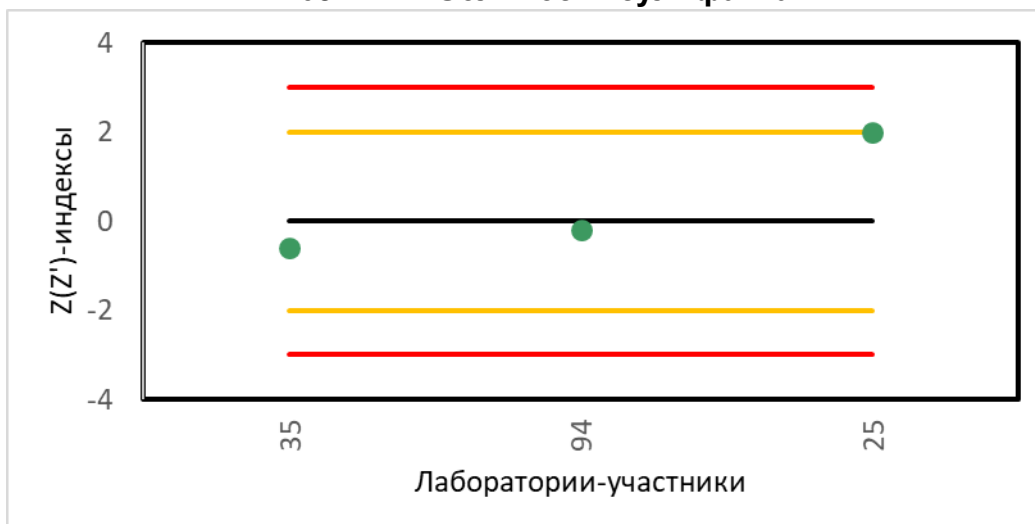


Рис. 1 Распределение z'-индексов для показателя «Зольность сульфатная»