

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
В.А. Маловецкий

«_____» _____ 2022 г.

Отчет по раунду «Масло трансформаторное-1»

Шифр отчета: МТ-22-1
№ программы: ПР-ПК-010
№ раунда: 1

Период
проведения ПК: 22.08.2022 – 28.10.2022

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	5
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	6
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	8
5.2. Оценка общего количества полученных результатов	9
5.3. Сравнение результатов участников прошлых раундов	9
5.4. Результаты статистической обработки данных участников	10

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:	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 «Масло трансформаторное-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
ГОСТ 982-80	Масла трансформаторные. Технические условия

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Требования к аккредитации испытательных и калибровочных лабораторий
РК-ПК-001	Руководство по качеству провайдера проверок квалификации
ПР-ПК-010	Программа проверки квалификации «Масло трансформаторное»

2. ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ

2.1. Образцы для проверки квалификации

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

- образец ПК МТ03-22-1 (массовая доля ионола) представляет собой стандартный образец утвержденного типа ГСО 10203-2013 и расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 25 см³;
- образец ПК МТ04-22-1 (массовая доля механических примесей) представляет собой стандартный образец утвержденного типа ГСО 11755-2021 и расфасован в 2 полимерных флакона вместимостью 0,1 дм³;
- образец ПК МТ05-22-1 (кислотное число) представляет собой стандартный образец утвержденного типа ГСО 11706-2021 и расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 0,1 дм³;
- образец ПК МТ06-22-1 (кинематическая вязкость при 50 °С) представляет собой стандартный образец утвержденного типа ГСО 11718-2021 и расфасован в 2 флакона из темного стекла вместимостью 0,1 дм³;
- образец ПК МТ07-22-1 (температура вспышки в закрытом тигле) представляет собой стандартный образец утвержденного типа ГСО 11727-2021 и расфасован в 2 флакона из темного стекла вместимостью 0,1 дм³;
- образец ПК МТ08-22-1 (плотность при 20 °С) представляет собой стандартный образец утвержденного типа ГСО 11865-2021 и расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 1,0 дм³;
- образец ПК МТ10-22-1 (тангенс угла диэлектрических потерь при 90°С) представляет собой стандартный образец утвержденного типа ГСО 8571-2004 и расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 0,1 дм³.

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 трансформаторное – 1»

Раунд	Даты	Прием заявок до	Отгрузка ОПК участнику, с	Предоставление результатов исп. ОПК участником, до	Предоставление заключений участнику, до
Масло трансформаторное – 1	22.08 – 28.10	05.08	22.08	14.10	28.10

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 трансформаторное – 1»

<i>Шифр ОПК</i>	<i>Определяемый показатель</i>	<i>Нормативный документ</i>	<i>Единицы измерения</i>
<i>МТ03-22-1</i>	<i>Массовая доля ионола (агидола-1)</i>	<i>МКХА КН-01-12</i>	<i>%</i>
<i>МТ04-22-1</i>	<i>Массовая доля механических примесей</i>	<i>ГОСТ 6370</i>	<i>%</i>
<i>МТ05-22-1</i>	<i>Кислотное число</i>	<i>ГОСТ 5985, ГОСТ 32327, ASTM D 664</i>	<i>мгКОН/г</i>
<i>МТ06-22-1</i>	<i>Кинематическая вязкость при 50 °С</i>	<i>ГОСТ 33, ASTM D 7042</i>	<i>мм²/с</i>
<i>МТ07-22-1</i>	<i>Температура вспышки в закрытом тигле</i>	<i>ГОСТ 6356</i>	<i>°С</i>
<i>МТ08-22-1</i>	<i>Плотность при 20 °С</i>	<i>ГОСТ 3900, ASTM D 1298</i>	<i>г/см³</i>
<i>МТ010-22-1</i>	<i>Тангенс угла диэлектрических потерь при 90 °С</i>	<i>ГОСТ 6581</i>	<i>%</i>

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 14.10.2022 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
МТ03-22-1	Массовая доля ионола (агидола-1)	3	3
МТ04-22-1	Массовая доля механических примесей	1	0
МТ05-22-1	Кислотное число	2	1
МТ06-22-1	Кинематическая вязкость при 50 °С	1	1
МТ07-22-1	Температура вспышки в закрытом тигле	2	2
МТ08-22-1	Плотность при 20 °С	2	1
МТ010-22-1	Тангенс угла диэлектрических потерь при 90 °С	2	2

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 трансформаторное-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;

σ_{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;

σ_{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;

σ_{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:

$|z(z')| \leq 2,000$ – результат удовлетворительный и не требующий выполнения действий;

$2,000 < |z(z')| < 3,000$ – сомнительный результат, требующий предупреждающих действий;

$|z(z')| \geq 3,000$ – 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 трансформаторное-1»

Определяемый показатель	Оценка результатов
Массовая доля ионола (агидола-1)	Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет с использованием аттестованного значения стандартного образца и стандартного отклонения для проверки квалификации по модели Хорвица. При расчете z'-индекса учтена стандартная неопределенность приписанного значения.
Кислотное число	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.
Кинематическая вязкость при 50 °С	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 стандартная неопределенность приписанного значения.
Температура вспышки в закрытом тигле	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 стандартная неопределенность приписанного значения.
Плотность при 20 °С	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 стандартная неопределенность приписанного значения.
Тангенс угла диэлектрических потерь при 90 °С	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 характеристик погрешности используемого измерительного оборудования. При расчете z'-индекса учтена стандартная 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}
Массовая доля ионола (агидола-1)	%	1	0,100	0,003	0,0028	0,0078	-
Массовая доля ионола (агидола-1)	%	1	0,200	0,006	0,0045	0,0125	-
Массовая доля ионола (агидола-1)	%	1	0,400	0,012	0,0063	0,0175	-
Кислотное число	мгКОН/г	1	0,051	0,0023	0,0361	0,1	0,1
Кинематическая вязкость при 50 °С	мм ² /с	1	29,71	0,052	0,082	0,227 (0,76%)	0,76%
Температура вспышки в закрытом тигле	°С	2	136	3,5	2,9	8	8
Плотность при 20 °С	г/см ³	1	0,8738	0,00005	0,00043	0,0012	0,0012
Тангенс угла диэлектрических потерь при 90 °С	%	2	0,20	0,010	0,015	0,042	-

5.3. Сравнение результатов участников прошлых раундов

Данные предыдущих раундов отсутствуют.

5.4. Результаты статистической обработки данных участников

1. Показатель «Массовая доля ионола (агидола-1)»

Табл. 6 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Массовая доля ионола (агидола-1)».

Шифр лаборатории	Нормативный документ	Результат, %	Тест Диксона (выброс +/-)	Z'-индекс	Интерпретация индекса
141	РД 34.43.105-89	0,15	-	12,127	неудовлетворительно
	Нормальное распределение	Оценка не проводилась			
	Количество результатов	1			
	Аттестованное значение	0,100			
	Стандартное отклонение (модель Хорвица)	0,0028			
	Относительная стандартная неопределенность	0,003			

2. Показатель «Массовая доля ионола (агидола-1)»

Табл. 7 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Массовая доля ионола (агидола-1)».

Шифр лаборатории	Нормативный документ	Результат, %	Тест Диксона (выброс +/-)	Z'-индекс	Интерпретация индекса
33	МКХА КН-01-12 (часть 2) ФР.1.31.2015.21310	0,201	-	0,134	удовлетворительно
	Нормальное распределение	Оценка не проводилась			
	Количество результатов	1			
	Аттестованное значение	0,200			
	Стандартное отклонение (модель Хорвица)	0,0045			
	Относительная стандартная неопределенность	0,006			

3. Показатель «Массовая доля ионола (агидола-1)»

Табл. 8 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Массовая доля ионола (агидола-1)».

Шифр лаборатории	Нормативный документ	Результат, %	Тест Диксона (выброс +/-)	Z'-индекс	Интерпретация индекса
93	МКХА КН-01-12	0,389	-	-0,811	удовлетворительно
	Нормальное распределение	Оценка не проводилась			
	Количество результатов	1			
	Аттестованное значение	0,400			
	Стандартное отклонение (модель Хорвица)	0,0063			
	Относительная стандартная неопределенность	0,012			

4. Показатель «Кислотное число»

Табл. 9 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Кислотное число».

Шифр лаборатории	Нормативный документ	Результат, мг КОН/1 г	Тест Диксона (выброс +/-)	Z'-индекс	Интерпретация индекса
141	ГОСТ 5985-79	0,05	-	-0,028	удовлетворительно
	Нормальное распределение	Оценка не проводилась			
	Количество результатов	1			
	Аттестованное значение	0,051			
	Стандартное отклонение (ГОСТ 5985-79)	0,0361			
	Относительная стандартная неопределенность	0,0023			

5. Показатель «Кинематическая вязкость при 50 °С»

Табл. 10 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Кинематическая вязкость при 50 °С».

Шифр лаборатории	Нормативный документ	Результат, мм ² /с	Тест Диксона (выброс +/-)	Z'-индекс	Интерпретация индекса
93	ГОСТ 33	29,682	-	-0,290	удовлетворительно
Нормальное распределение		Оценка не проводилась			
Количество результатов		1			
Аттестованное значение		29,71			
Стандартное отклонение (ГОСТ 33-2016)		0,082			
Относительная стандартная неопределенность		0,052			

6. Показатель «Температура вспышки в закрытом тигле»

Табл. 11 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Температура вспышки в закрытом тигле».

Шифр лаборатории	Нормативный документ	Результат, °С	Тест Диксона (выброс +/-)	Z'-индекс	Интерпретация индекса
93	ГОСТ 6356	136,0	-	0,000	удовлетворительно
141	ГОСТ 6356-75	127,5	-	-1,873	удовлетворительно
Нормальное распределение		Оценка не проводилась			
Количество результатов		2			
Аттестованное значение		136			
Стандартное отклонение (ГОСТ 6356-75)		2,9			
Абсолютная стандартная неопределенность		3,5			

МТ07-22-1 - Температура вспышки в закрытом тигле

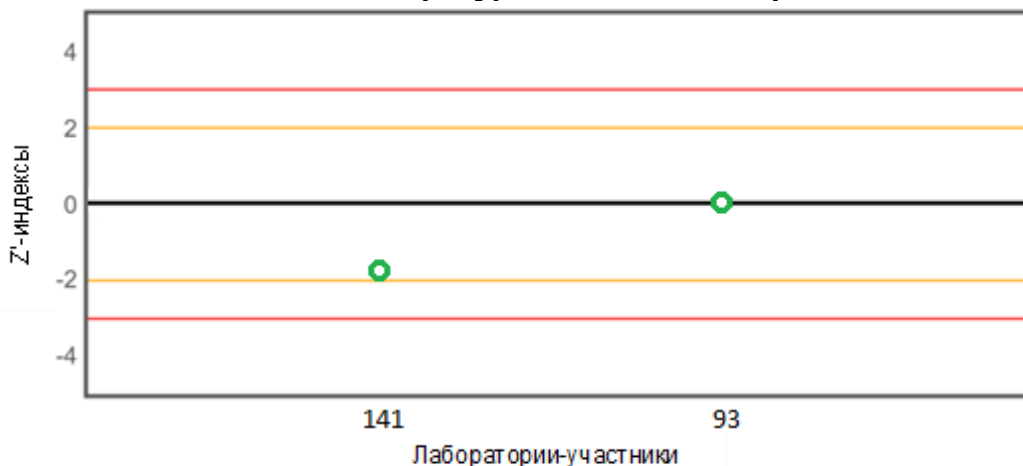


Рис. 1 Распределение z'-индексов для показателя «Температура вспышки в закрытом тигле»

7. Показатель «Плотность при 20 °С»

Табл. 12 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Плотность при 20 °С».

Шифр лаборатории	Нормативный документ	Результат, г/см ³	Тест Диксона (выброс +/-)	Z-индекс	Интерпретация индекса
141	ГОСТ 3900-85	0,8746	-	1,848	удовлетворительно
Нормальное распределение		Оценка не проводилась			
Количество результатов		1			
Аттестованное значение		0,8738			
Стандартное отклонение (ГОСТ 3900-85)		0,00043			
Абсолютная стандартная неопределенность		0,00005			

8. Показатель «Тангенс угла диэлектрических потерь при 90°С»

Табл. 13 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Тангенс угла диэлектрических потерь при 90°С».

Шифр лаборатории	Нормативный документ	Результат, %	Тест Диксона (выброс +/-)	Z'-индекс	Интерпретация индекса
33	ГОСТ 6581-75 (метод 2)	0,245	-	2,473	сомнительно
141	ГОСТ 6581-75	0,39	-	10,443	неудовлетворительно
Нормальное распределение		Оценка не проводилась			
Количество результатов		2			
Аттестованное значение		0,20			
Стандартное отклонение		0,0152			
Относительная стандартная неопределенность		0,01			

MT10-22-1 - Тангенс угла диэлектрических потерь при 90°С

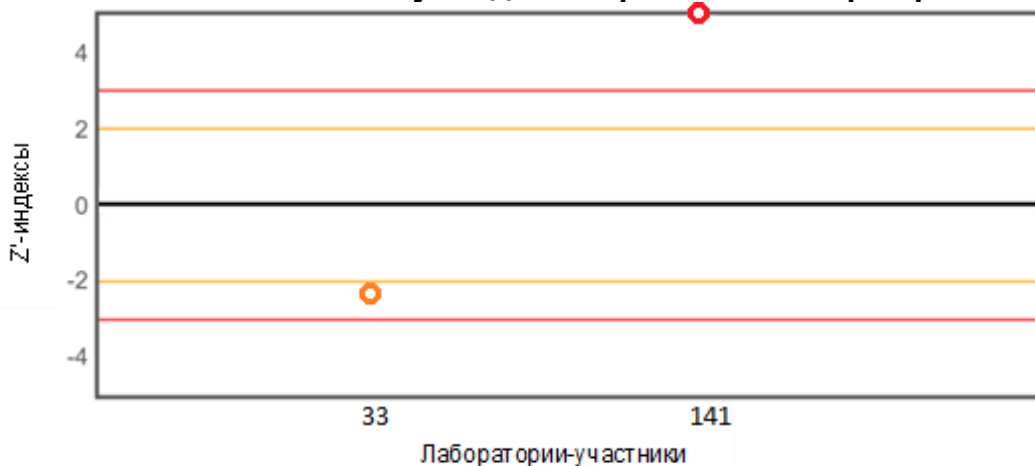


Рис. 2 Распределение z'-индексов для показателя «Тангенс угла диэлектрических потерь при 90°С»