

УТВЕРЖДАЮ  
Генеральный директор  
*В.А. Маловецкий*

«\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2022 г.

# Отчет по раунду «Масло турбинное-1»

Шифр отчета: Т-22-1  
№ программы: ПР-ПК-008  
№ 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 .....	7
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:	<a href="http://www.gso.ru">www.gso.ru</a>
Электронная почта:	<a href="mailto:msi@gso.ru">msi@gso.ru</a>
Координатор программы ПК:	Моргалюк Ю.Б.
Контактный телефон координатора:	+7 (812) 655-09-19 доб. 102
Электронная почта координатора:	<a href="mailto:morgalyukub@gso.ru">morgalyukub@gso.ru</a>

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 турбинное-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 32-74	Масла турбинные. 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-008	Программа проверки квалификации «Масло турбинное»

## 2. ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ

### 2.1. Образцы для проверки квалификации

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

- образец ПК Т03-22-1 (кислотное число) представляет собой стандартный образец утвержденного типа ГСО 11706-2021, расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 0,1 дм<sup>3</sup>;
- образец ПК Т04-22-1 (массовая доля воды) представляет собой стандартный образец утвержденного типа ГСО 11715-2021, расфасован в 2 флакона из темного стекла вместимостью 0,1 дм<sup>3</sup>;
- образец ПК Т08-22-1 (плотность при 20°С) представляет собой стандартный образец утвержденного типа ГСО 11865-2021, расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 1 дм<sup>3</sup>;
- образец ПК Т09-22-1 (температура вспышки в открытом тигле) представляет собой стандартный образец утвержденного типа ГСО 11676-2021, расфасован в 2 флакона из темного стекла вместимостью 0,1 дм<sup>3</sup>;
- образец ПК Т10-22-1 (кинематическая вязкость при 50 °С) представляет собой стандартный образец утвержденного типа ГСО 11718-2021, расфасован в 2 флакона из темного стекла вместимостью 0,1 дм<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 турбинное – 1»

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

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

Табл. 2 Характеристика ОПК, определяемые показатели, рекомендованные НД на метод испытания образца «Масло турбинное – 1»

Шифр ОПК	Определяемый показатель	Нормативный документ	Единицы измерения
Т03-22-1	Кислотное число	ГОСТ 5985,	мгКОН/г

		ГОСТ 11362, ASTM D 974, ASTM D 664	
<b>T04-22-1</b>	<i>Массовая доля воды</i>	ГОСТ 2477, ГОСТ 7822	%
<b>T08-22-1</b>	<i>Плотность при 20°C</i>	ГОСТ 3900, ASTM D 1298, ASTM D 4052	г/см <sup>3</sup>
<b>T09-22-1</b>	<i>Температура вспышки в открытом тигле</i>	ГОСТ 4333, ASTM D 92	°C
<b>T10-22-1</b>	<i>Кинематическая вязкость при 50°C</i>	ГОСТ 33, ГОСТ 33768, ASTM D 7042	мм <sup>2</sup> /с

## 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
T03-22-1	Кислотное число	2	2
T04-22-1	Массовая доля воды	1	1
T08-22-1	Плотность при 20°C	2	2
T09-22-1	Температура вспышки в открытом тигле	3	3
T10-22-1	Кинематическая вязкость при 50°C	2	1

### 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 турбинное-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:

$|z(z')| \leq 2,000$  – 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 турбинное-1»

<b>Определяемый показатель</b>	<b>Оценка результатов</b>
<b>Кислотное число</b>	<i>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.</i>
<b>Массовая доля воды</b>	<i>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.</i>
<b>Плотность при 20°C</b>	<i>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.</i>
<b>Температура вспышки в открытом тигле</b>	<i>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.</i>
<b>Кинематическая вязкость при 50°C</b>	<i>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.</i>

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 ( $2,77 \times \text{станд. отклон.}$ ) 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	$2,77 \times \text{станд. отклон.}$	$R_{lit}$
Кислотное число	мгКОН/г	2	0,051	0,0023	0,0361	0,1	0,1
Массовая доля воды	%	1	0,80	0,008	0,072	0,2	0,2
Плотность при 20°C	г/см <sup>3</sup>	2	0,8738	0,00005	0,00043	0,0012	0,0012
Температура вспышки в открытом тигле	°С	3	242	4,0	6,5	18	18
Кинематическая вязкость при 50°C	мм <sup>2</sup> /с	1	29,71	0,052	0,070	0,194 (0,65%)	0,65%

## 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 турбинное» (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	07.05.2021 – 30.07.2021	8	49	3	6,1
2	22.08.2022 – 28.10.2022	3	9	0	0

## 5.4. Результаты статистической обработки данных участников

### 1. Показатель «Кислотное число»

Табл. 7 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Кислотное число».

Шифр лаборатории	Нормативный документ	Результат, мг КОН/г	Тест Диксона (выброс +/-)	Z-индекс	Интерпретация индекса
93	ГОСТ 5985	0,040	-	-0,305	удовлетворительно
137	ГОСТ 5985-79	0,035	-	-0,443	удовлетворительно
Нормальное распределение		<b>Оценка не проводилась</b>			
Количество результатов		<b>2</b>			
Аттестованное значение		<b>0,051</b>			
Стандартное отклонение (ГОСТ 5985-79)		<b>0,0361</b>			
Относительная стандартная неопределенность		<b>0,0023</b>			

Т03-22-1 - Кислотное число



Рис. 1 Распределение z-индексов для показателя «Кислотное число»

### 2. Показатель «Массовая доля воды»

Табл. 8 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Массовая доля воды».

Шифр лаборатории	Нормативный документ	Результат, %	Тест Диксона (выброс +/-)	Z-индекс	Интерпретация индекса
93	ГОСТ 2477	0,90	-	1,385	удовлетворительно
Нормальное распределение		<b>Оценка не проводилась</b>			
Количество результатов		<b>1</b>			
Аттестованное значение		<b>0,8</b>			
Стандартное отклонение (ГОСТ 2477-2014)		<b>0,072</b>			
Относительная стандартная неопределенность		<b>0,008</b>			

3. Показатель «Плотность при 20°C»

Табл. 9 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Плотность при 20°C».

Шифр лаборатории	Нормативный документ	Результат, г/см <sup>3</sup>	Тест Диксона (выброс +/-)	Z-индекс	Интерпретация индекса
93	ГОСТ 3900-85	0,8741	-	0,693	удовлетворительно
103	ГОСТ 3900-85	0,8729	-	-2,079	сомнительно
Нормальное распределение		<b>Оценка не проводилась</b>			
Количество результатов		<b>2</b>			
Аттестованное значение		<b>0,8738</b>			
Стандартное отклонение (ГОСТ 3900-85)		<b>0,00043</b>			
Абсолютная стандартная неопределенность		<b>0,00005</b>			

T08-22-1 - Плотность при 20°C

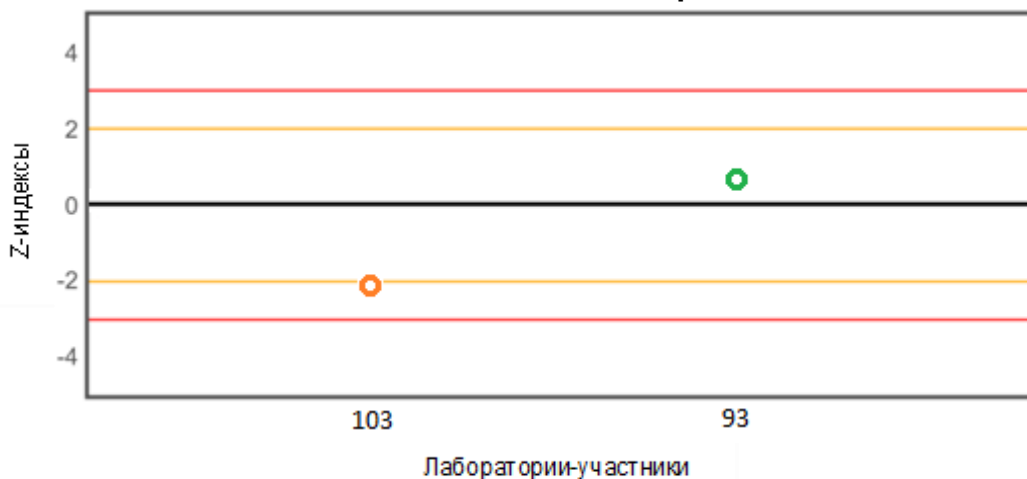


Рис. 2 Распределение z-индексов для показателя «Плотность при 20°C»

4. Показатель «Температура вспышки в открытом тигле»

Табл. 10 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Температура вспышки в открытом тигле».

Шифр лаборатории	Нормативный документ	Результат, °С	Тест Диксона (выброс +/-)	Z'-индекс	Интерпретация индекса
93	ГОСТ 4333	223	-	-2,490	сомнительно
103	ГОСТ 4333	245,7	-	0,485	удовлетворительно
137	ГОСТ 4333-2014	238,0	-	-0,542	удовлетворительно
Нормальное распределение		<b>Оценка не проводилась</b>			
Количество результатов		<b>3</b>			
Аттестованное значение		<b>242</b>			
Стандартное отклонение (ГОСТ 4333-2021)		<b>6,5</b>			
Абсолютная стандартная неопределенность		<b>4,0</b>			

T09-22-1 - Температура вспышки в открытом тигле

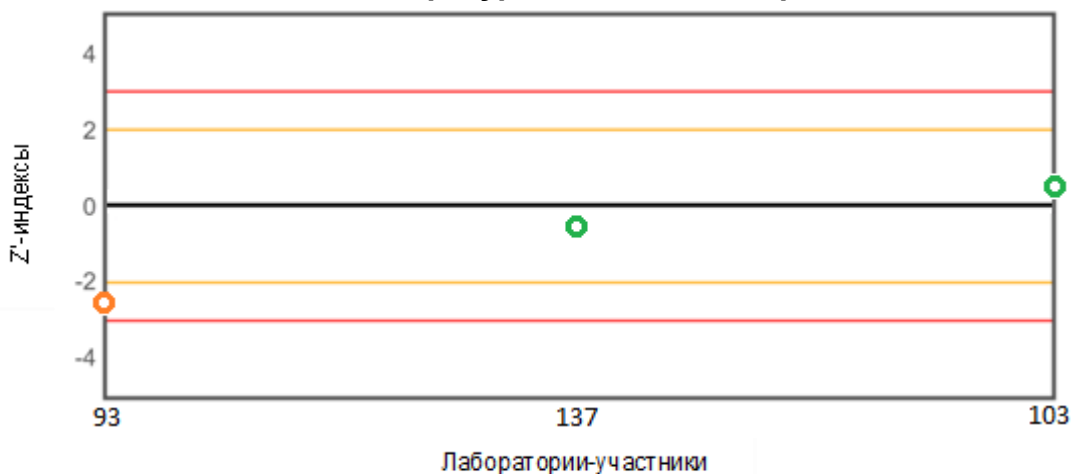


Рис. 3 Распределение z'-индексов для показателя «Температура вспышки в открытом тигле»

**5. Показатель «Кинематическая вязкость при 50 °С»**

**Табл. 11** Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Кинематическая вязкость при 50 °С».

<i>Шифр лаборатории</i>	<i>Нормативный документ</i>	<i>Результат, мм<sup>2</sup>/с</i>	<i>Тест Диксона (выброс +/-)</i>	<i>Z'-индекс</i>	<i>Интерпретация индекса</i>
<b>137</b>	<b>ГОСТ 33</b>	<b>29,848</b>	<b>-</b>	<b>1,583</b>	<b>удовлетворительно</b>
Нормальное распределение		<b>Оценка не проводилась</b>			
Количество результатов		<b>1</b>			
Аттестованное значение		<b>29,71</b>			
Стандартное отклонение (ГОСТ 33-2016)		<b>0,070</b>			
Относительная стандартная неопределенность		<b>0,052</b>			