

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
В.А. Маловецкий

« ____ » _____ 2022 г.

Отчет по раунду «Масло турбинное-1»

Шифр отчета: Т-22-1(дополнение 1)
№ программы: ПР-ПК-008
№ раунда: 1

Период
проведения ПК: 19.10.2022 – 20.12.2022

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	6
4.1. Статистическая обработка.....	6
4.2. Графическое представление результатов	7
4.3. Критерии для оценивания характеристик функционирования.....	7
5. ОЦЕНКА РЕЗУЛЬТАТОВ.....	8
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:	Моргалюк 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 моторное-1». В раунде ПК приняли участие 7 участников 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 Т02-22-1 (зольность) представляет собой специально подготовленное турбинное масло с добавкой, повышающей зольность, расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 0,1 дм³;
- образец ПК Т04-22-1 (массовая доля воды) представляет собой стандартный образец утвержденного типа ГСО 11715-2021, расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 0,1 дм³, для проведения испытаний направляется 2 флакона.

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	Период проведения	Прием заявок до	Отгрузка ОПК участнику, с	Предоставление результатов исп. ОПК участником, до	Предоставление заключений участнику, до
Масло турбинное – 1	19.10-20.12	05.08	19.10	01.12	20.12

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 турбинное-1»

Шифр ОПК	Определяемый показатель	Нормативный документ	Единицы измерения
Т02-22-1	Зольность	ГОСТ 1461, ASTM D 482, ASTM D 874	%
Т04-22-1	Массовая доля воды (метод перегонки)	ГОСТ 2477, ГОСТ 7822	%

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 ООО «СпектроХим» подготовлены и упакованы партии из необходимого количества образцов для проверки квалификации. Из каждой партии случайным образом отобраны не менее 10 ОПК и направлены на испытания.

- Испытания образцов для оценки однородности по показателю – зольность, выполнены в лабораториях ООО «ПетроХимТест», ООО «Северо-Западный Центр Экспертиз», ФБУ «УРАЛТЕСТ», ФБУ «Тест-С.-Петербург» аккредитованных в Национальной системе аккредитации на соответствие требованиям ГОСТ ISO/IEC 17025-2019.

Проверка однородности ГСО проведена в соответствии с Программой испытаний стандартных образцов нефтепродуктов серийного производства.

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 50779.60-2017 и внутренними правилами провайдера.

Проверка стабильности ГСО проведена в соответствии с Программой испытаний стандартных образцов нефтепродуктов серийного производства.

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 численное значение результата испытаний, 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 измерений должны быть представлены в единицах величин, допущенных к применению в Российской Федерации в соответствии с требованиями Постановления

Правительства РФ от 31 октября 2009 г. N 879 "Об утверждении Положения о единицах величин, допускаемых к применению в Российской Федерации" (с изменениями и дополнениями).

4. ПРЕДСТАВЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ

7 участников предоставили результаты до 01.12.2022 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

<i>Шифр ОПК</i>	<i>Определяемый показатель</i>	<i>Количество заявившихся участников на определение показателя</i>	<i>Количество предоставленных результатов</i>
<i>T02-22-1</i>	<i>Зольность</i>	<i>7</i>	<i>7</i>
<i>T04-22-1</i>	<i>Массовая доля воды</i>	<i>7</i>	<i>7</i>

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. Проведена визуальная оценка результатов для определения типа их 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.
3. На следующем этапе была проведена проверка подозрительно выделяющихся результатов измерений в соответствии с тестом Диксона.
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:

от 6 до 12 – расчет приписанного значения на основе среднего арифметического по результатам выполнения измерений участниками. В раунде «Масло турбинное-1» данный способ оценки применен к результатам по показателю – зольность.

При направлении участнику стандартного образца с известной концентрацией за приписанное значение образца применяется аттестованное значение. В раунде «Масло турбинное-1» данный способ оценки применялся по показателю – массовая доля воды.

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

$$z_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}, \text{ где} \quad (1)$$

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

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

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.

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

При отсутствии $u_A(x_{pt})$ неопределенность рассчитывается по формуле (расчет неопределенности по типу A):

$$u_A(x_{pt}) = \sqrt{\frac{\sum(x_i - x_{pt})^2}{n(n-1)}}, \text{ где} \quad (3)$$

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. 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»

Определяемый показатель	Оценка результатов
Зольность	<i>Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет среднего арифметического по результатам участников и стандартного отклонения для проверки квалификации на основе прецизионности используемого метода. При расчете z'-индекса учтена неопределенность приписанного значения.</i>
Массовая доля воды	<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>

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 значению, неопределенность приписанного значения, $2,77 \times$ стандартное отклонение (расчётный предел воспроизводимости) и предел воспроизводимости (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	Неопределенность приписанного значения*	Стандартное отклонение	$2,77 \times$ станд. отклон.	R_{lit}
Зольность	%	7	0,2154	0,0029	0,0087	0,024	0,024
Массовая доля воды	%	7	0,80	0,008	0,0722	0,2	0,2

* тип используемой неопределенности указан в п. 5.4

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-1» (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
3	19.10.2022 – 20.12.2022	7	14	0	0

5.4. Результаты статистической обработки данных участников

1. Показатель «Зольность»

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

Шифр лаборатории	Нормативный документ	Результат, %	Тест Диксона (выброс +/-)	Z'-индекс	Интерпретация индекса
157	ГОСТ 1461-75	0,224	-	0,9	удовлетворительно
158	ГОСТ 1461-75	0,209	-	-0,7	удовлетворительно
159	ГОСТ 1461-75	0,216	-	0,1	удовлетворительно
160	ГОСТ 1461-75	0,220	-	0,5	удовлетворительно
161	ГОСТ 1461-75	0,216	-	0,1	удовлетворительно
162	ГОСТ 1461-75	0,221	-	0,6	удовлетворительно
163	ГОСТ 1461-75	0,202	-	-1,5	удовлетворительно

Нормальное распределение
Количество результатов **7**
Среднее арифметическое набора результатов **0,2154**
Стандартное отклонение для
оценки квалификации (ГОСТ 1461-75) **0,0087**
Неопределенность по типу А **0,0029**

T02-22-1 - Зольность

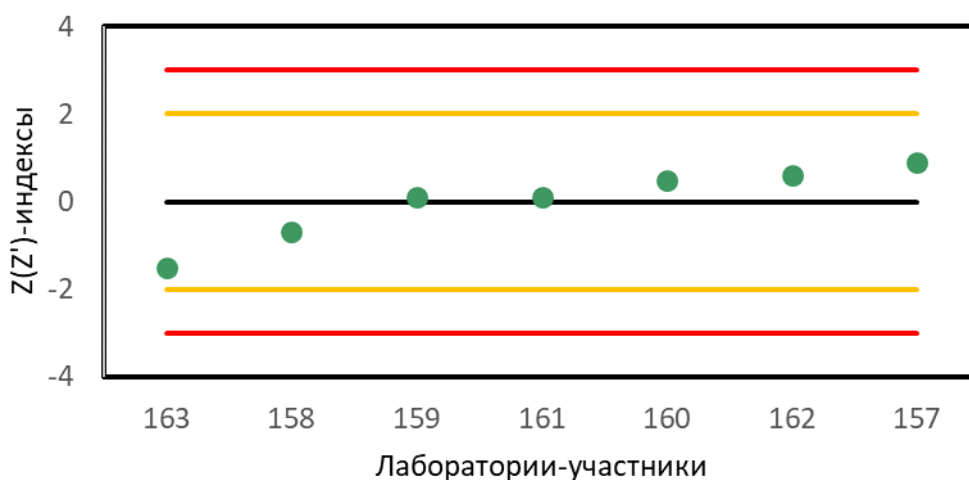


Рис. 1 Распределение z'-индексов для показателя «Зольность»

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
157	ГОСТ 2477-2014	0,70	-	-1,4	удовлетворительно
158	ГОСТ 2477-2014	0,70	-	-1,4	удовлетворительно
159	ГОСТ 2477-2014	0,70	-	-1,4	удовлетворительно
160	ГОСТ 2477-2014	0,70	-	-1,4	удовлетворительно
161	ГОСТ 2477-2014	0,70	-	-1,4	удовлетворительно
162	ГОСТ 2477-2014	0,70	-	-1,4	удовлетворительно
163	ГОСТ 2477-2014	0,70	-	-1,4	удовлетворительно

Нормальное распределение **Оценка не проводилась**
 Количество результатов **7**
 Аттестованное значение **0,80**
 Стандартное отклонение (ГОСТ 2477-2014) **0,0722**
 Относительная стандартная неопределенность **0,008**

Т04-22-1 - Массовая доля воды

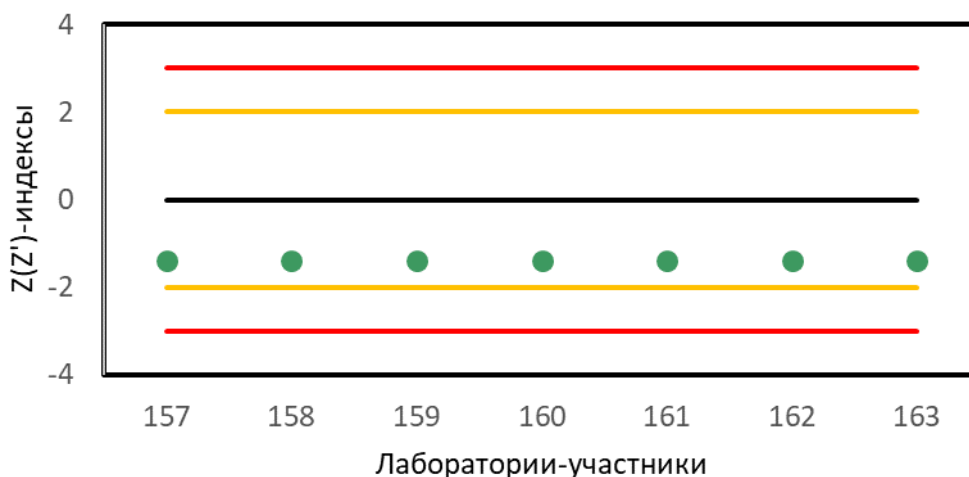


Рис. 2 Распределение z-индексов для показателя «Массовая доля воды»