

***Межлабораторные сравнительные  
испытания (МСИ) качественных  
параметров нефтепродуктов - одна  
из форм подтверждения  
технической компетентности  
испытательных лабораторий***



Лаборатория калориметрии и высокочистых органических веществ метрологического назначения ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Адрес: 190005 С-Пб., Московский пр., 19  
аб. тел. (812) 323-96-39, факс (812) 713-01-14

# ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2000

## Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

### п. 5.9 Обеспечение качества результатов испытаний и калибровки

«Лаборатория должна располагать процедурами управления качеством с тем, чтобы контролировать достоверность проведенных испытаний и калибровки. Этот контроль должен планироваться и может включать, в частности, следующее:

- а) регулярное использование аттестованных стандартных образцов (СО) и/или внутренний контроль качества с использованием СО;**
- б) участие в межлабораторных сравнительных испытаниях или программах проверки квалификации...»**

## Определения по РМГ 103-2010

**МСИ:** Организация, проведение и оценка качества испытаний одних и тех же объектов по одним и тем же показателям состава или свойств в двух или большем числе ИЛ в соответствии с заранее установленными условиями.

**Проверка квалификации ИЛ:** Определение посредством МСИ способности данной лаборатории проводить испытания с точностью, соответствующей установленной для методики испытаний, либо требуемой точностью

**Провайдер проверок квалификации:** Юридическое лицо, осуществляющее деятельность по разработке и проведению программ проверки квалификации.

**Координатор МСИ:** Физическое(ие) лицо(а), отвечающее за реализацию конкретной программы проведения МСИ

## Проверка квалификации ИЛ является:

- средством повышения качества результатов испытаний;
- одной из форм управления качеством результатов испытаний в ИЛ;
- процедурой объективного контроля погрешности результатов испытаний в ИЛ и принятия мер, направленных на повышение качества испытаний;
- механизмом оптимизации процедур аккредитации или инспекционного контроля аккредитованных (аккредитуемых) ИЛ путем использования результатов, получаемых при проведении МСИ.

## Основные принципы деятельности по МСИ, проводимым с целью проверки квалификации ИЛ:

- Добровольность
- Открытость
- Компетентность
- Независимость
- Отсутствие дискриминации и принятия  
пристрастных решений
- Конфиденциальность

# Признанные провайдеры МСИ

1 ФГУП «УНИИМ», Екатеринбург

3 ГНУ «ВНИИ агрохимии им. Д.Н. Прянишникова», Москва

5 ФГУ ЦЛАТИ по Ярославской обл.

7 ФБУ «Ростовский ЦСМ»

9 ФБУ «ЦСМ Татарстан»

11 ФБУ «Тюменский ЦСМ»

13 ФГУП «ВНИИМ  
им. Д.И. Менделеева», г.С-Пб.

15 ОАО «СвНИИНП», Самарская  
обл.

17 ФБУ «Томский ЦСМ»

19 ООО «ЦМТР», Ростов-  
на-Дону

2 ФБУ «Тест-С.-Петербург»

4 ФБУ «ЦСМ Республики  
Башкортостан»

6 ЗАО «РОСА», Москва

8 ФБУ «ЦСМ Московской области»

10 ЗАО «ИСО», Екатеринбург

12 ОАО «ВНИИ НП», г. Москва

14 ФГБОУ ВПО «Удмуртский  
государственный университет»

16 ООО «Серволаб», Тюмень

18 ФБУЗ «ЦГиЭ в Санкт-  
Петербурге»

20 ГНУ «ВНИИТТИ», Краснодар



# Свидетельство Росстандарта о признании провайдера проверок квалификации лабораторий посредством МСИ № K01.018 до 08.08.2016



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

## СВИДЕТЕЛЬСТВО

О ПРИЗНАНИИ ПРОВАЙДЕРА  
ПРОВЕРОК КВАЛИФИКАЦИИ ЛАБОРАТОРИЙ

№ K01.018

Действительно до «08» августа 2016 г.

Настоящее свидетельство выдано Федеральному государственному унитарному предприятию «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (ФГУП ВНИИМ им. Д.И. Менделеева)  
190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., д.19  
и удостоверяет, что ФГУП ВНИИМ им. Д.И. Менделеева соответствует требованиям международного стандарта ИСО/МЭК 17043:2010 и признан(о) компетентным в проведении проверок квалификации испытательных (аналитических) лабораторий посредством межлабораторных сравнительных испытаний.

Область деятельности провайдера определена в приложении к настоящему свидетельству и является его неотъемлемой частью.

Заместитель Руководителя  
Федерального агентства  
по техническому регулированию  
и метрологии

  
В.Н. Крутиков  
«08» августа 2011 г.  
М.П.

Зарегистрировано в Реестре  
провайдеров проверок  
квалификации испытательных  
(аналитических) лабораторий

«08» августа 2011 г.

Приложение к свидетельству № K01.018  
от «08» августа 2011 г.

ОБЛАСТЬ ДЕЯТЕЛЬНОСТИ ПРОВАЙДЕРА ПРОВЕРОК  
КВАЛИФИКАЦИИ ЛАБОРАТОРИЙ –  
Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»

Проведение МСИ следующих объектов испытаний (измерений, анализа)	Территориальная/ведомственная принадлежность лабораторий
Сырье, материалы, продукция (за исключением продукции машиностроения, приборостроения и медицинской техники), объекты окружающей среды, биологические объекты	Лаборатории на территории Российской Федерации

Заместитель начальника Управления развития, информационного обеспечения и аккредитации Ростехрегулирования



 А.Н. Симкалов

Место печати



# План проведения МСИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» в 2012 г.

№	Вид МСИ, отрасль	Контролируемые объекты	Контролируемые показатели	Число участников
1	<b>Всероссийские, угольная, ТЭК</b> 	<b>Уголь</b>	<b>Удельная энергия сгорания, зольность, массовая доля серы, выход летучих веществ</b>	<b>66</b>
2	Всероссийские	Дизельное топливо Евро	Плотность, вязкость, t вспышки, массовая доля серы, общее загрязнение	10
3	<b>Всероссийские, Нефтехимия, ТЭК</b> 	<b>Нефтепродукт (мазут)</b>	<b>Удельная энергия сгорания, плотность, вязкость, t вспышки, массовая доля серы</b>	<b>35</b>
4	Всероссийские, нефтехимия	Нефть	Плотность, вязкость, массовая доля серы, содержание хлористых солей, парафинов, мех. примесей	<b>10</b>
5	Всероссийские, газовая	Природный газ	Компонентный состав газовых смесей	<b>15</b>



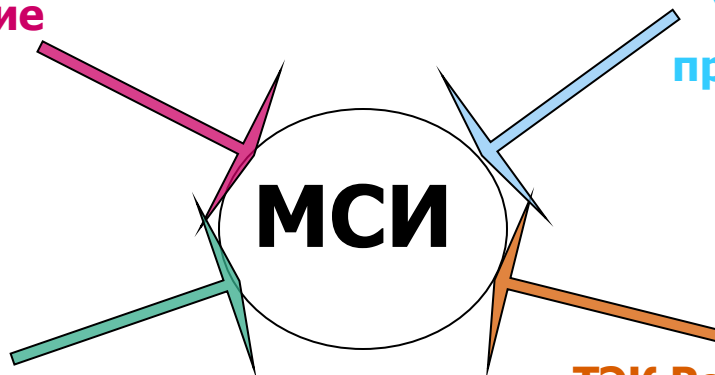
# Участники МСИ



**Нефтеперерабатывающие  
и нефтехимические  
предприятия**



**Угледобывающие  
предприятия (шахты,  
разрезы)**



**МСИ**



**Испытательные центры  
и лаборатории,  
определяющие  
качественные параметры  
топлив**



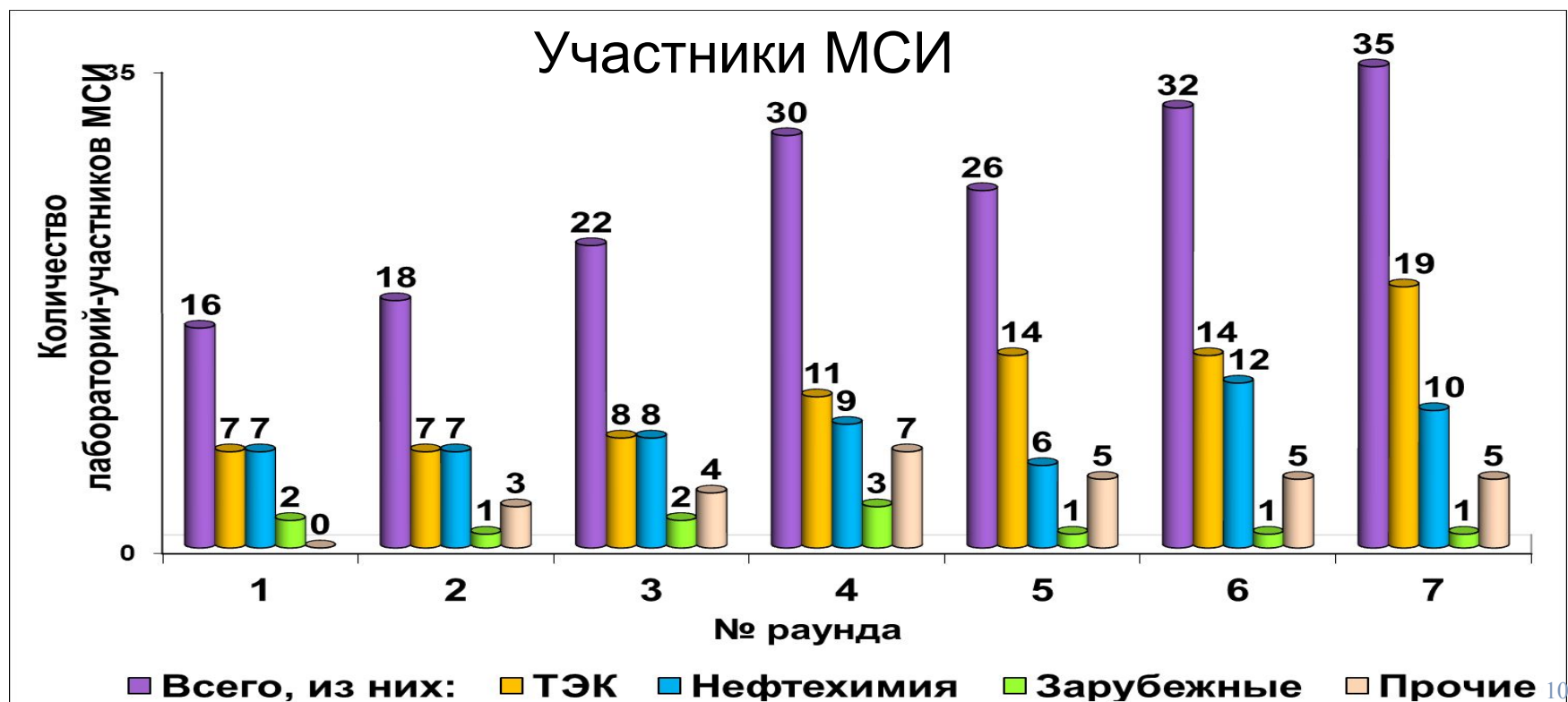
**ТЭК России  
(ТГК, ОГК,  
ТЭЦ, ГРЭС)**



# Лаборатория калориметрии ВНИИМ с 2006 г. провела 7 раундов на образцах нефтепродуктов по 5<sup>ти</sup> параметрам:

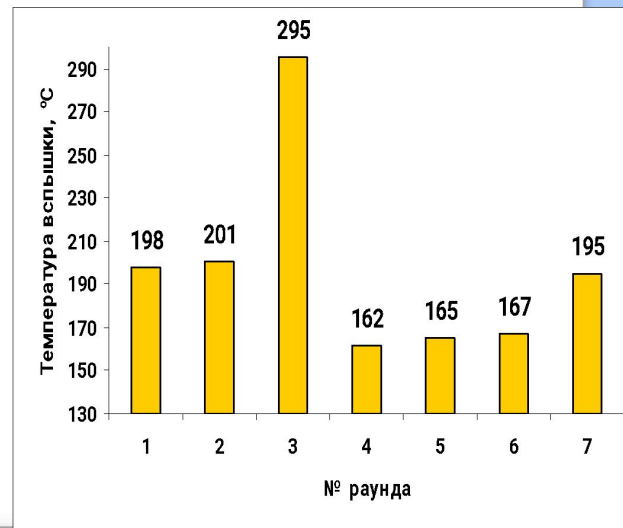
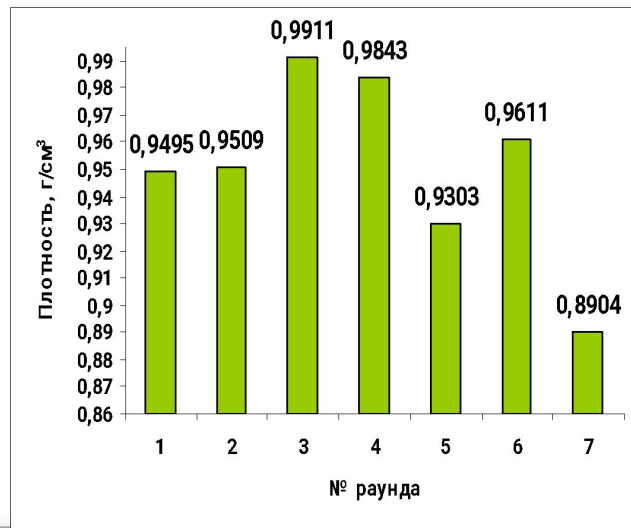
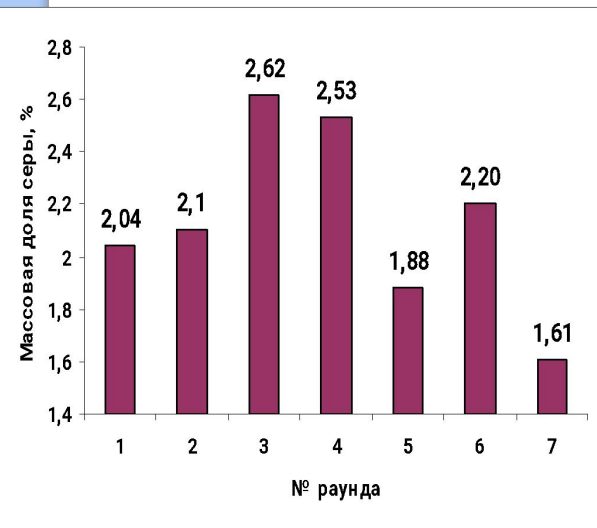
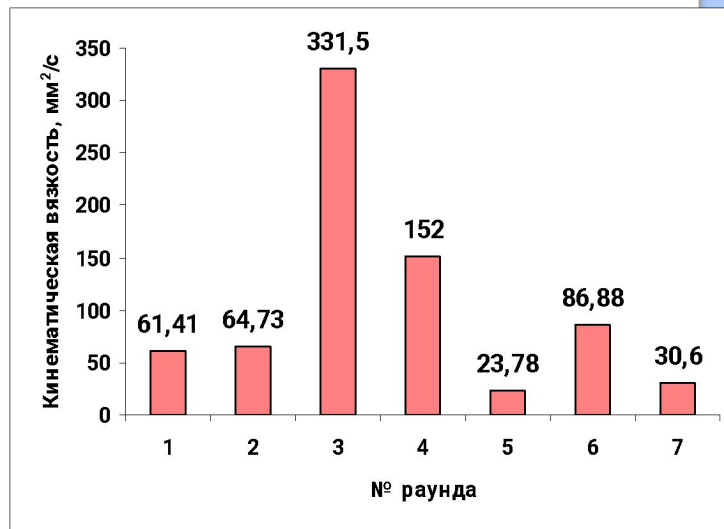
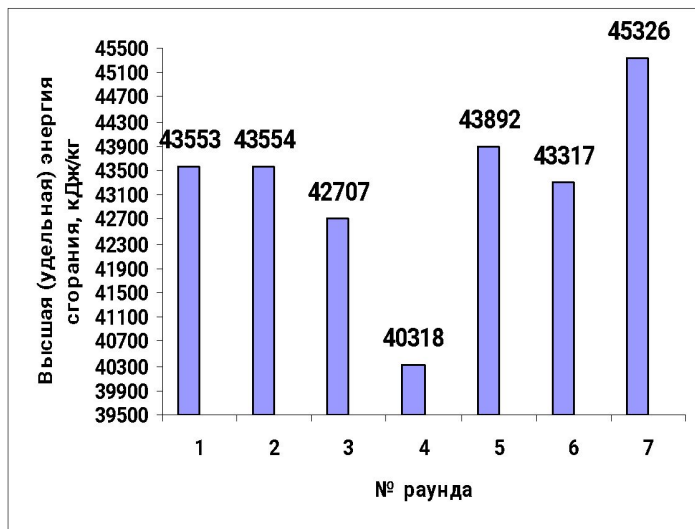
- высшая удельная энергия сгорания
- кинематическая вязкость
- плотность
- температура вспышки в открытом тигле
- массовая доля серы

Содержание влаги определяется для перехода на сухое состояние топлива



# Качественные параметры образцов нефтепродуктов для МСИ

№	Мазут
1	прямогонный
2	прямогонный
3	3 погон
4	Топочный мазут М-100
5	мазут марки Э-4.0
6	мазут марки М-100
7	Имитатор мазута



# НД по проведению и обработке результатов МСИ

**РМГ 103-2010** Рекомендации по метрологии. ГСИ. Проверка квалификации испытательных (измерительных) лабораторий, осуществляющих испытания веществ, материалов и объектов окружающей среды (по составу и физико-химическим свойствам), посредством межлабораторных сличений (**взамен Р 50.2.011-2005**)

**ГОСТ Р ИСО 13528-2010** Статистические методы. Применение при экспериментальной проверке компетентности посредством межлабораторных сравнительных испытаний

**Р 50.4.006-2002** Рекомендации по аккредитации. Межлабораторные сравнительные испытания при аккредитации и инспекционном контроле ИЛ

# Опорные значения контролируемых показателей нефтепродукта

*1 Аттестованные значения высшей удельной энергии сгорания, кинематической вязкости, плотности* прослеживаются к Государственному первичному эталону (ГПЭ) единиц энергии сгорания (ГЭТ 16-2010) и ГПЭ плотности и вязкости, соответственно

*2 Опорные значения массовой доли серы, температуры вспышки* рассчитываются как робастные средние значения результатов измерений участников МСИ

# Оценка качества результатов испытаний в лабораториях-участницах МСИ

**z - показатель**

$$z = \frac{\bar{y} - X}{\hat{\sigma}}$$

$\bar{y} = \frac{x_1 + x_2}{2}$  – ср. арифм. знач. результатов двух измерений  $x_1$  и  $x_2$

$X$  – принятое опорное значение определяемого показателя

$\hat{\sigma}$  – стандартное отклонение проверки на качество проведения измерений, рассчитываемое из нормативов повторяемости (сходимости) и воспроизводимости стандартизованных методов

z-показатель	Качество результатов испытаний
$-2 \leq z \leq 2$	удовлетворительное
$-3 \leq z < -2$ $2 < z \leq 3$	Сомнительное, требующее дополнительной проверки
$3 < z < -3$	неудовлетворительное



# Оценка качества работы ИЛ по совокупности результатов испытаний

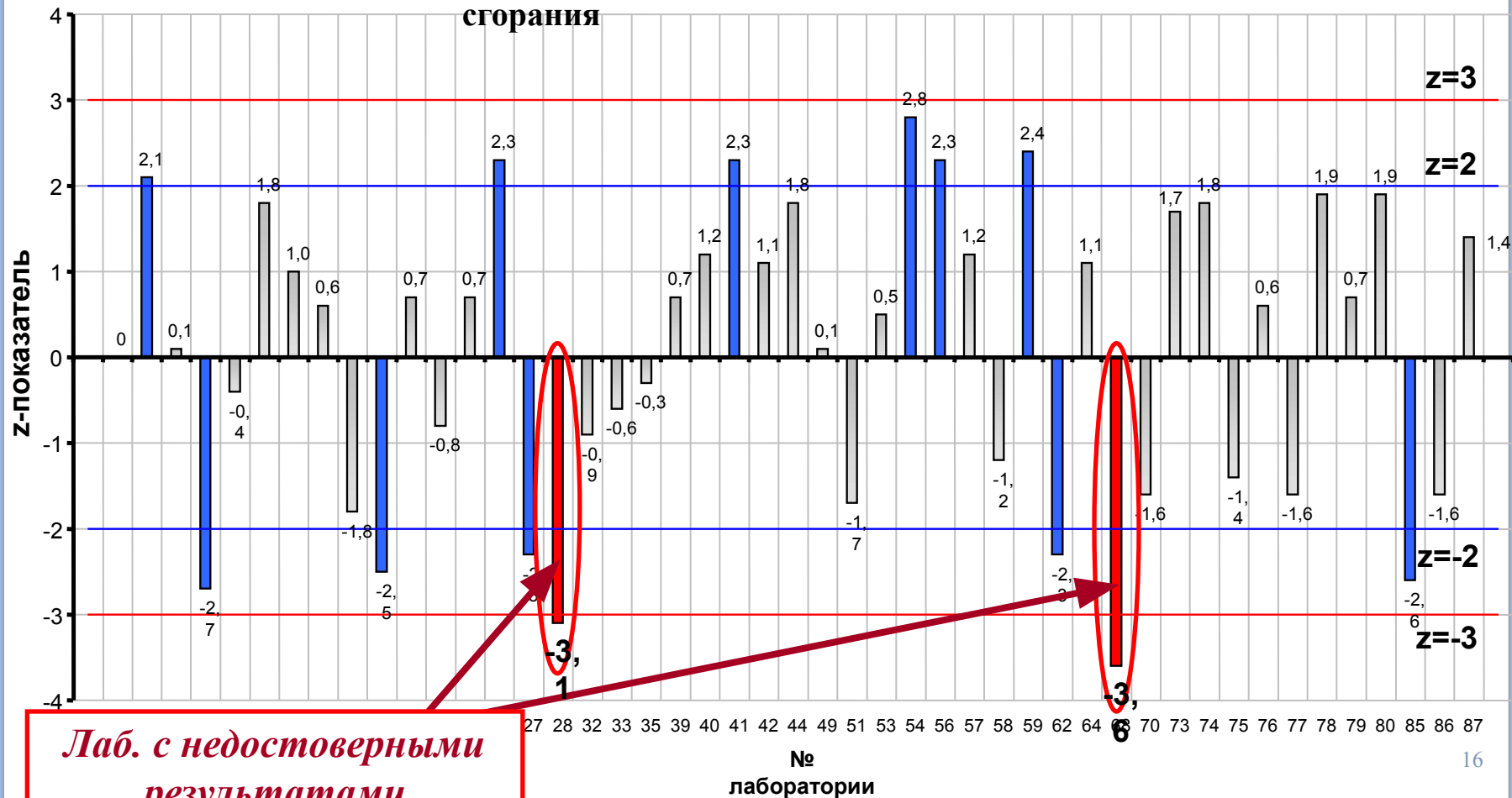
$$Z_k = \sum_{i=1}^n z_i^2$$

Норматив для контроля	Качество работы ИЛ по совокупности результатов испытаний
$Z_k \leq h_1$	удовлетворительное
$h_1 < Z_k \leq h_2$	сомнительное, подлежащее дополнительной проверке
$Z_k > h_2$	неудовлетворительное

$h_1$  и  $h_2$  -нормативы контроля для различного числа z-показателей:  
 $h_1=7,8$  и  $h_2=16,3$  ( $n=3$ );  $h_1=9,5$  и  $h_2=18,5$  ( $n=4$ );  $h_1=11,1$  и  $h_2=20,5$  ( $n=5$ )

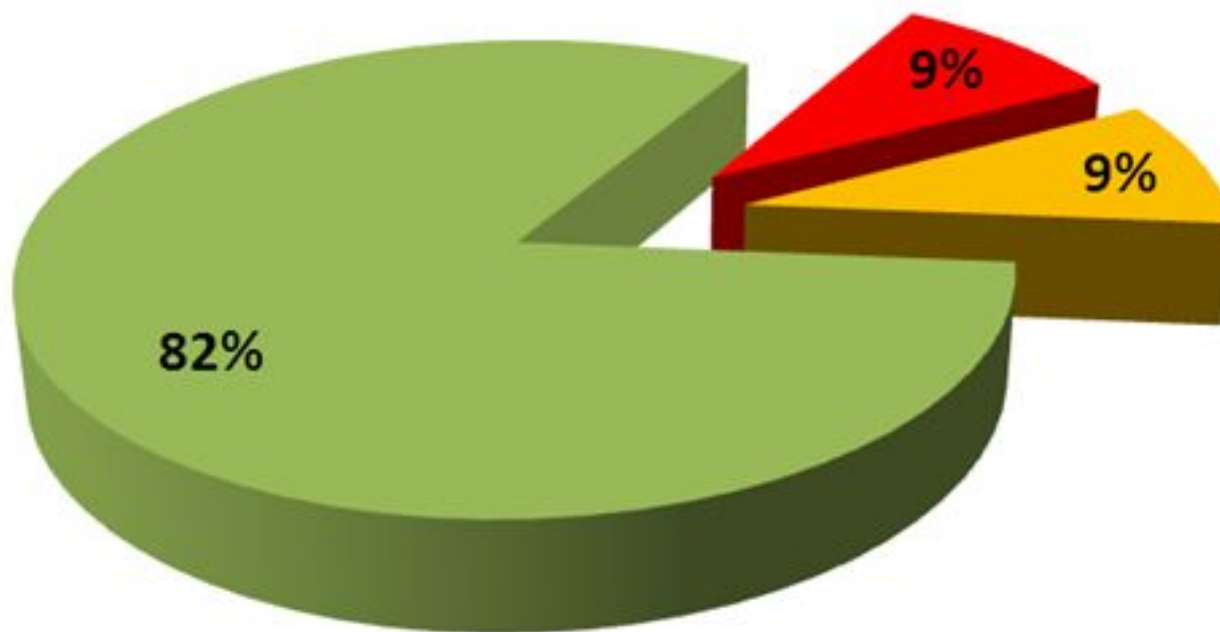
# Гистограмма из отчета по МСИ качественных параметров мазута

Гистограмма 1. Нормированное отклонение результатов измерений высшей удельной энергии от принятого опорного значения сгорания



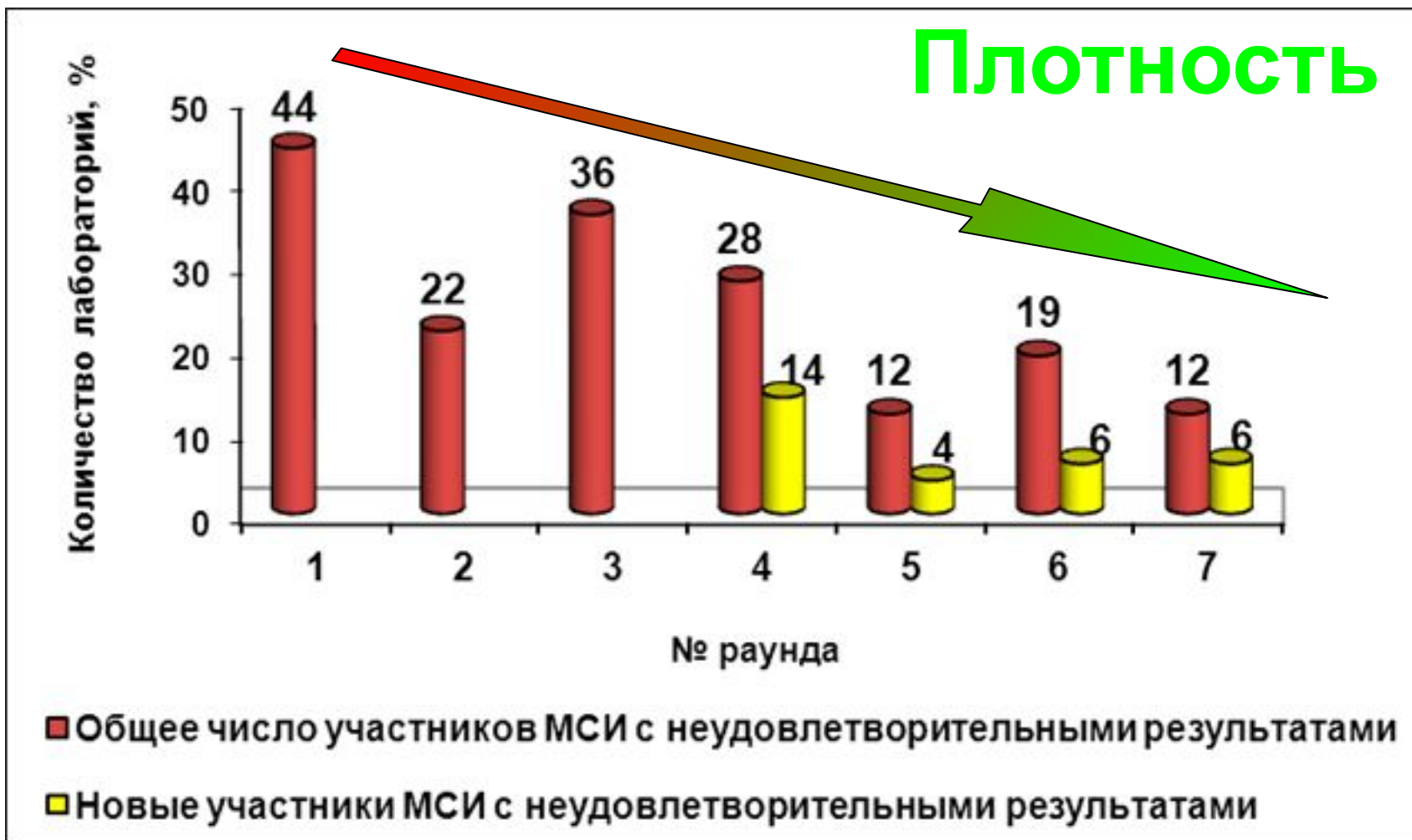
Лаб. с недостоверными результатами

**Обобщенные результаты участия ИЛ в  
7 раунде МСИ на контрольном образце  
нефтепродукта (мазута).  
Общее количество участников 35.**



■ сомнительные ■ неудовлетворительные ■ удовлетворительные

# Повышение качества измерений участников МСИ на образцах нефтепродуктов



# Отчеты по МСИ на 2-х языках: русском и английском

## Свидетельство об участии в МСИ выдается каждому участнику и может быть:

- использовано для внутреннего контроля показателей деятельности лаборатории;
- признания технической компетенции;
- применены при аккредитации и инспекционном контроле ИЛ.

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии  
РОССТАНДАРТ

 Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Всероссийский научно-исследовательский институт  
метрологии им. Д.И.Менделеева»  
**ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»**  
Экспертная организация  
свидетельство № РОСС.RU.0001.50Э003  
Провайдер проверок квалификации лабораторий  
посредством МСИ  
свидетельство № К01.018

190005, Санкт-Петербург, Московский пр., 19  
тел: (812) 323-9639; факс: (812) 713-0114, e-mail: E.N. Korzhagina@vniim.ru, info@vniim.ru

**СВИДЕТЕЛЬСТВО № 2414-103/11.11-12/0300** 27.02.2012 г.  
наименование организации, ИЛ  
(аттестат аккредитации № РОСС RU.0001. )

в 2012 году приняла участие в межлабораторных сравнительных испытаниях  
(2414-N/11.11-12) по определению качественных параметров угля

Наименование провайдера проверок квалификации лабораторий посредством МСИ, № свидетельства:  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», № К01.018 действительно до 08 августа 2016 года;  
количество участников МСИ: 66;  
кодировый номер лаборатории 103.

Шифр образца для контроля	2414-103/11.11-12			
Определяемый показатель*	Высшая удельная энергия сгорания, $Q_s^d$ , ккал/кг	Зольность $A^d$ , % (масс.)	Массовая доля общей серы $S_g^d$ , % (масс.)	Выход летучих веществ $V^d$ , % (масс.)
Аттестованное (опорное) значение и его стандартная неопределенность	7118 ± 8	4,80 ± 0,02	0,63 ± 0,01	42,30 ± 0,07
Результат испытаний	—	4,6	0,60	42,8
Значение z-индекса**	—	-1,7	-0,8	0,9
Заключение	—	удовлетворительно	удовлетворительно	удовлетворительно

Оценка качества работы лаборатории по совокупности результатов испытаний, полученных при проведении МСИ (при определении четырех показателей)\*\*: **удовлетворительное**

\* - все значения приведены на сухое состояние топлива по ГОСТ 27313  
\*\* - расфигурку см. на обороте

Приложение: Отчет на 29 страницах

Зам. директора ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»  Александров В.С.  
Место печати  
Руководитель лаборатории calorimetрии ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»  Коржагина Е.Н.

Ближайшие раунды  
запланированы на  
4 квартал 2012 года:

- раунд 13 на угле
- раунд 8 на мазуте



***СПАСИБО ЗА ВНИМАНИЕ!***

Лаборатория калориметрии и  
высокоочищенных органических веществ  
метрологического назначения ФГУП  
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Адрес: 190005 С-Пб., Московский пр., 19

Раб. тел. (812) 323-96-39,  
факс (812) 713-01-14