

***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 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 меж лабора-
торных 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 «Всерос-
сийский 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 ма- шиностроения, приборостроения и медицинской техники), объек- ты окружающей среды, биоло- гические объекты	Лаборатории на территории Рос- сийской Федерации

Заместитель начальника Управ-
ления развития, информацио-
ного обеспечения и аккредита-
ции Ростехрегулирования



А.П. 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	Всероссийские, угольная, ТЭК 	Уголь	Удельная энергия сгорания, зольность, массовая доля серы, выход летучих веществ	66
2	Всероссийские	Дизельное топливо Евро	Плотность, вязкость, t вспышки, массовая доля серы, общее загрязнение	10
3	Всероссийские, Нефтехимия, ТЭК 	Нефтепродукт (мазут)	Удельная энергия сгорания, плотность, вязкость, t вспышки, массовая доля серы	35
4	Всероссийские, нефтехимия	Нефть	Плотность, вязкость, массовая доля серы, содержание хлористых солей, парафинов, мех. примесей	10
5	Всероссийские, газовая	Природный газ	Компонентный состав газовых смесей	15



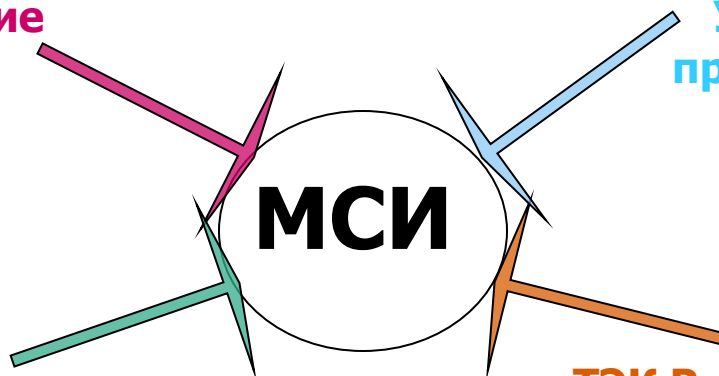
Участники МСИ



**Нефтеперерабатывающие
и нефтехимические
предприятия**



**Угледобывающие
предприятия (шахты,
разрезы)**



МСИ



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



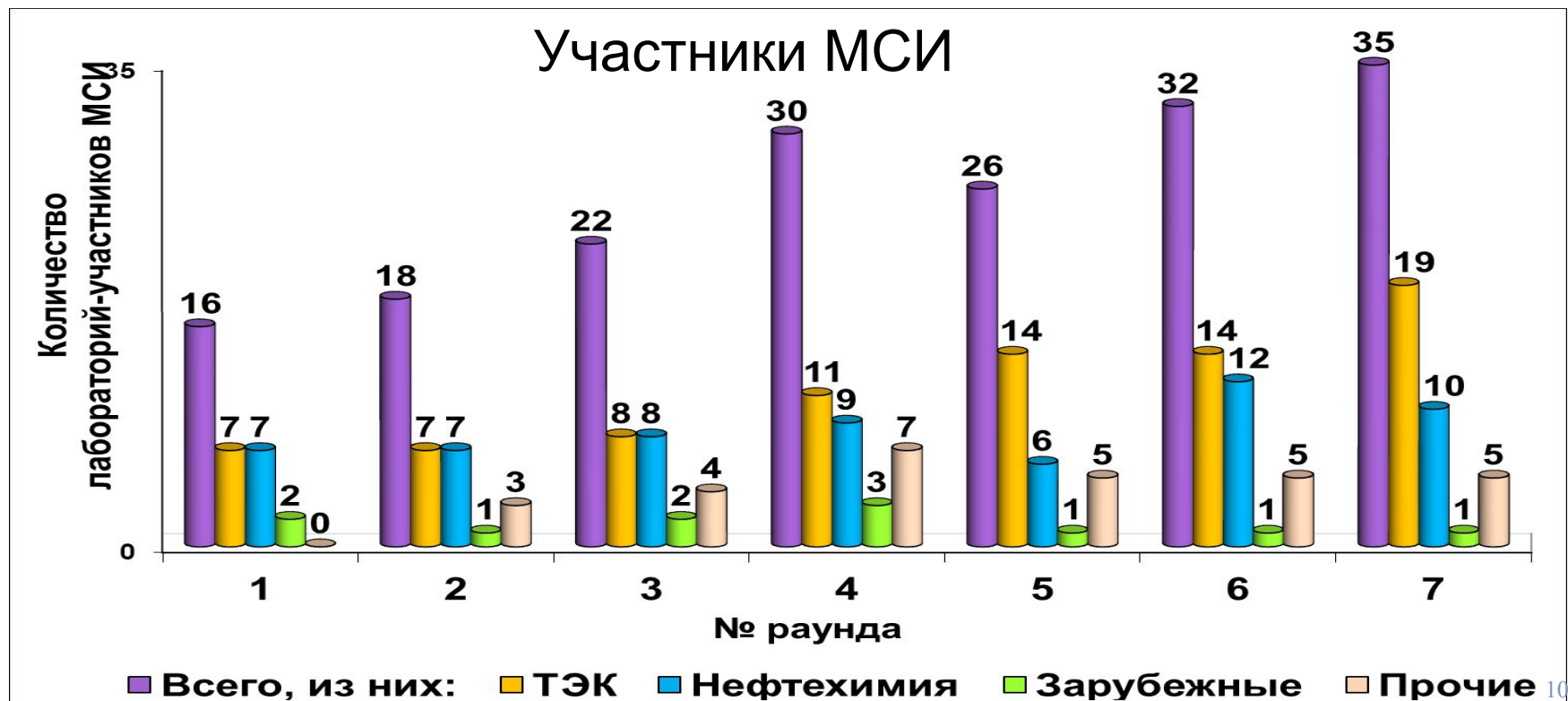
**ТЭК России
(ТГК, ОГК,
ТЭЦ, ГРЭС)**



Лаборатория калориметрии ВНИИМ с 2006 г. провела 7 раундов на образцах нефтепродуктов по 5^{ти} параметрам:

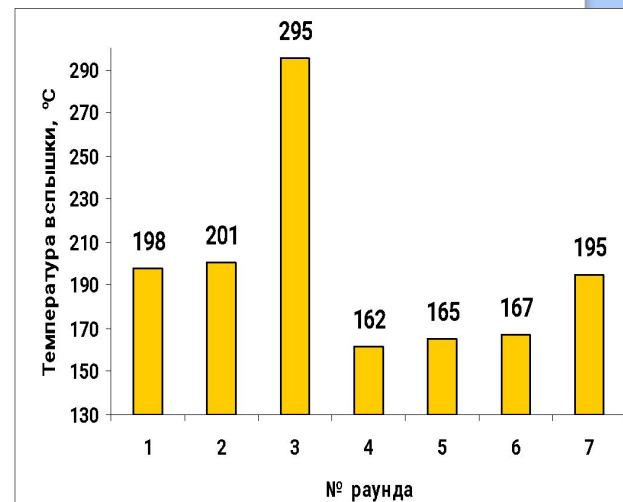
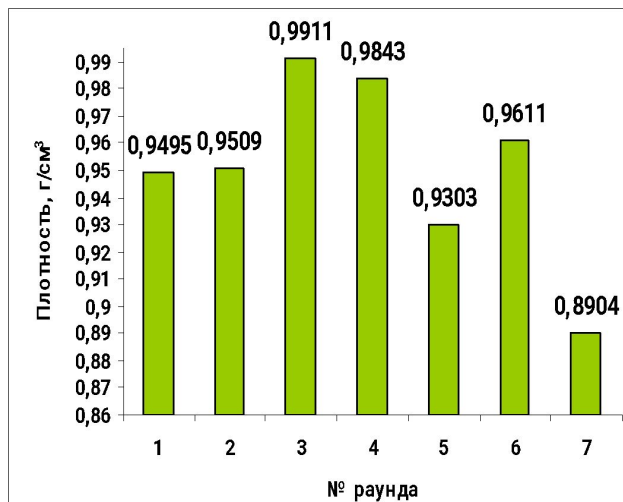
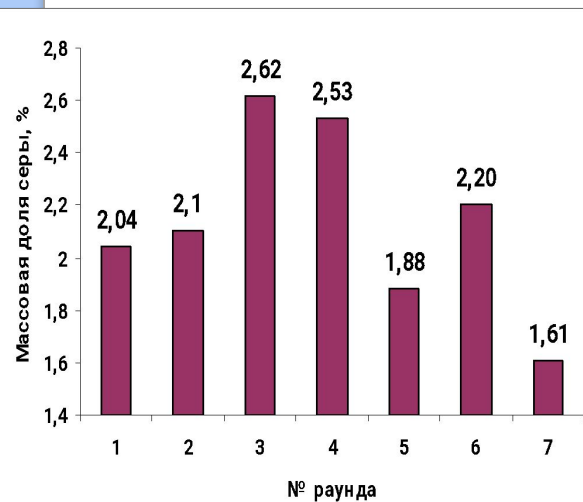
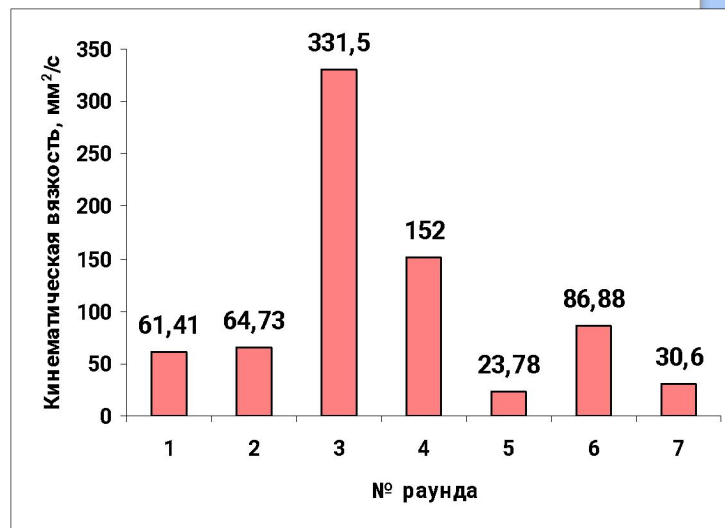
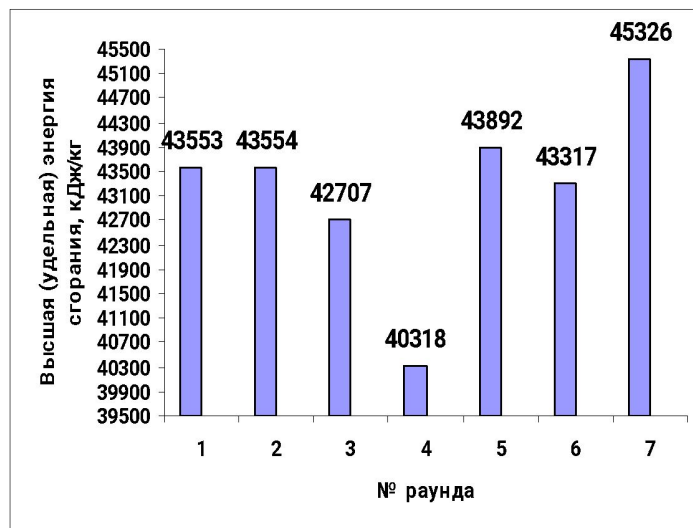
- высшая удельная энергия сгорания
- кинематическая вязкость
- плотность
- температура вспышки в открытом тигле
- массовая доля серы

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

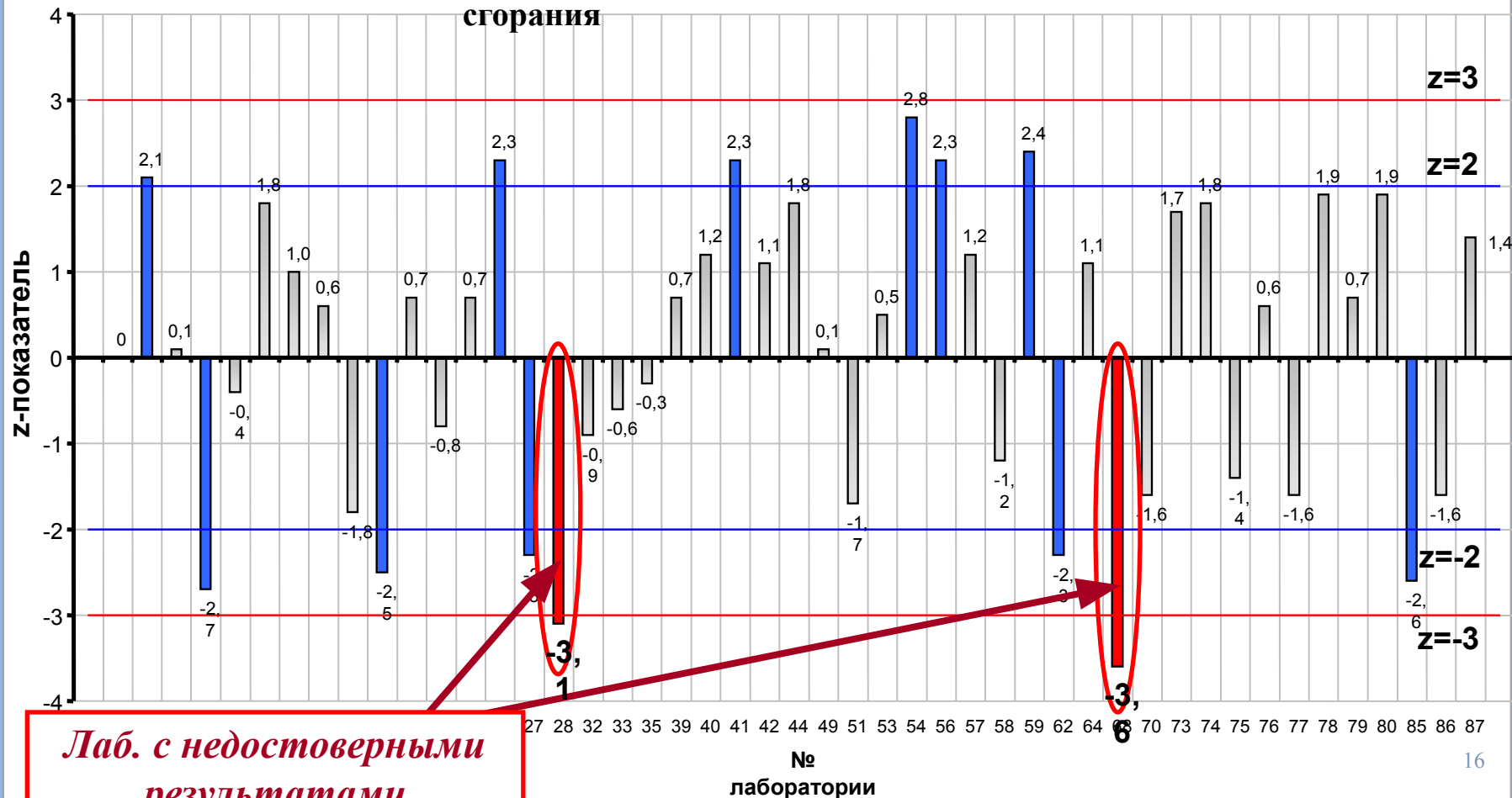
$$Z_k = \sum_{i=1}^n z_i^2$$

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

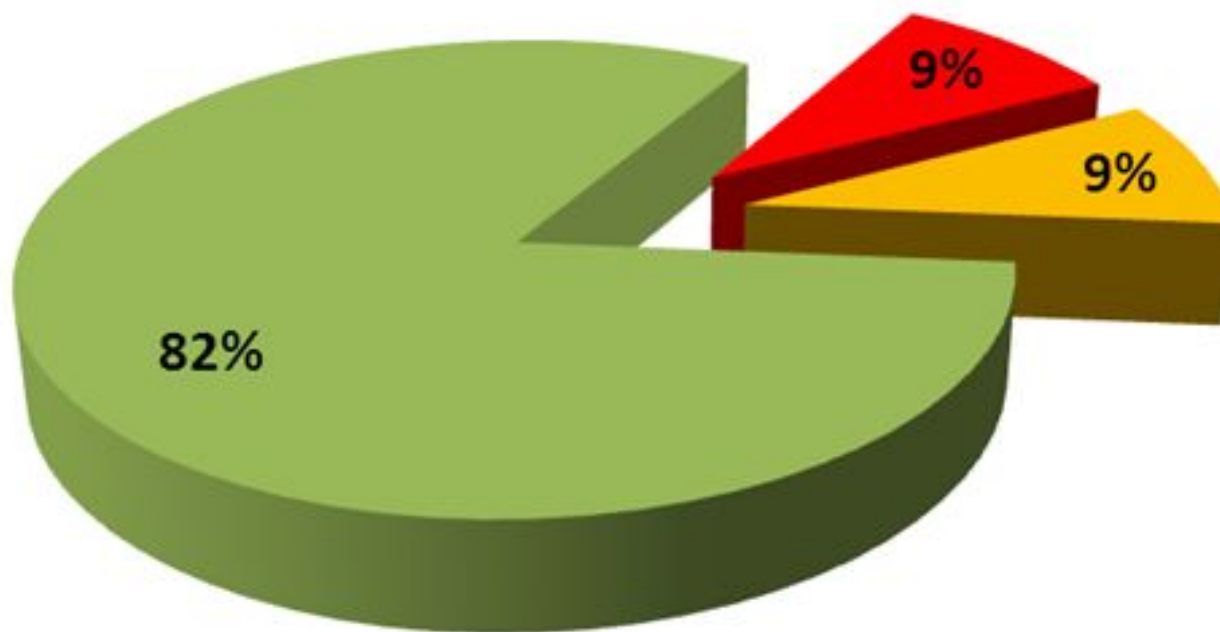
h_1 и h_2 -нормативы контроля для различного числа z -показателей:
 $h_1=7,8$ и $h_2=16,3$ ($n=3$); $h_1=9,5$ и $h_2=18,5$ ($n=4$); $h_1=11,1$ и $h_2=20,5$ ($n=5$)

Гистограмма из отчета по МСИ качественных параметров мазута

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

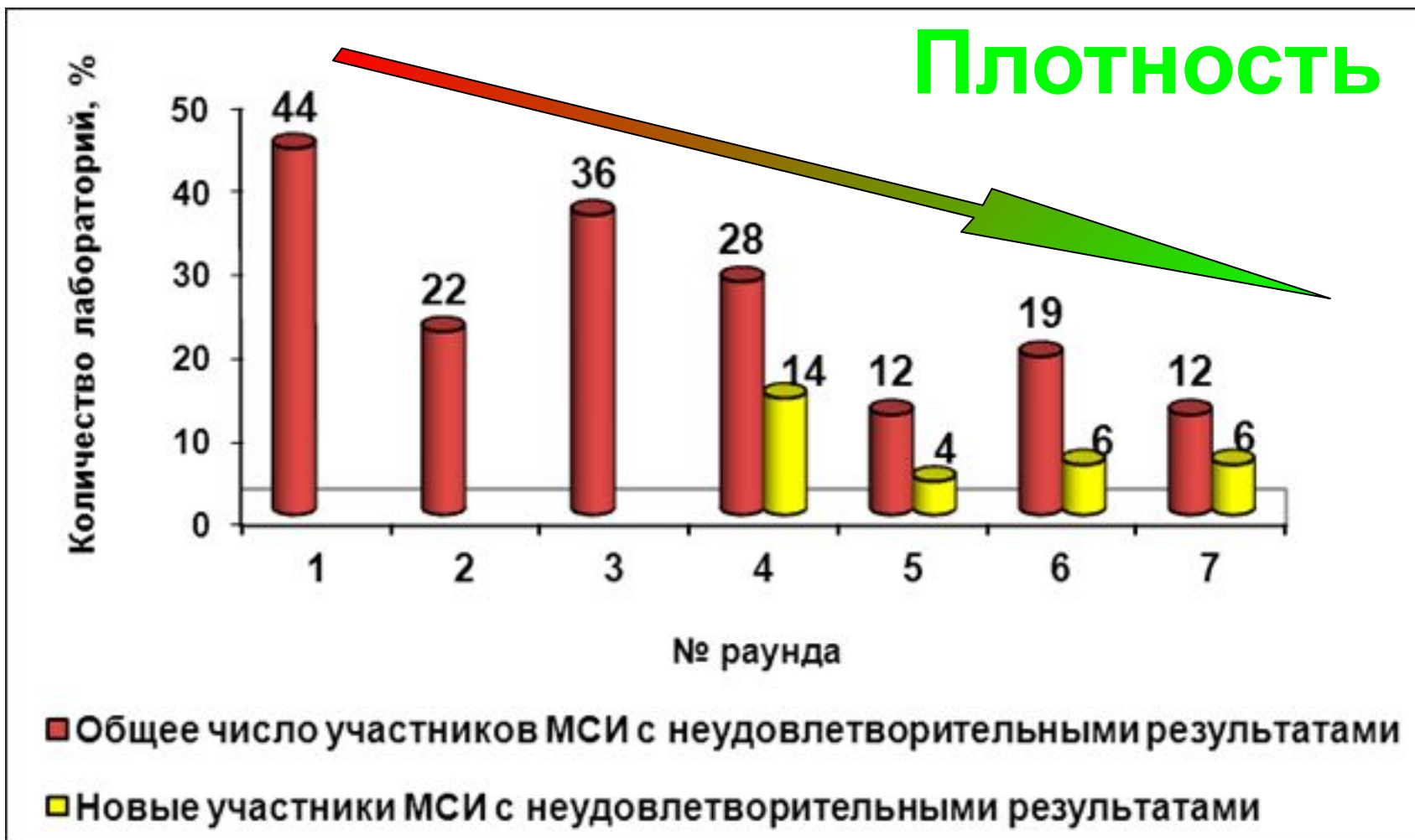


**Обобщенные результаты участия ИЛ в
7 раунде МСИ на контрольном образце
нефтепродукта (мазута).
Общее количество участников 35.**



■ 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 № K01.018

190005, Санкт-Петербург, Московский пр., 19
тел: (812) 323-9639; факс: (812) 713-0114, e-mail: E.N. Korchagina@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», № K01.018 действительно до 08 августа 2016 года;
количество участников МСИ: 66;
кодовый 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	$4,80 \pm 0,02$	$0,63 \pm 0,01$	$42,30 \pm 0,07$
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)**:

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» _____ Корчагина 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