

**ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
«ЛАБОРАТОРИЯ КАЧЕСТВА»
ПРОВАЙДЕР ПРОВЕРОК КВАЛИФИКАЦИИ**

РАЗРАБОТАНО И УТВЕРЖДЕНО
Начальник отдела проверок квалификации
Н.В.Кашникова
«09» января 2024г.




**ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
«ЗПИ - Зерно пшеницы. Показатели ИСО»**

02-ПР-ЗПИ 007-2024


Редакция №01

г. Москва

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПИ 007-2024 «ЗПИ - Зерно пшеницы. Показатели ИСО»	Редакция 01
		Страница 2 из 21

Содержание

1. Информационные данные _____	3
2. Субподряд _____	3
3. Количество и тип предполагаемых участников программы проверки квалификации _____	4
4. Измеряемые характеристики и их диапазоны _____	4
5. Потенциальные источники ошибок и методы предотвращения _____	4
6. Требования к изготовлению, контролю качества, хранению и распределению ОПК _____	5
7. Меры предосторожности _____	6
8. Предоставляемая информация для участников _____	7
9. Календарный план этапов программы проверки квалификации _____	9
10. Методы измерений для проверки однородности и стабильности _____	9
11. Формы отчетных документов _____	13
12. Описание используемого метода статистического анализа _____	14
13. Отчетность по результатам анализа программы проверки квалификации _____	19
14. Степень гласности результатов _____	21
15. Действия, которые должны быть предприняты в случае утери или повреждения ОПК _____	21

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПИ 007-2024 «ЗПИ - Зерно пшеницы. Показатели ИСО»	Редакция 01
		Страница 3 из 21

1. Информационные данные

1. Наименование провайдера проверки квалификации: ООО «ЛАБОРАТОРИЯ КАЧЕСТВА»
2. Адрес расположения: 127106, Российская Федерация, г. Москва, ул. Гостиничная, дом 5, Помещения 19-23.
3. Юридический адрес организации: 127422, Российская Федерация, Москва, ул. Тимирязевская, дом 1, строение 3.
4. Почтовый адрес: 125124, г. Москва, ул. Правды, 26.
5. Адрес сайта в Интернете: www.Q-LAB.pro
6. Контактные данные персонала, привлекаемого к разработке и выполнению программы проверки квалификации:
 - Начальник отдела проверок квалификации - Кашникова Наталья Владимировна; телефон +7(499) 34-079-34 доб. 202; e-mail: knv@q-lab.pro; q-lab@mail.ru; info@q-lab.pro;
 - Координатор программы проверки квалификации – Черникова Елена Евгеньевна; телефон +7(499) 34-079-34 доб.205; e-mail: see@q-lab.pro;
 - Технический эксперт – Кашников Дмитрий Валерьевич; телефон +7(499) 34-079-34 доб. 201; e-mail: q-lab@mail.ru; info@q-lab.pro;
 - Консультанты: Черных Илья Валерьевич, Лебедев Александр Валерьевич.

2. Субподряд


Для проведения испытаний, подтверждающих однородность и стабильность образцов для проверки квалификации, привлекается лаборатория, аккредитованная в соответствии с требованиями ГОСТ ISO/IEC 17025-2019. Для проведения работ провайдер предоставляет субподрядчику образцы с этикеткой, Заявкой на проведение анализов и Актом отбора проб, позволяющим четко их идентифицировать.

Лаборатория, выполняющая работы по субподряду, предоставляет результаты испытаний в виде протокола, оформленного на своем бланке в соответствии с требованиями ГОСТ ISO/IEC 17025-2019, со ссылкой на факт аккредитации в соответствующей области.

Наименование организаций, включенных в список возможных исполнителей субподрядных работ по оценке однородности и стабильности проб:

- 1) ООО «ИЛ Тест-Пушино».

Для отправки ОПК участникам ПК, а также для срочной доставки документации

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПИ 007-2024 «ЗПИ - Зерно пшеницы. Показатели ИСО»	Редакция 01
		Страница 4 из 21

провайдером выбрана компания по экспресс-доставке ИП «Федоров Алексей Евгеньевич».

3. Количество и тип предполагаемых участников программы проверки квалификации.

Участниками программы проверки квалификации «Зерно пшеницы. Показатели ИСО» являются испытательные лаборатории, работающие в сфере агропромышленного комплекса.

Данные программы проверки квалификации интересны предприятиям, занимающимся переработкой и хранением зерна (мукомольные заводы, элеваторы), сюрвейерским организациям, а также научно-исследовательским институтам, работающим в данной сфере.

К программам проверки квалификации привлекаются лаборатории на добровольной основе, имеющие необходимое испытательное оборудование и квалифицированный персонал.

Минимальное количество предполагаемых участников принимается равным 20.

Установленный минимум по количеству участников позволяет использовать провайдеру робастный анализ и дает возможность на основе большей выборки результатов получить наиболее точное приписанное значение.


4. Измеряемые характеристики и их диапазоны

Измеряемые характеристики и их диапазоны по раунду «ЗПИ - Зерно пшеницы. Показатели ИСО»:

1. Влажность ISO 712:2009, 10,95-14,00 % (Указывается 2 знака после запятой);
2. Натура, ISO 7971-3:2019; 80,7-84,1г/л;
3. Число падения, ISO 3093:2009; 80-431 с;
4. Протеин, а.с.в., ISO 20483:2013, 10,00-14,77 % (Указывается 2 знака после запятой);
5. Количество клейковины, ISO 21415-2:2015, 18,00-30,7 % (Указывается один знак после запятой);
6. GlutenIndex, ISO 21415-2:2015; 84-88 ед. пр. ИДК (Указывать целое число, не округлять до 5 ед. пр. ИДК)

5. Потенциальные источники ошибок и методы предотвращения.

При проведении программы проверки квалификации на окончательные результаты проверки квалификации могут повлиять следующие основные ошибки:

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПИ 007-2024 «ЗПИ - Зерно пшеницы. Показатели ИСО»	Редакция 01
		Страница 5 из 21

1. Недостаточная квалификация лаборанта;
2. Использование отличного метода исследования;
3. Техническая неисправность оборудования;
4. Несоответствие условий лаборатории (влажность, температура);
5. Использование разных типов оборудования в одном раунде.

Для предотвращения ошибок в раунде Координатор программы перед началом программы проверки квалификации рассылает письмо с подробной информацией о предстоящих программах проверки квалификации, а также дополнительно (при необходимости) консультирует участников устно либо посредством электронной переписки.

В случае, если полученное распределение результатов отличается от нормального, провайдер проверки квалификации обязуется уточнить у каждого участника максимум подробностей, которые могли на это повлиять (использованный метод исследования, марка и тип оборудования, наименование реагентов и прочее). Если в результате такого уточнения провайдеру удастся однозначно идентифицировать группу участников, которые при проведении измерений допустили однотипные несоответствия, то их результат не принимается при расчете приписанного значения.


Если провайдеру не удастся установить причину ненормального распределения результатов, то он рассчитывает приписанное значение как обычно, но обязательно указывает в отчете, что распределение носит не нормальный характер, и полученная квалификация по этому показателю должна быть уточнена в следующем раунде программы проверки квалификации.

6. Требования к изготовлению, контролю качества, хранению и распределению ОПК.

Образцами для программы проверки квалификации являются специальные образцы, разработанные ООО «Лаборатория качества».

Процедура изготовления специальных образцов проводится в строгом соответствии с Регламентом разработки образцов зерна пшеницы для проверки квалификации лабораторий в рамках проведения программы проверки квалификации (образцы ЗП). Для подготовленных и упакованных образцов проводится проверка стабильности и однородности лабораторией, аккредитованной в соответствии с ГОСТ ИСО/IEC 17025.

Для хранения сырья для производства ОПК и упакованных образцов для проверки

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПИ 007-2024 «ЗПИ - Зерно пшеницы. Показатели ИСО»	Редакция 01
		Страница 6 из 21

квалификации предусмотрена изолированная холодильная камера с малошумной сплит-системой с возможностью поддержания постоянной температуры, исключая резкие перепады температуры и влажности. В камере поддерживается постоянная температура от 17 до 25 °С, которая контролируется ежедневно с помощью установленного внутри регистратора температуры. Показания регистратора температуры еженедельно заносятся в журнал регистрации условий хранения сырья и образцов для ПК.

Распределение проб между участниками программы проверки квалификации происходит случайным образом.

Для отправки проб используется курьерская служба экспресс-доставки.

Провайдер гарантирует, что в процессе транспортировки упаковка образцов позволяет сохранять неизменно стабильными показатели качества продукта.

Для предотвращения влияния температуры, превышающей рекомендованную изготовителем (25°С), Провайдер провел испытания на стабильность изготовленных ОПК. Были выбраны условия: 5 дней при $t = 50^{\circ}\text{C}$ в термостате.

В этом эксперименте были смоделированы наиболее экстремальные условия, которые могли бы возникнуть в процессе транспортировки проб. Для такой проверки была выбрана аккредитованная лаборатория, с которой у провайдера заключен Договор на проведение проверки ОПК на однородность и стабильность.

После данной проверки был составлен Отчет № ПС50-ЗПГ-18-42 от 05.11.2018 г.


Данный Отчет доказывает, что фольгированная упаковка сохраняет свойства материала даже в наиболее агрессивных условиях внешней среды во время транспортировки.

После отправки всех ОПК, ведется мониторинг доставки проб по назначению. В случае поврежденной упаковки, утери образцы отправляются повторно.

7. Меры предосторожности

Каждому участнику присваивается свой индивидуальный Идентификационный номер лаборатории, который не подлежит разглашению.

Участники должны идентифицироваться в отчетах только с помощью данных номеров, известных только лицам, привлекаемым к процессу проведения программы проверки квалификации.

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПИ 007-2024 «ЗПИ - Зерно пшеницы. Показатели ИСО»	Редакция 01
		Страница 7 из 21

Вся информация, предоставляемая участниками провайдеру, рассматривается как конфиденциальная, за исключением информации, которую заказчик делает общедоступной, или при наличии договоренности между провайдером и заказчиком.

Участники могут публиковать информацию о своем личном функционировании, но не должны публиковать сравнительную информацию о других участниках, включая ранжирование (упорядочивание) показателей.

Провайдер проверки квалификации не сообщает данных об участнике третьим лицам и уведомляет участников перед раундом о недопустимости сговора между участниками или фальсификации результатов.

Провайдер вправе отказать в дальнейшем сотрудничестве недобросовестным участникам в случае подозрений в сговоре и фальсификации.

8. Предоставляемая информация для участников

Провайдер программы проверки квалификации направляет всем участникам План проведения программы проверки квалификации на текущий календарный год, опросный лист, бланк заявки на участие в программе проверки квалификации и специальные предложения со скидками.

Инструкция, направляемая участникам



ООО «Лаборатория качества»
+7 (499) 34-079-34

INFO@Q-LAB.PRO, Q-LAB@MAIL.RU
WWW.Q-LAB.PRO

Внимательно изучите инструкцию перед проведением анализа!

Проба зерна
Инструкция по использованию

НАЗНАЧЕНИЕ

Образец зерна предназначен для определения показателей качества с целью оценки достоверности полученных результатов в рамках проверки квалификации.
Образец зерна является представителем выборки средних проб одной партии зерна.

УСЛОВИЯ ХРАНЕНИЯ

Образец зерна необходимо использовать до истечения срока, указанного на упаковке.
Образец хранить при температуре не выше 25 °С в сухом месте, не находящемся под

прямыми солнечными лучами.

УКАЗАНИЯ К ПРИМЕНЕНИЮ

1. Упаковку образца зерна необходимо вскрыть непосредственно перед проведением анализа. В случае получения образца с нарушенной упаковкой или с какими-то другими замечаниями Вам необходимо сразу же заявить письменную претензию на электронную почту INFO@Q-LAB.PRO и Q-LAB@MAIL.RU в течение 3-х дней после получения образца для его замены. В случае отсутствия письменной претензии в указанный выше срок образец считается полученным без замечаний и участник ПК не имеет право предъявлять провайдеру ПК какие-либо связанные с этим претензии в дальнейшем.

2. К анализу не должны допускаться образцы с повреждённой упаковкой.

3. Перед проведением анализа дождитесь естественного выравнивания температуры образца зерна и температуры в лаборатории.

4. Показатели качества, указанные на упаковке образца зерна, должны быть определены в день вскрытия упаковки. Определение показателей качества одного образца зерна в разные дни не допускается!

5. Первоначально определяют влажность зерна, затем пробу очищают от крупной сорной примеси и определяют натуру, после чего проводят выделение навесок для анализов.

Отбор навесок из общей массы пробы зерна для определения показателей качества необходимо осуществлять в соответствии с п. 5.6. ГОСТ 13586.3-2015 (см. раздел инструкции «Процедура отбора навесок из пробы зерна»).

6. После определения показателей качества образца зерна, указанных на упаковке, полученные результаты необходимо занести в соответствующий протокол участника проверки квалификации. Заполненный протокол с результатами анализа необходимо передать для обработки на два адреса электронной почты INFO@Q-LAB.PRO и Q-LAB@MAIL.RU.

8. В случае невозможности определения всех показателей качества, указанных на упаковке образца зерна, соответствующие разделы протокола оставляют незаполненными.

ПРОЦЕДУРА ОТБОРА НАВЕСОК ИЗ ПРОБЫ ЗЕРНА

Отбор навесок зерна для проведения анализов осуществляют в соответствии с ГОСТ 13586.3-2015.


Из средней пробы с помощью делителя выделяют навески для проведения анализов.

Масса навески, выделяемой на делителе, должна быть не менее 25 г.

Если масса навески, выделенной на делителе, превышает более чем на 10% требуемую массу, излишек зерна отбирают следующим образом: выделенную порцию зерна высыпают на гладкую поверхность, разравнивают тонким слоем и плоским совочком отбирают излишек из разных мест по всей толщине слоя. Излишек зерна в навеске до 10% отбирают совочком с чашки весов из разных мест, предварительно разравняв навеску.

Если масса навески, выделенная на делителе, менее требуемой величины, то корректируют установку зазора на шкале и выделение навески повторяют.

Допускается смешивание средней пробы зерна и выделение из нее навесок ручным способом. См. пункт 5.2.2. вышеупомянутого ГОСТа.

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПИ 007-2024 «ЗПИ - Зерно пшеницы. Показатели ИСО»	Редакция 01
		Страница 9 из 21

9. Календарный план программы проверки квалификации

Программы проверки квалификации проводятся в соответствии с планом на 2023 г.

Вид планируемых программ проверки квалификации	Сроки проведения
«ЗП. Зерно пшеницы. Определение физико-химических свойств»	ЗПИ 24-041
• Подготовка ОПК	до 18.03.2024
• Рассылка ОПК	до 12.04.2024
• Пересылка участниками протокола программы проверки квалификации	до 26.04.2024
• Предоставление отчёта программы проверки квалификации	до 24.05.2024
Предполагаемое число участников	20

10. Методы измерений для проверки однородности и стабильности

10.1. Процедура проверки однородности.

Характеристики однородности оценивают, как правило, для всех аттестуемых компонентов. В обоснованных случаях допускается оценивать характеристики однородности по компонентам-индикаторам.


Влажность является одним из важнейших показателей качества зерна. Так, например, она влияет на изменение других показателей качества:

- Натура зерна есть масса одного литра зерна. При изменении влажности будет меняться и масса.
- При определении стекловидности, протеина, количества и качества клейковины зерна, при влажности зерна выше 17% его необходимо подсушивать (ГОСТ 10987-76).
- Масса навески для определения числа падения рассчитывается исходя из влажности размолотого зерна.

Таким образом, влажность зерна можно принять за компонент-индикатор и характеристику однородности зерна оценивать способом, основанным на многократных измерениях содержания влажности в нескольких пробах, отобранных случайным образом от всего объёма ОПК, с последующей обработкой результатов по схеме однофакторного дисперсионного анализа.

В системе менеджмента провайдера принято проверять пробы на однородность перед началом каждого раунда. График отправки проб на заверение однородности составляется начальником отдела проверки квалификации и доводится до ответственных сотрудников.

- 1) Из упакованных проб случайным образом отбирают G проб, где G=20.

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПИ 007-2024 «ЗПИ - Зерно пшеницы. Показатели ИСО»	Редакция 01
		Страница 10 из 21

- 2) Данная партия направляется выбранной компетентной лабораторией. Лаборатория выполняет измерения влажности в соответствии с соответствующим ГОСТ, указанным в протоколе.

На основе полученного среднего арифметического \bar{x} результатов двух параллельных определений, вычисляют выборочное стандартное отклонение

(внутриэкземплярное) s_w и межэкземплярное стандартное отклонение s_s в соответствии с АЗ.

10.2 Критерий проверки однородности


Сравнивают межэкземплярное стандартное отклонение s_s со стандартным отклонением оценки компетентности $\hat{\sigma}$. Пробы можно считать однородными, если:

$$s_s \leq 0,3\hat{\sigma} \quad (A1)$$

Коэффициент 0,3 означает, что при выполнении критерия межэкземплярное стандартное отклонение не превышает 10% стандартного отклонения экспериментальной проверки компетентности. Если этот критерий не выполняется, то координатор должен предпринять следующие действия.

- a) Проверить процедуру подготовки проб на предмет возможных улучшений.
- b) Распространить одинаковое количество проб на каждого участника программы экспериментальной проверки компетентности и потребовать, чтобы результаты измерений были получены на каждой пробе. Неоднородность проб увеличивает стандартное отклонение, характеризующее изменчивость в пределах проб:

$$\sigma_{r1} = \sqrt{\sigma_r^2 + s_s^2} \quad (A.2)$$

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПИ 007-2024 «ЗПИ - Зерно пшеницы. Показатели ИСО»	Редакция 01
		Страница 11 из 21

Использовать σ_{r1} вместо σ_r в выражении (A2) при выборе количества повторных измерений.

с) Включить межэкземплярное стандартное отклонение в стандартное отклонение экспериментальной проверки компетентности, вычисляя $\hat{\sigma}$ следующим образом:

$$\hat{\sigma} = \sqrt{\hat{\sigma}_r^2 + s_s^2}, \quad (A.3)$$

где $\hat{\sigma}_1$ - стандартное отклонение экспериментальной проверки компетентности, которое не включает предположений о неоднородности проб.

10.3 Формулы для проверки однородности

При проверке однородности данные имеют вид:

$$x_{t,k},$$

где t - соответствует пробе ($t=1, 2 \dots, g$);

k - соответствует исследуемой порции ($k=1, 2$).


По данным двух порций определяют выборочные средние и размахи:

$$\bar{x}_t = (x_{t,1} + x_{t,2}) / 2, \quad (A.4)$$

$$w_t = |x_{t,1} - x_{t,2}|. \quad (A.5)$$

Вычисляют общее среднее арифметическое (по порциям и пробам)

$$\bar{x} = \sum \bar{x}_t / g \quad (A.6)$$

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПИ 007-2024 «ЗПИ - Зерно пшеницы. Показатели ИСО»	Редакция 01
		Страница 12 из 21

и его стандартное отклонение

$$s_x = \sqrt{\sum (x_t - \bar{x})^2 / (g - 1)} . \quad (A.7)$$

Вычисляют стандартное отклонение в пределах проб

$$s_W = \sqrt{\sum w_t^2 / (2g)} , \quad (A.8)$$

где суммирование ведется по пробам ($t=1, 2, \dots, g$).

Затем вычисляют межэкземплярное стандартное отклонение

$$s_s = \sqrt{s_x^2 - (s_W^2 / 2)} . \quad (A.9)$$

Примечание - Вместо того чтобы использовать размахи, можно использовать стандартные отклонения между исследуемыми порциями $s_t = w_t \sqrt{2}$.

10.4 Процедура проверки стабильности

В раунде «Зерно Пшеницы» (18-42) Провайдер провел необходимые испытания на стабильность (Отчет № ПС-ЗПГ-18-02 от 05.11.2018 г.) А также провел испытания проб в термостате (моделируя наиболее неблагоприятные условия, возникающие в следствие транспортировки в южные регионы страны в теплое время года, например).(п.6)

При этом физико-химические процессы, происходящие в пробах продукции при её изготовлении и хранении материала и готовых ОПК однотипны.

Согласно ГОСТ Р 50779.60—2017 (ИСО 13528:2015):

«Если предыдущие экспериментальные исследования, опыт или знания позволяют быть уверенными в том, что нестабильность маловероятна, экспериментальную проверку стабильности можно проводить только в случае появления значительных изменений в процессе раунда проверки квалификации и после раунда».

В данной программе проверки квалификации не изменены процедуры по

подготовке и хранению проб.

Поэтому, опираясь на все вышеприведенные условия, Провайдер не проводит повторную проверку ОПК на стабильность.

11. Формы отчетных документов.

Образец проверки квалификации «ЗПИ»

Идентификацион
ный номер
участника:

--	--	--	--

(выдается при

регистрации)

№
испытания:

		-		
--	--	---	--	--

(см. упаковку пробы зерна)

№
пр
об
ы:

		-			-			-		
--	--	---	--	--	---	--	--	---	--	--

(см. упаковку пробы зерна)

Дата получения пробы:

--	--	--	--	--	--	--	--

(дд.мм.гггг)

Дата выполнения
измерения:

--	--	--	--	--	--	--	--

(дд.мм.гггг)

ВАЖНО! Упаковку пробы необходимо вскрыть непосредственно перед проведением анализа. В случае получения пробы с нарушенной упаковкой или с какими-то другими замечаниями Вам необходимо сразу же заявить письменную претензию на электронную почту INFO@Q-LAB.PRO и Q-LAB@MAIL.RU в течение 3-х дней после получения пробы для её замены.

В случае отсутствия письменной претензии в указанный выше срок проба считается полученной **без замечаний** и участник проверки квалификации не имеет право предъявлять провайдеру какие-либо связанные с этим претензии в дальнейшем.

Заполненный протокол отправляйте на 2 адреса электронной почты: INFO@Q-LAB.PRO и Q-LAB@MAIL.RU

Комментарии участника:

Влажность
ISO
ISO 712:2009

		,			%
--	--	---	--	--	---

(вставьте значение)

Натура
ISO 7971-
3:2019

		,		кг/гг
--	--	---	--	-------

(вставьте значение)

Число
падения
ISO 3093-2016

			с
--	--	--	---

(вставьте значение)

Протеин,
а.с.в.
ISO
20483:2013

		,			%
--	--	---	--	--	---

(вставьте значение)

Количество
клейковины
ISO
ISO 21415-2-
2019

		,		%
--	--	---	--	---

(вставьте значение)

Количество

клеяковины
ISO
 ISO 21415-
 1:2006

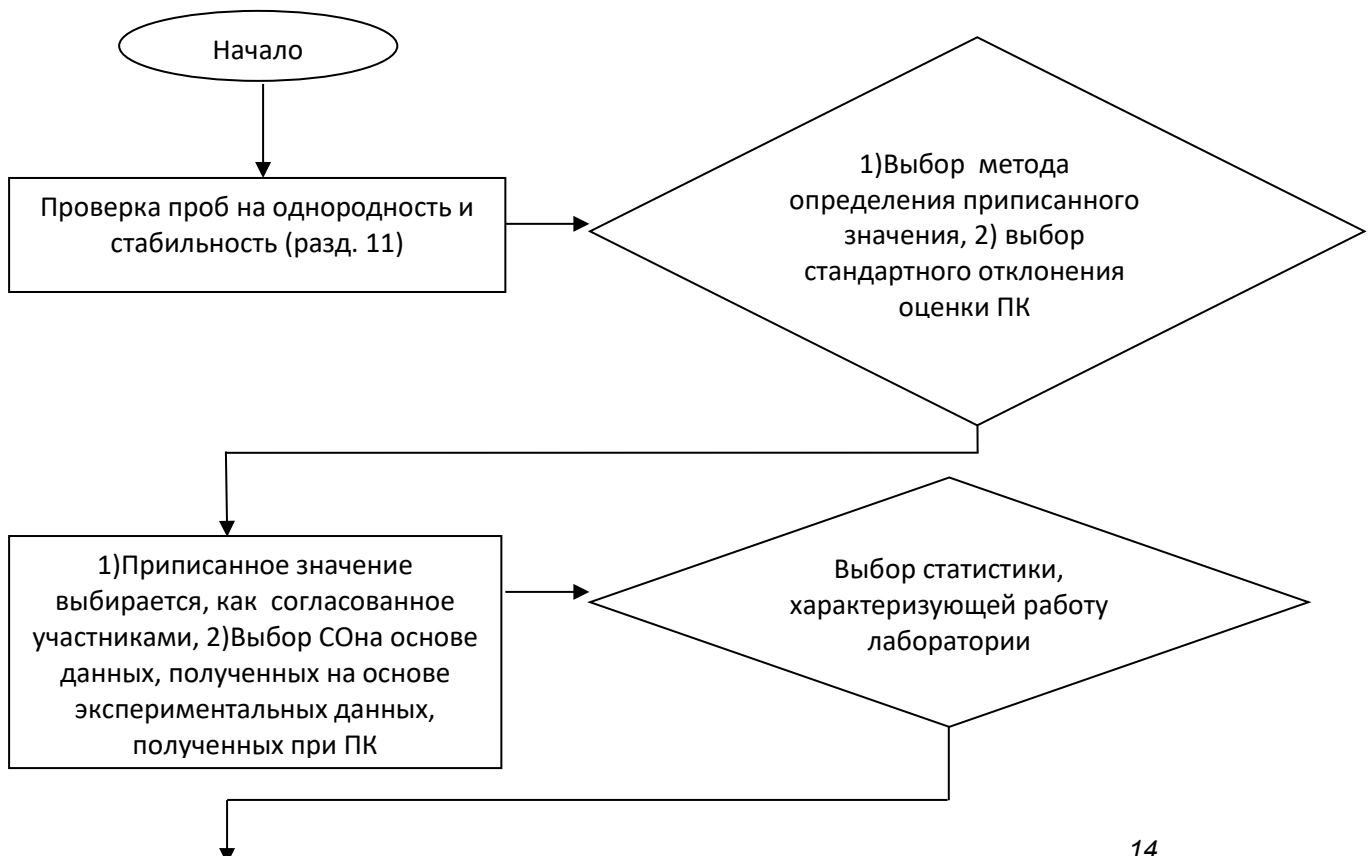
, %
 (вставьте значение)

Качество клейковины
ISO / Gluten Index
 ISO 21415-2-2019
 (результат округлять до
 целых)

(вставьте значение)

12. Описание используемого метода статистического анализа

Блок – схема применения статистического метода в программе проверки квалификации





12.1 Порядок обработки данных:

1. *Определение приписанного значения и его стандартной неопределенности.*

Приписанное значение определяется Координатором, как значение согласованное участниками вследствие того, что этот подход рекомендуется, как полезный при использовании реальных стандартизированных методов измерений (в соответствии с ГОСТ Р 50779.60—2017 (ISO 13528-2015)).

Количество участников проводимой программы проверки квалификации должно удовлетворять требованию выбранного метода определения приписанного значения.

Минимально допустимое количество участников программы -15.


В этом случае приписанное значение для исследуемого материала является робастным средним результатов, фиксируемых всеми участниками проверки, вычисленными с помощью алгоритма А в соответствии с приложением С, согласно действующему ГОСТ:

1.1. Располагают R данных в порядке неубывания:

$$x_1, x_2, x_3, \dots, x_i, \dots, x_p$$

Робастное выборочное среднее и робастное стандартное отклонение этих данных обозначают x^* и s^* . Вычисляют начальные значения для x^* и s^* .

$$x^* = \text{медиана}(x_1, x_2, \dots, x_p), \quad (C.1)$$

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПИ 007-2024 «ЗПИ - Зерно пшеницы. Показатели ИСО»	Редакция 01
		Страница 16 из 21

$$s^* = 1,483 \cdot \text{медиана} (|x_1 - x^*|, |x_2 - x^*|, \dots, |x_p - x^*|) \quad (C.2)$$

Вычисляют

$$\delta = 1,5s^* \quad (C.3)$$

Для каждого $x_i (i=1, 2, \dots, p)$ вычисляют:

$$x_i^* = \begin{cases} x^* - \delta, & \text{если } x_i < x^* - \delta \\ x^* + \delta, & \text{если } x_i > x^* + \delta \\ x_i, & \text{если } x^* - \delta \leq x_i \leq x^* + \delta \end{cases} \quad (C.4)$$

Вычисляют новые значения x^* и s^* :

$$x^* = \sum_{i=1}^p x_i^* / p \quad (C.5)$$


$$s^* = 1,134 \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^p (x_i^* - x^*)^2 / (p - 1)} \quad (C.6)$$

Робастные оценки x^* и s^* получают на основе итеративных вычислений, т.е. повторных вычислений x^* и s^* в соответствии с (C.1)-(C.6) с использованием измененных данных, до тех пор пока процесс не начнет сходиться, т.е. разности предыдущих и последующих значений x^* и s^* не станут пренебрежимо малы.

1.2. Далее стандартную неопределенность приписанного значения оценивают по формуле

$$u_X = 1,25 \cdot s^* / \sqrt{p}$$

2. Определение стандартного отклонения оценки компетентности.

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПИ 007-2024 «ЗПИ - Зерно пшеницы. Показатели ИСО»	Редакция 01
		Страница 17 из 21

2.1 Стандартное отклонение, исходя из конкретного показателя, берется из соответствующего стандарта, либо на основе данных, полученных при экспериментальной проверке компетентности в прошлых раундах, либо как робастное стандартное отклонение результатов участников раунда.

3. Вычисление статистики, характеризующей работу лаборатории.

Для количественного определения величины отклонения результата лаборатории относительно приписанного значения используют z-баллы. Перед расчётом z-баллов необходимо, чтобы выполнялось следующее соотношение:

$$\sigma_p \geq 0,3U_{\hat{X}} \quad (3.1)$$

где $U_{\hat{X}}$ - неопределенность приписанного значения \hat{X} , а σ_p – стандартное отклонение программы проверки квалификации. В этом случае z-балл для каждой лаборатории равен:


$$z = \frac{x - \hat{X}}{\sigma_p} \quad (3.2)$$

где x-результат, полученный лабораторией. Если соотношение 3.1 не выполняется, то расчёт z- баллов ведется по формуле:

$$z = \frac{x - \hat{X}}{\sqrt{(\sigma_p)^2 + (U_{\hat{X}})^2}} \quad (3.3)$$

Если допустить, что результаты, получаемые лабораторией, распределены нормально (пиком в области приписанного значения \hat{X} , поскольку лаборатория стремится выполнить анализ как можно точнее), то в этом случае 95% ее результатов находится в интервале значений z-баллов от - 2,00 до 2,00. Поэтому если результат участника находится в этом интервале, то он рассматривается как удовлетворительный.

Если результат участника находится в интервале $2,00 < |z| < 3,00$, то существует всего 1 шанс из 20, что распределение результатов данной лаборатории не смещено относительно приписанного значения и данное попадание носит случайный характер. Вероятность 1/20 достаточно мала, но, чтобы исключить ошибку при квалификации, лаборатория получает “сигнал предупреждения” по данному результату. Если в следующем раунде данная лаборатория опять получает $2,00 < |z| < 3,00$, то это уже указывает на систематический

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПИ 007-2024 «ЗПИ - Зерно пшеницы. Показатели ИСО»	Редакция 01
		Страница 18 из 21

характер смещения распределения результатов данной лаборатории относительно приписанного значения \hat{X} и в этом случае лаборатория получает “сигнал действий”.

Если лаборатория в данном раунде получает $|z| > 3,00$, то она сразу же получает “сигнал действий”, поскольку вероятность того, что результат носит случайный характер и в целом распределение ее результатов не смещено относительно приписанного значения составляет всего $1/300$, т.е. наступление такого события практически невероятно.

4.Графические методы для представления результатов, полученных в одном раунде экспериментальной проверки компетентности

Графики доступны всем участникам, предоставляя возможность каждому видеть, где расположены его собственные результаты по отношению к результатам других участников и располагаются в отчете провайдера. При этом используются числовые коды, так чтобы каждый участник мог идентифицировать свои результаты, но не мог идентифицировать результаты других участников.


Распределение результатов от лабораторий по каждому показателю представляется в виде простых столбчатых диаграмм, а также столбчатых диаграмм с учетом идентификационных номеров участников. Кроме того, при допущении, что распределение результатов каждой лаборатории носит нормальный характер, строится суммарная плотность распределения результатов. Для набора данных от лабораторий $x_i (i = 1, \dots, N)$ итоговая кривая распределения плотности данных будет описываться следующей формулой:

$$y = \frac{1}{h} \varphi\left(\frac{x - x_i}{h}\right)$$

где $\varphi(z) = \exp(-z^2/2)/\sqrt{2\pi}$ - функция распределения Гаусса (нормальное распределение).

Параметр h подбирается таким образом, чтобы сгладить незначимые возмущения и выделить существующие моды.

Также в графической части отчета приводится контрольная карта Шухарта для z-индекса. Контрольная карта Шухарта представляет собой график с отдельными значениями z-индекса и границами зон предупреждения и действий $\pm 2,00$ и $\pm 3,00$.

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПИ 007-2024 «ЗПИ - Зерно пшеницы. Показатели ИСО»	Редакция 01
		Страница 19 из 21

Правило интерпретации контрольной карты Шухарта состоит в том, что наблюдаемое значение считают выходящим за установленные границы зоны сигнала действий, если


- a) единственная точка выходит за пределы зоны сигнала действий ($|z| > 3,00$);
- b) две последовательные точки лежат в зоне сигнала предупреждения ($2,00 < |z| < 3,00$).

13. Отчетность по результатам анализа программы проверки квалификации

Отчет по итогам программы проверки квалификации должен включать в себя данные по распределению результатов всех ИЛ, принявших участие в программе проверки квалификации, а также информацию о качестве полученных каждой ИЛ результатов.

По результатам программы проверки квалификации координатор составляет итоговый отчет, в который включает следующую информацию:

- 1) Наименование раунда, наименование и контактные данные провайдера проверки квалификации;
- 2) ФИО и должность лиц, отвечающих за утверждение отчета;
- 3) указание работ, которые выполнялись по договору субподряда с провайдером проверки квалификации, если таковые проводились;
- 4) номера страниц и четкое обозначение конца отчета;
- 5) номер отчета и четкая идентификация программы проверки квалификации;
- 6) четкое описание используемых образцов для проверки квалификации, включая необходимые подробности подготовки образцов для проверки квалификации и оценки их однородности и стабильности;
- 7) результаты участников;
- 8) статистические данные и итоговые расчеты, включая приписанные значения и диапазон приемлемых результатов, и графические изображения;
- 9) процедуры, используемые для установления приписанного значения;
- 10) подробное описание метрологической прослеживаемости и неопределенности измерений каждого приписанного значения;
- 11) процедуры установления стандартного отклонения для оценки квалификации или другие критерии оценивания;
- 12) приписанные значения и итоговые статистики для методов или методик испытаний, используемых каждой группой участников (если различные методы использовались

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПИ 007-2024 «ЗПИ - Зерно пшеницы. Показатели ИСО»	Редакция 01
		Страница 20 из 21

различными группами участников);

13) процедуры, используемые для статистического анализа данных;

14) рекомендации по интерпретации статистического анализа. Результаты измерений и показатели качества измерений соотносятся только с кодом лаборатории, но не с ее названием.

Сроки представления отчетов испытательным лабораториям закрепляются в Дополнительном соглашении к Договору.

В случае получения неудовлетворительных результатов программы проверки квалификации ИЛ выясняет причины неудовлетворительных результатов и принимает меры по их устранению.

По инициативе ИЛ провайдер на договорной основе может оказать помощь ИЛ в выяснении причин получения неудовлетворительных результатов, в разработке рекомендаций по улучшению качества работы в ИЛ, в организации внутреннего контроля качества измерений, в том числе с применением ОК.


По итогам проведения программы проверки квалификации делаются выводы о качестве измерений в участвующих лабораториях. Также результаты программы проверки квалификации могут использоваться для:

- принятия мер по повышению качества измерений;
- оптимизации процедур аккредитации и инспекционного контроля ИЛ;
- совершенствования деятельности координаторов;
- формирования сети ИЛ высокого рейтинга.

Оптимизацию процедур аккредитации и инспекционного контроля ИЛ обеспечивают путем учета результатов программы проверки квалификации при:

- разработке программ аттестации аккредитуемых ИЛ и определении объема экспериментальной проверки их технической компетентности;
- формировании планов инспекционного контроля аккредитованных ИЛ;
- выборе форм проведения инспекционного контроля ИЛ и определении объема экспериментальной проверки технической компетентности ИЛ при инспекционном контроле;
- выборе показателей качества результатов измерений, контролируемых при экспериментальной проверке технической компетентности ИЛ.

ИЛ, демонстрирующие высокие показатели при проведении программы проверки квалификации могут иметь преимущественное право на проведение работ:

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПИ 007-2024 «ЗПИ - Зерно пшеницы. Показатели ИСО»	Редакция 01
		Страница 21 из 21

- при подтверждении обязательных требований технических регламентов;
- по международным соглашениям;
- при установлении (уточнении) метрологических характеристик используемых и внедряемых методик измерений;
- при аттестации СО и ОК для проведения программы проверки квалификации;
- при осуществлении других видов метрологических работ;
- в качестве третьей стороны при разрешении спорных ситуаций.

14. Степень гласности результатов.

По окончании раунда программы проверки квалификации лабораториям – участникам предоставляется отчёт с результатами испытаний (таблицы средних результатов, таблицы Z-индексов), которые не содержат наименований лабораторий – участников программы проверки квалификации, а лишь их кодовый номер.

Наименование лаборатории представлено лишь в заключении по результатам участия лаборатории в программе проверки квалификации.

Провайдер гарантирует неразглашение результатов участия в программе проверки квалификации лабораторий третьей стороне.

15. Действия, которые должны быть предприняты в случае утери или повреждения ОПК.

В случае потери или повреждения образца (любого нарушения герметичности упаковки), участник проверки квалификации сообщает об этом провайдеру в письменной либо в устной форме. Провайдер направляет повторно образец для ПК и контролирует доставку и получение участником. Повторная отправка пробы материала производится за счет провайдера и производится максимально быстро во избежание нарушения сроков проведения программы проверки квалификации.