

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

РАЗРАБОТАНО И УТВЕРЖДЕНО
Начальник отдела проверок квалификации
В.В.Кашникова
«**05**» января 2024г.



**ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
«ЗПГ - Зерно пшеницы. Показатели ГОСТ»**

02-ПР-ЗПГ 007-2024

Редакция №01

г. Москва

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПГ 007-2024 «ЗПГ - Зерно пшеницы. Показатели ГОСТ»	Редакция 01
		Страница 2 из 23

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 _____	15
13. Отчетность по результатам анализа программы проверки квалификации _____	19
14. Степень гласности результатов _____	23
15. Действия, которые должны быть предприняты в случае утери или повреждения ОПК _____	23

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПГ 007-2024 «ЗПГ - Зерно пшеницы. Показатели ГОСТ»	Редакция 01
		Страница 3 из 23

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.

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

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПГ 007-2024 «ЗПГ - Зерно пшеницы. Показатели ГОСТ»	Редакция 01
		Страница 4 из 23

3. Количество и тип предполагаемых участников программы проверки квалификации.

Участниками программы проверки квалификации «Зерно пшеницы. Показатели ГОСТ» 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 «ЗПГ - Зерно пшеницы. Показатели ГОСТ»:

1. Влажность, ГОСТ 13586.5-2015, 10,64-14,00, % (Указывается 2 знака после запятой);
2. Натура, ГОСТ 10840-2017, 710-828 г/л;
3. Стекловидность, ГОСТ 10987-76; 44-54 %;
4. Число падения, ГОСТ ISO 3093-2016; 80-431 с;
5. Белок с.в., ГОСТ 10846-91, 10,00-14,77 % (Указывается 2 знака после запятой);
6. Количество клейковины, ГОСТ Р 54478-2011, % 18,0-26,3 (Указывается один знак после запятой);
7. Качество клейковины, ГОСТ Р 54478-2011, 18-102, 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:

1. Недостаточная квалификация лаборанта;

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПГ 007-2024 «ЗПГ - Зерно пшеницы. Показатели ГОСТ»	Редакция 01
		Страница 5 из 23

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 ISO/IEC 17025-2019.

Для хранения сырья для производства ОПК и упакованных образцов для проверки квалификации предусмотрена изолированная холодильная камера с малошумной сплит-

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПГ 007-2024 «ЗПГ - Зерно пшеницы. Показатели ГОСТ»	Редакция 01
		Страница 6 из 23

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.

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

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПГ 007-2024 «ЗПГ - Зерно пшеницы. Показатели ГОСТ»	Редакция 01
		Страница 7 из 23

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

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

УСЛОВИЯ ХРАНЕНИЯ

Пробу зерна необходимо использовать до истечения срока годности, указанного на упаковке. Рекомендуется хранить пробу при температуре не выше 25°C.

УКАЗАНИЯ К ПРИМЕНЕНИЮ

1. Упаковку пробы зерна 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 программы проверки квалификации не имеет право предъявлять провайдеру проверки квалификации какие-либо связанные с этим претензии в дальнейшем.

2. К анализу не должны допускаться пробы зерна с истёкшим сроком годности (указан на упаковке).

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

4. Показатели качества, указанные на упаковке пробы зерна, должны быть определены в день вскрытия упаковки. Определение показателей качества одной пробы 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.

6. 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»).

7. После определения показателей качества пробы зерна, указанных на упаковке, полученные результаты необходимо занести в соответствующий протокол участника программы 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.

ВАЖНО! Существует возможность заполнять протокол с результатами программы проверки квалификации и отправлять его нам с помощью Интернет сайта WWW.Q-LAB.PRO в режиме ОН-ЛАЙН.

Для этого необходимо перейти по ссылке “Заполнить протокол программы проверки квалификации ONLINE” на Главной странице сайта.

В открывшейся странице в продукте “Зерно пшеницы” необходимо выбрать протокол проанализированной пробы (в данном случае Протокол марки 004-01). Далее, в появившейся форме для заполнения, нужно ввести Идентификационный номер Участника и Пароль, выданные организаторами. Обращаем Ваше внимание, что в случае неправильного ввода Вашего Идентификационного номера или Пароля система не позволит Вам приступить к заполнению протокола. В этом случае Вам необходимо связаться с организаторами и уточнить свои персональные данные.

Пароль предоставляется Вам на долговременной основе. Пожалуйста, сохраните его на будущее.

8. В случае невозможности определения всех показателей качества, указанных на упаковке пробы 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.

9. Календарный план программы проверки квалификации

Программы проверки квалификации проводятся в соответствии с планом на 2024 г.

Вид планируемых программ проверки квалификации	Сроки проведения раунда	
	ЗПГ 24-041	ЗПГ 24-042
«ЗП. Зерно пшеницы. Определение физико-химических свойств»		
• Подготовка ОПК	до 18.03.2024	до 14.10.2024
• Рассылка ОПК	до 12.04.2024	до 08.11.2024
• Пересылка участниками протокола программы проверки квалификации	до 26.04.2024	до 22.11.2024
• Предоставление отчёта программы проверки квалификации	до 24.05.2024	до 18.12.2024
Предполагаемое число участников	40	40

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

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПГ 007-2024 «ЗПГ - Зерно пшеницы. Показатели ГОСТ»	Редакция 01
		Страница 10 из 23

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 $G=20$.

2) Данная партия направляется выбранной компетентной лаборатории.

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 А3.

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.

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПГ 007-2024 «ЗПГ - Зерно пшеницы. Показатели ГОСТ»	Редакция 01
		Страница 11 из 23

а) Проверить процедуру подготовки проб на предмет возможных улучшений.

б) 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:

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

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:

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

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:

$$x_t = (x_{t,1} + x_{t,2}) / 2, \quad (\text{A.4})$$

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

Вычисляют общее среднее арифметическое (по порциям и пробам)

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

и его стандартное отклонение

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

Вычисляют стандартное отклонение в пределах проб

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

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

Затем вычисляют межэкземплярное стандартное отклонение

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

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.

11.1 Протокол для результатов программы проверки квалификации

В первом раунде программы проверки квалификации по Зерну Пшеницы будут проводиться параллельно 2 измерения: по ГОСТу и по стандартам ИСО.

Для тех участников, которые согласились участвовать сразу в двух параллельных программах проверки квалификации, будут отправлены две пробы зерна. Стандартный вес одной пробы зерна – 2000г.

Образец проверки квалификации «ЗПГ»

Идентификационн ый номер участника: (регистрации)	<table border="1" style="display: inline-table; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 20px; height: 20px;"></td> </tr> </table> (выдается при					Влажность <table border="1" style="display: inline-table; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 20px; height: 20px;"></td> <td style="width: 20px; height: 20px;"></td> </tr> </table> , <table border="1" style="display: inline-table; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 20px; height: 20px;"></td> <td style="width: 20px; height: 20px;"></td> </tr> </table> % ГОСТ 13586.5- 2015 Натура ГОСТ 10840-2017					(вставьте значение)
№ испытания:	<table border="1" style="display: inline-table; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 20px; height: 20px;"></td> <td style="width: 20px; height: 20px;"></td> </tr> </table> - <table border="1" style="display: inline-table; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 20px; height: 20px;"></td> <td style="width: 20px; height: 20px;"></td> </tr> </table> (см. упаковку пробы зерна)					(вставьте значение)	г/л (вставьте значение)				
№ пробы :											

□□	-	□□□□	-	□□	-	□□	-	□□□□□□
----	---	------	---	----	---	----	---	--------

(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.

Комментарии участника:

Стекловид

ность
ГОСТ 10987-76

□	□
---	---

 %
(вставьте значение)

Число
падения
ГОСТ ISO 3093-2016

□	□	□
---	---	---

 с
(вставьте значение)

Белок, с.в.
ГОСТ 10846-91

□	□
---	---

 ,

□	□
---	---

 %
(вставьте значение)

Количество
клеяковины
ГОСТ Р 54478-2011

□	□
---	---

 ,

□

 %
(вставьте значение)

Качество
клеяковины
ГОСТ Р 54478-2011

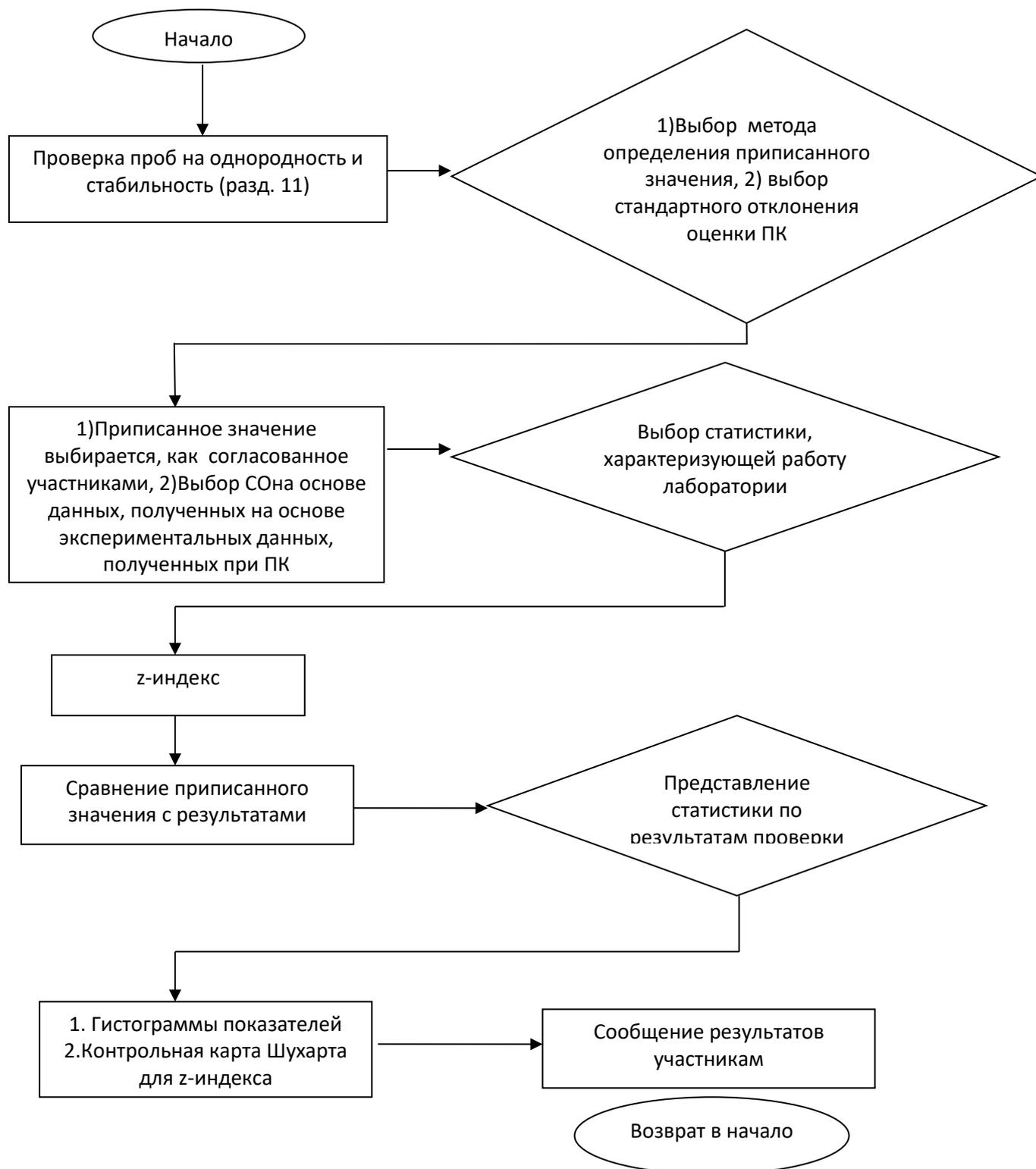
□	□	□
---	---	---

 ед. пр. ИДК
(указывать целое число, не округлять до 5 ед. пр. ИДК)
(вставьте значение)

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

12. Описание используемого метода статистического анализа

Блок – схема применения статистического метода в программе проверки квалификации



	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПГ 007-2024 «ЗПГ - Зерно пшеницы. Показатели ГОСТ»	Редакция 01
		Страница 16 из 23

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 -20.

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^* .

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

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

Вычисляют

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

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

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

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПГ 007-2024 «ЗПГ - Зерно пшеницы. Показатели ГОСТ»	Редакция 01
		Страница 17 из 23

Вычисляют новые значения x^* и s^* :

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

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

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.

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:

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

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПГ 007-2024 «ЗПГ - Зерно пшеницы. Показатели ГОСТ»	Редакция 01
		Страница 18 из 23

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 до 2. Поэтому если результат участника находится в этом интервале, то он рассматривается как удовлетворительный.

Если результат участника находится в интервале $2 < |z| < 3$, 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 $2 < |z| < 3$, то это уже указывает на систематический 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 $|z| > 3$, 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

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПГ 007-2024 «ЗПГ - Зерно пшеницы. Показатели ГОСТ»	Редакция 01
		Страница 19 из 23

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 $\pm 2,0$ и $\pm 3,0$.

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 ($|z| > 3$);
- b) две последовательные точки лежат в зоне сигнала предупреждения ($2 < |z| < 3$).

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:

	<p align="center">ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПГ 007-2024 «ЗПГ - Зерно пшеницы. Показатели ГОСТ»</p>	<p align="center">Редакция 01</p> <hr/> <p align="center">Страница 20 из 23</p>
---	--	---

- 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 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.

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПГ 007-2024 «ЗПГ - Зерно пшеницы. Показатели ГОСТ»	Редакция 01
		Страница 21 из 23

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

По окончании работ Координатор формирует дело по результатам программы проверки квалификации, включающее в себя следующие документы:

- программу проведения проверки квалификации;
- отчет о разработке ОК с указанием его метрологических характеристик;
- перечень ИЛ - участников программы проверки квалификации с указанием кодовых номеров;
- задание на проведение измерений ОК;
- протоколы результатов измерений ИЛ;
- заключения об участии в программе проверки квалификации для каждой ИЛ;
- итоговый отчет.

Дело по результатам программы проверки квалификации может включать в себя другие документы в соответствии с процедурой проведенных работ. Дело Координатор передаёт руководителю Провайдера для хранения.

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:

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПГ 007-2024 «ЗПГ - Зерно пшеницы. Показатели ГОСТ»	Редакция 01
		Страница 22 из 23

- 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:

- 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.

	ПРОГРАММА проверки квалификации 02-ПР-ЗПГ 007-2024 «ЗПГ - Зерно пшеницы. Показатели ГОСТ»	Редакция 01
		Страница 23 из 23

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.