

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

**РАБОТА СОСТАВЛЕНА И УТВЕРЖДЕНО**  
Начальник отдела проверок квалификации  
Н.В.Кашникова  
«06» января 2023г.




**ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ  
«Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ» на 2023 год**

**02-ПР-СП 009-2022**


Редакция №01

г. Москва

 <b>ЛАБОРАТОРИЯ КАЧЕСТВА</b>	<b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> <i>«Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</i>	<i>Редакция 01</i>
		<i>Страница 2 из 23</i>

### 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 _____	5
6. Требования к изготовлению, контролю качества, хранению и распределению ОПК ____	5
7. Меры предосторожности _____	7
8. Предоставляемая информация для участников _____	7
9. Календарный план этапов программы проверки квалификации _____	9
10. Методы измерений для проверки однородности и стабильности _____	10
11. Формы отчетных документов _____	14
12. Описание используемого метода статистического анализа _____	16
13. Отчетность по результатам анализа программы проверки квалификации _____	20
14. Степень гласности результатов _____	23
15. Действия, которые должны быть предприняты в случае утери или повреждения ОПК _____	23

	<b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> <i>«Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</i>	<i>Редакция 01</i>
		<i>Страница 3 из 23</i>

## 1. Информационные данные

1. Наименование провайдера проверки квалификации: ООО «ЛАБОРАТОРИЯ КАЧЕСТВА»
2. Адрес расположения: 127540, город Москва, ул. Дубнинская, дом 2, корпус 5, комната №15
3. Юридический адрес организации: 127540, город Москва, ул. Дубнинская, дом 2, корпус 5, комната №15
4. Почтовый адрес: 125124, г. Москва, ул. Правды, 26.
5. Адрес сайта в Интернете: [www.Q-LAB.pro](http://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; e-mail: [knv@q-lab.pro](mailto:knv@q-lab.pro); [Q-LAB@mail.ru](mailto:Q-LAB@mail.ru).
  - Координатор Программы проверки квалификации – Кашников Д.В.; телефон +7(499) 34-079-34; e-mail: [Q-LAB.pro](mailto:Q-LAB.pro); [Q-LAB@mail.ru](mailto:Q-LAB@mail.ru)
  - Технический эксперт – Юрков М.А.; телефон +7(499) 34-079-34; e-mail: [info@Q-LAB.pro](mailto:info@Q-LAB.pro); [Q-LAB@mail.ru](mailto:Q-LAB@mail.ru)
  - Консультанты: Черных И.В., Лебедев А.В.


## 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».

	<b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> <i>«Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</i>	<i>Редакция 01</i>
		<i>Страница 4 из 23</i>

Для отправки ОПК участникам ПК, а также для срочной доставки документации провайдером выбрана компания по экспресс-доставке ИП «Федоров Алексей Евгеньевич».

### **3. Количество и тип предполагаемых участников программы проверки квалификации.**

Участниками программ проверки квалификации «Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ» являются испытательные лаборатории, работающие в сфере агропромышленного комплекса.

Данные программы проверки квалификации интересны предприятиям, занимающимся изготовлением и хранением, экспортом семян подсолнечника (КХП, элеваторы), сюрвейерским организациям, а также научно-исследовательским институтам, работающим в данной сфере.


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

Минимальное количество предполагаемых участников принимается равным 15.

Это позволяет использовать провайдеру робастный анализ и дает возможность на основе большей выборки результатов получить наиболее точное приписанное значение.

### **4. Измеряемые характеристики и их диапазоны**

1. Массовая доля влаги, ГОСТ 10856-96, 6,00-8,00 % (указывается до сотых);
2. Кислотное число масла, ГОСТ 10858-77, 0,7-5,0 мг КОН/г (указывается до десятых);
3. Массовая доля масла, а.с.в. ГОСТ 10857-64, 40,00-49,65 %, (указывается до десятых);
4. Сорная примесь, а.с.в., ГОСТ 10854-2015, 1,0-3,1 %, (указывается до десятых);
5. Масличная примесь, ГОСТ 10854-2015, 4,3-8,8 %, (указывается до десятых).

	<b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> <i>«Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</i>	<i>Редакция 01</i>
		<i>Страница 5 из 23</i>

## **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;
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 ненормальный 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.**

Провайдер заключает Договор с поставщиком сырья для изготовления ОПК. Поставщик выбирается в соответствии с «Критериями выбора поставщиков для Программ проверки квалификации». Одно из обязательных условий Договора является приемка материала с предоставлением соответствующих документов, удостоверяющих качество

	<b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> <i>«Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</i>	<i>Редакция 01</i>
		<i>Страница 6 из 23</i>

сырья (сертификат соответствия), документы, подтверждающие гарантию производителя на поставляемый товар и иные документы, требуемые в соответствии с законодательством РФ и настоящим договором).

Приемка сырья и условия транспортировки осуществляются в соответствии с условиями, изложенными в ГОСТ 10852-86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб», а также ГОСТ 22391-2015 «Подсолнечник. Технические условия».

Дальнейшее изготовление образцов для ПК осуществляется провайдером ООО «Лаборатория качества» в строгом соответствии с «Регламентом разработки образцов семян подсолнечника для проверки квалификации лабораторий в рамках проведения программы проверки квалификации (образцы СП)».

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 предусмотрен специальный изолированный термоконтейнер с возможностью поддержания постоянной температуры, исключая резкие перепады температуры и влажности. В термоконтейнере поддерживается постоянная температура от 17 до 25 °С, которая контролируется ежедневно с помощью установленного внутри контейнера регистратора температуры. Показания регистратора температуры ежедневно 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°C), Провайдер провел испытания на стабильность изготовленных ОПК. Были выбраны условия: 5 дней при  $t = 40^{\circ}\text{C}$  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 №ПС40-СПГ-19-51.

	<b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> <i>«Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</i>	<i>Редакция 01</i>
		<i>Страница 7 из 23</i>

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.


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.

	<b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> <i>«Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</i>	<i>Редакция 01</i>
		<i>Страница 8 из 23</i>

### 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!**

**Образец для проверки квалификации.**  
**Семена подсолнечника.**  
**Инструкция по использованию**

#### **НАЗНАЧЕНИЕ**

Образец предназначен для определения показателей качества с целью оценки достоверности полученных результатов в рамках проверки квалификации.

Образец является представителем выборки средних проб одной партии семян подсолнечника.


#### **УСЛОВИЯ ХРАНЕНИЯ**

Образец семян подсолнечника 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 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](mailto:INFO@Q-LAB.PRO) и [Q-LAB@MAIL.RU](mailto: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 не имеет право предъявлять провайдеру проверок квалификации 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 и температуры в лаборатории.
4. Показатели качества, указанные на упаковке образца, должны быть определены в день вскрытия упаковки. Определение показателей качества одного образца в разные дни не допускается!
5. Перемешивание и выделение навесок для определения показателей качества осуществляют в соответствии с пп.2.5 и 2.6. ГОСТ 10852-86.
6. Первоначально определяют влажность, затем образец очищают от крупной сорной примеси и проводят выделение навесок для других анализов.



	<b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> <i>«Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</i>	<i>Редакция 01</i>
		<i>Страница 9 из 23</i>

7. После определения показателей качества образца, 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](mailto:INFO@Q-LAB.PRO) и [Q-LAB@MAIL.RU](mailto:Q-LAB@MAIL.RU).

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

### **ПРОЦЕДУРА ВЫДЕЛЕНИЯ НАВЕСОК**

Отбор навесок для проведения анализов осуществляют в соответствии с ГОСТ 10852-86. Из перемешанной в соответствии с требованиями п.2.5.2 средней пробы выделяют навеску для определения влажности, затем среднюю пробу взвешивают с точностью до 0,1 г и выделяют из нее крупную сорную примесь.

После этого среднюю пробу перемешивают вновь в соответствии с требованиями п.2.5.2 и выделяют навески для определения других показателей качества.


Навески выделяют вручную или на делителе в соответствии с требованиями пп.2.5.3 и 2.5.4. Если масса навески, выделенная на делителе или вручную, превышает требуемую массу, излишек семян допускается отбирать следующим образом: выделенную порцию семян высыпают на гладкую поверхность, разравнивают тонким слоем и совочком отбирают излишек из разных мест по всей толщине слоя. Излишек семян в навеске отбирают совочком с чашки весов из разных мест, предварительно разравняв навеску.

**Выделение навесок и определение качества семян проводят по схеме, изображенной на чертеже в п.2.7 упомянутого ГОСТа.**

### **9. Календарный план программы проверки квалификации**

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

<b>Вид планируемых программ проверки квалификации</b>	<b>Сроки проведения раунда</b>
<b>«СПГ. Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</b>	<b>СПГ 23-51</b>
• Подготовка ОПК	22.05.2023
• Рассылка ОПК	До 23.06.2023
• Пересылка участниками протокола программы проверки квалификации	До 07.07.2023
• Предоставление отчёта программы проверки квалификации	04.08.2023
Предполагаемое число участников	35

 ЛАБОРАТОРИЯ КАЧЕСТВА	<b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> <i>«Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</i>	<i>Редакция 01</i>
		<i>Страница 10 из 23</i>

## 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.

Одним из важнейших показателей качества подсолнечника является влажность. Так, ГОСТ 29142-91 устанавливает строгие требования к приёмке, транспортировке и хранению семян подсолнечника:

"Средние пробы должны быть упакованы в плотные, воздухонепроницаемые и влагонепроницаемые емкости с герметично закрывающимися крышками. Емкости должны быть полностью заполнены, а крышки плотно закрыты, во избежание любых изменений в исходной влажности пробы."


Техническими условиями устанавливается достаточно низкий диапазон влажности (6-8%) семян, допускающихся к приёмке на предприятиях. Это объясняется тем, что повышение влажности сверх установленной нормы может приводить к необратимым изменениям в качестве продукта при хранении - внутренний гидролиз, окисление жиров и т.д., вследствие чего продукт теряет свои технологические свойства.

Таким образом, характеристику однородности состава семян подсолнечника следует оценивать способом, основанным на многократных измерениях массовой доли влаги в нескольких пробах, отобранных случайным образом от всего объёма ОПК, с последующей обработкой результатов по схеме однофакторного дисперсионного анализа.

Исходя из этого, при формировании партии ОПК необходимо добиваться максимальной однородности показателя влажности семян подсолнечника, и как следствие, показатель влажности может являться компонентом-индикатором для оценки однородности всей партии ОПК.

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.

	<p style="text-align: center;"><b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> «Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</p>	Редакция 01
		Страница 11 из 23

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.

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:

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

	<b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> <i>«Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</i>	<i>Редакция 01</i>
		<i>Страница 12 из 23</i>

Использовать  $\sigma_{r1}$  вместо  $\sigma_r$  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)

	<b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> <i>«Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</i>	<i>Редакция 01</i>
		<i>Страница 13 из 23</i>

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

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**

Стабильность замеряется в три этапа во время проведения раунда программы проверки квалификации: 1) в самом начале раунда, 2) в середине раунда (время проведения замера приблизительно совпадает со временем проведения замеров лабораториями – участницами), 3) конец раунда.

По получении Протоколов от аккредитованной лаборатории формируется Отчет. Полученные приписанные значения сравниваются со значениями, полученными в ходе проведения программы проверки квалификации.

1. Для проверки стабильности используют ту же самую лабораторию, что и для проверки однородности. Используют тот же метод измерений и измеряют ту же характеристику материала.

	<b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> «Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»	Редакция 01
		Страница 14 из 23

2. Временной интервал для проверки однородности и стабильности должен соответствовать интервалу времени получения результатов участниками экспериментальной проверки компетентности.
3. Отбирают случайным образом  $g$  проб, где  $g=3$ . (принимается минимально допустимое количество проб)
4. Подготавливают две исследуемые порции из каждой пробы, используя те же методики, что и при проверке однородности.
5. Отбирают случайным образом достаточное количество исследуемых порций, получают результаты измерений  $y_{t,k}$  на каждой порции и формируют серию измерений в условиях повторяемости.
6. Вычисляют общее среднее арифметическое  $\bar{y}$  измерений, полученных при проверке стабильности.

### 10.5 Критерий проверки стабильности

Сравнивают среднее арифметическое результатов измерений, полученных при проверке однородности, с общим средним арифметическим результатов, полученных при проверке стабильности. Пробы можно считать стабильными, если


$$|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0,3\sigma \quad (A.10)$$

Если этот критерий не выполняется, следует рассмотреть процедуры приготовления и хранения проб на предмет возможного улучшения.

## 11. Формы отчетных документов.

### 11.1 Протокол для результатов программы проверки квалификации

Вместе с ОПК всем участникам программы проверки квалификации направляется Протокол с указанием методики испытаний.

	<b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> «Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»	<b>Редакция 01</b>
		Страница 15 из 23

### Образец проверки квалификации «СПГ»

Идентификационный номер участника:   
 (выдается при регистрации)

№ испытания:  -   
 (см. упаковку пробы)

№ пробы:  -  -  -  -   
 (см. упаковку пробы)

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](mailto:INFO@Q-LAB.PRO) и [Q-LAB@MAIL.RU](mailto: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 ПК не имеет право предъявлять провайдеру ПК какие-либо связанные с этим претензии в дальнейшем.

**Комментарии участника:**

**Массовая доля влаги**   
 ГОСТ 10856-96 (вставьте значение)

**Кислотное число масла**   
 ГОСТ 10858-77 (вставьте значение)

**Массовая доля масла, а.с.в.**   
 ГОСТ 10857-64 (вставьте значение)

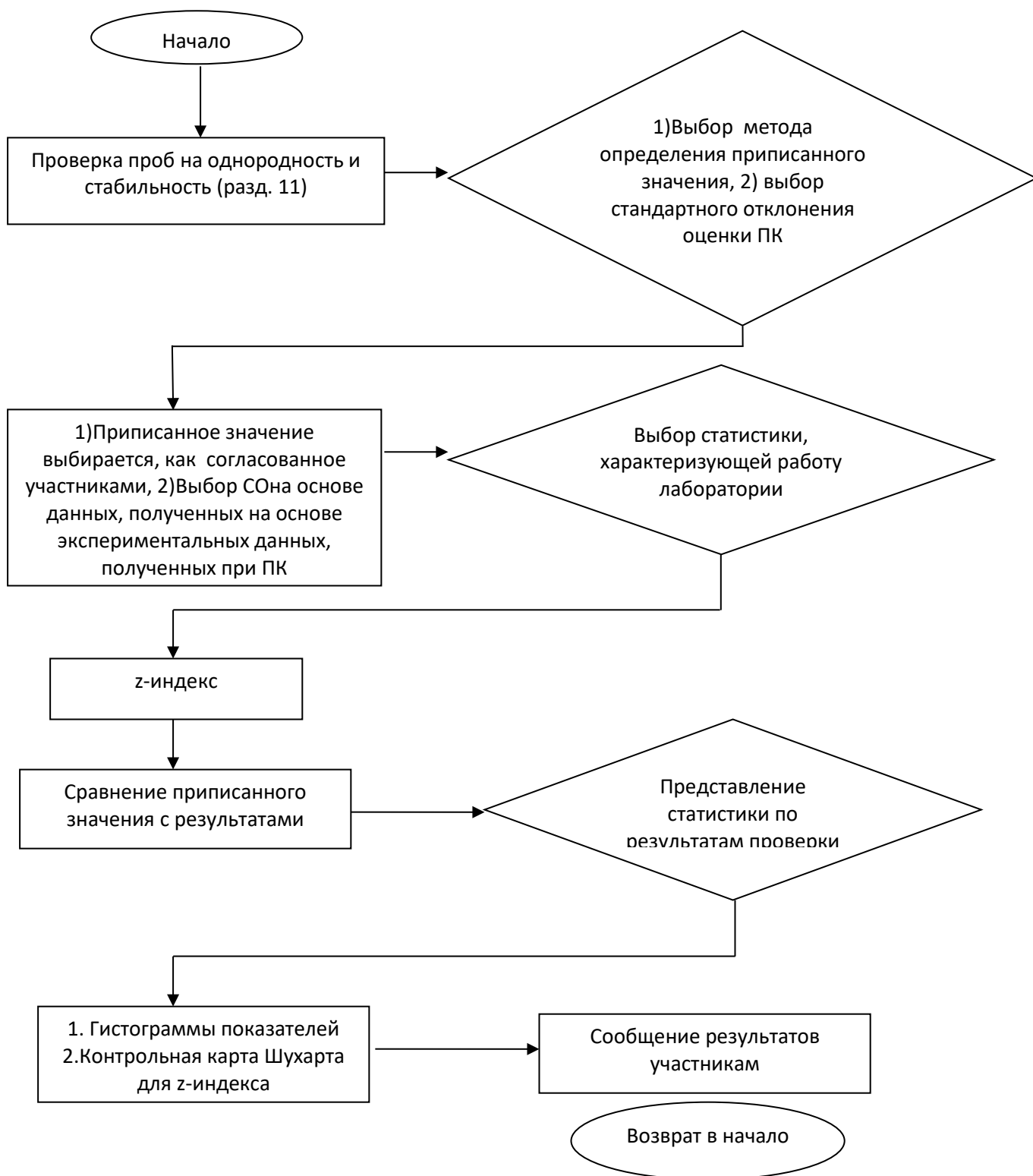
**Сорная примесь**   
 ГОСТ 10854-2015 (вставьте значение)  
 Указывать общее содержание

**Масличная примесь**   
 ГОСТ 10854-2015 (вставьте значение)  
 Указывать общее содержание


Заполненный протокол отправляйте на 2 адреса электронной почты: [INFO@Q-LAB.PRO](mailto:INFO@Q-LAB.PRO) и [Q-LAB@MAIL.RU](mailto:Q-LAB@MAIL.RU).

## 12. Описание используемого метода статистического анализа

### Блок – схема применения статистического метода в программе проверки квалификации





	<p style="text-align: center;"><b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> «Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</p>	Редакция 01
		Страница 17 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 - 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 $P$ 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:

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

	<b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> <i>«Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</i>	<i>Редакция 01</i>
		<i>Страница 18 из 23</i>

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:

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

	<b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> <i>«Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</i>	<i>Редакция 01</i>
		<i>Страница 19 из 23</i>

где  $U_{\hat{X}}$  - неопределенность приписанного значения  $\hat{X}$ , а  $\sigma_p$  – 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 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

	<b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> <i>«Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</i>	<i>Редакция 01</i>
		<i>Страница 20 из 23</i>

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  $\pm 3,00$ .

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

- а) единственная точка выходит за пределы зоны сигнала действий ( $|z| > 3,00$ );
- б) 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.


 ЛАБОРАТОРИЯ КАЧЕСТВА	<b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ</b> <b>02-ПР-СП 009-2023</b> <i>«Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</i>	<i>Редакция 01</i>
		<i>Страница 21 из 23</i>

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 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.

 ЛАБОРАТОРИЯ КАЧЕСТВА	<b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> <i>«Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</i>	<i>Редакция 01</i>
		<i>Страница 22 из 23</i>

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:

- 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.

 ЛАБОРАТОРИЯ КАЧЕСТВА	<b>ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ 02-ПР-СП 009-2023</b> <i>«Семена подсолнечника. Показатели ГОСТ»</i>	<i>Редакция 01</i>
		<i>Страница 23 из 23</i>

#### **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, что закрепляется в Договоре.

#### **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.