

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ЗАЩИТЫ ПРАВ ПОТРЕБИТЕЛЕЙ И БЛАГОПОЛУЧИЯ ЧЕЛОВЕКА

Федеральное бюджетное учреждение здравоохранения

«ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЦЕНТР ГИГИЕНЫ И ЭПИДЕМИОЛОГИИ»

Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей
и благополучия человека

**ПРОВАЙДЕР ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ ЛАБОРАТОРИЙ ПОСРЕДСТВОМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ
ИСПЫТАНИЙ - АТТЕСТАТ АККРЕДИТАЦИИ RA.RU.430237 от 18.08.2017**

Варшавское ш., 19А, Москва, 117105

Утверждаю

Заместитель Руководителя

Провайдера

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора

Л.С. Осипова

2023 г.



Сводный отчет № 1Б05/23

результатов участия лабораторий в межлабораторных сравнительных испытаниях

2 этапа 2023 года

«ОК ФЦ 2023»

образец для проверки квалификации ОК 1Б05/23

шифр ОК

Сведения об образце для проверки квалификации ОК 1B05/23..

| шифр образца | объект исследования | определяемый показатель | | характеристика образца |
|--------------|---------------------------|--|------------------|--|
| | | ¹³⁷ Cs | ⁹⁰ Sr | |
| ОК 1B05/23 | пищевой продукт: пшено | удельная активность радионуклида ¹³⁷ Cs | | Образец изготовлен на основе крупы (пшено) и представляет собой объемный гранулированный материал с насыпной плотностью 0,78 кг/дм ³ в расфасовке 1,1 литра, который поставляется в герметичной плотной пластиковой упаковке. Образец содержит радионуклиды ¹³⁷ Cs и ⁹⁰ Sr. |
| | | удельная активность радионуклида ⁹⁰ Sr | | |

Критерии оценки результатов испытаний.

- В качестве приписанных значений ОК приняты удельные активности, указанные в отчете о разработке образца:
- удельная активность радионуклида ¹³⁷Cs = 34,1 Бк/кг, расширенная неопределенность 7,6% (K=2);
 - удельная активность радионуклида ⁹⁰Sr = 31,9 Бк/кг, расширенная неопределенность 9,2% (K=2).
- Проверка данных на наличие статистических выбросов проведена с использованием критерия Граббса на один выброс (ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002, п. 7.3.4.).

Статистическая обработка результатов испытаний проведена в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р 50779.60-2017 (пункты 7.4; 8.1.2; 8.2; 9.5) по критерию «Z'-индекс» с учетом стандартной неопределенности приписанного значения, т.к. она считается значимой ($u(x_{rt}) > 0.3\sigma_{rt}$) и подлежит учету при интерпретации результатов:

$$Z'_i = \frac{x_i - x_{rt}}{\sqrt{\sigma_{rt}^2 + u^2(x_{rt})}} ; \quad \sigma_{rt}^{137Cs} = \frac{0,35x_{rt}^{137Cs}}{3} ; \quad \sigma_{rt}^{90Sr} = \frac{0,35x_{rt}^{90Sr}}{3}$$

где: x_i – результат лаборатории;

x_{rt} – приписанное значение ОК;

$u(x_{rt})$ – стандартная неопределенность приписанного значения;

σ_{rt} – стандартное отклонение для оценки квалификации.

Критерии оценки результатов (пункт В.4.1.1 приложения В ГОСТ ISO/IEC 17043—2013):

$|Z| \leq 2$ – результат признан удовлетворительным;

$2 < |Z| \leq 3$ – результат признан сомнительным; *

$|Z| > 3$ – результат признан неудовлетворительным. **

* – требует выполнения предупредительных действий;

** – требует выполнения корректирующих действий.

Сводная информация о результатах участия ИЛ в районе

| Информация о полученных результатах испытаний | ОК 1Б05/23 образец пищевого продукта | | |
|--|--------------------------------------|---------------------------|----|
| | Удельная активность Cs-137 | Удельная активность Sr-90 | |
| Результат, % | Удовлетворительно | 84 | 86 |
| | Сомнительно | 12 | 9 |
| | Неудовлетворительно | 4 | 5 |
| Число результатов испытаний, подученных от ИЛ – участников МСИ | Всего | 25 | 22 |
| | Удовлетворительных | 21 | 19 |
| | Сомнительных | 3 | 2 |
| | Неудовлетворительных | 1 | 1 |

Результаты участия лабораторий в межлабораторных сравнительных испытаниях приведены в сводной таблице.

**Сводная таблица
оценки качества результатов испытаний образца для проверки квалификации ОК 1Б05/23
по определению удельной активности Cs-137 и Sr-90 в пищевом продукте**

| № п/п | Кодовый номер ИЛ | Удельная активность Cs-137 | | | | Удельная активность Sr-90 | | | | | |
|-------|------------------|------------------------------|------------------------------|---------------------------------|-------------------------------------|---------------------------|---------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|-------------------------------------|-------------------|
| | | Результат испытаний Бк/кг | Средство измерения Cs-137 | Неопр-ть результата Бк/кг | Значение Z ² -индекса | Заключение | Результат испытаний Бк/кг | Средство измерения Sr-90 | Неопр-ть результата Бк/кг | Значение Z ² -индекса | Заключение |
| 1 | 1039 | 41,31 | МКС-01А "Мультирад" | 16,45 | 1,72 | Удовлетворительно | 38,19 | МКС-01А "Мультирад" | 16,24 | 1,57 | Удовлетворительно |
| 2 | 1375 | 33,5 | МКС-01А "Мультирад" | 5,6 | -0,14 | Удовлетворительно | 31,3 | МКС-01А "Мультирад" | 7,4 | -0,15 | Удовлетворительно |
| 3 | 1867 | 36,41 | УСК "Гамма Плюс" | 12,77 | 0,55 | Удовлетворительно | 33,35 | УСК "Гамма Плюс" | 11,88 | 0,36 | Удовлетворительно |
| 4 | 2342 | 32,82 | МКС-01А "Мультирад" | 6 | -0,31 | Удовлетворительно | 34,96 | МКС-01А "Мультирад" | 15,68 | 0,77 | Удовлетворительно |

| № п/п | Кодовый номер ИЛ | Удельная активность Cs-137 | | | | | Удельная активность Sr-90 | | | | |
|-------|------------------|---|-----------------------------------|---------------------------------|-------------------------------------|---------------------|---|--------------------------------|---------------------------------|-------------------------------------|------------|
| | | Результат испытаний Бк/кг | Средство измерения Cs-137 | Неопр-ть результата Бк/кг | Значение Z ² -индекса | Заключение | Результат испытаний Бк/кг | Средство измерения Sr-90 | Неопр-ть результата Бк/кг | Значение Z ² -индекса | Заключение |
| | | Приписанное значение ОК: X _{pl} = 34,1 Бк/кг | | | | | Приписанное значение ОК: X _{pl} = 31,9 Бк/кг | | | | |
| 5 | 2871 | 35,49 | МКС-01А "Мультирад" | 8,96 | 0,33 | Удовлетворительно | Нет данных | - | - | - | - |
| 6 | 2909 | 29,5 | УСК "Гамма Плюс" | 5,9 | -1,1 | Удовлетворительно | УСК "Гамма Плюс" | 6,1 | 0,3 | Удовлетворительно | |
| 7 | 3386 | 30,67 | УСК "Гамма Плюс" | 6,27 | -0,82 | Удовлетворительно | УСК "Гамма Плюс" | 9,38 | -0,5 | Удовлетворительно | |
| 8 | 3460 | 34,88 | МКС-01А "Мультирад" | 5,82 | 0,19 | Удовлетворительно | МКС-01А "Мультирад" | 1,17 | 0,77 | Удовлетворительно | |
| 9 | 3713 | 26,09 | СК "Прогресс" Ар-Б-Г | 4,53 | -1,91 | Удовлетворительно | МКТБ-01 "Радэк" | 4,24 | -0,84 | Удовлетворительно | |
| 10 | 3810 | 36,1 | МКС-01А "Мультирад" | 3,19 | 0,48 | Удовлетворительно | МКС-01А "Мультирад" | 2,62 | 0,6 | Удовлетворительно | |
| 11 | 4170 | 31,13 | СК "Прогресс" Ар-Б-Г | 5,57 | -0,71 | Удовлетворительно | СК "Прогресс" Ар-Б-Г | 4,54 | 0,31 | Удовлетворительно | |
| 12 | 5351 | 49,56 | СК "Прогресс" Ар-Б-Г | 7,6 | 3,69 | Неудовлетворительно | СК "Прогресс" Ар-Б-Г | 12,98 | 0,41 | Удовлетворительно | |
| 13 | 5653 | 42,9 | МКС-АТ 1315 | 7,3 | 2,1 | Сомнительно | МКС-АТ 1315 | 8,14 | 2,9 | Сомнительно | |
| 14 | 5676 | 33,6 | СК "Прогресс" | 6,7 | -0,12 | Удовлетворительно | СК "Прогресс" | 5,2 | -0,28 | Удовлетворительно | |
| 15 | 5935 | 43 | Гамма- спектрометр CANBERRA | 9 | 2,13 | Сомнительно | PKC-AT 1329 | 8 | 8,78 | Неудовлетворительно | |
| 16 | 6445 | 36 | DSPec | 7 | 0,45 | Удовлетворительно | МКС-01А "Мультирад" | 6,5 | 0,28 | Удовлетворительно | |

| № п/п | Коловый номер ИД | Удельная активность Cs-137 | | | | | Удельная активность Sr-90 | | | | |
|-------|------------------|--|------------------------------|---------------------------------|-------------------------------------|-------------------|--|--------------------------------|---------------------------------|-------------------------------------|-------------------|
| | | Результат испытаний Бк/кг | Средство измерения Cs-137 | Неопр-ть результата Бк/кг | Значение Z ² -индекса | Заключение | Результат испытаний Бк/кг | Средство измерения Sr-90 | Неопр-ть результата Бк/кг | Значение Z ² -индекса | Заключение |
| | | Приписанное значение ОК: $X_{pr} = 34,1$ Бк/кг | | | | | Приписанное значение ОК: $X_{pr} = 31,9$ Бк/кг | | | | |
| 17 | 6606 | 33,94 | СК "Прогресс" | 6,35 | -0,04 | Удовлетворительно | 37,66 | СК "Прогресс" | 12,6 | 1,44 | Удовлетворительно |
| 18 | 6706 | 32,95 | МКГБ-01 "Радэк" | 3,3 | -0,27 | Удовлетворительно | Нет данных | - | - | - | - |
| 19 | 6982 | 30,37 | УСК "Гамма Плюс" | 5,87 | -0,89 | Удовлетворительно | 33,82 | УСК "Гамма Плюс" | 19,78 | 0,48 | Удовлетворительно |
| 20 | 7894 | 43,4 | СК "Гамма-1С" | 15 | 2,22 | Сомнительно | 27,4 | СК "Бета-1С" | 10 | -1,13 | Удовлетворительно |
| 21 | 8466 | 32,47 | МКС-01А "Мультирад" | 5,56 | -0,39 | Удовлетворительно | 36,09 | МКС-01А "Мультирад" | 7,42 | 1,05 | Удовлетворительно |
| 22 | 8534 | 40,31 | МКГБ-01 "Радэк" | 4,58 | 1,48 | Удовлетворительно | 21,89 | МКГБ-01 "Радэк" | 2,1 | -2,5 | Сомнительно |
| 23 | 8942 | 29,84 | МКС-01А "Мультирад" | 5,31 | -1,02 | Удовлетворительно | 29,24 | МКС-01А "Мультирад" | 22,3 | -0,67 | Удовлетворительно |
| 24 | 9100 | 40 | МКГБ-01 "Радэк" | 6 | 1,41 | Удовлетворительно | 32,9 | МКГБ-01 "Радэк" | 4,5 | 0,25 | Удовлетворительно |
| 25 | 9333 | 30,8 | МКС-01А "Мультирад" | 6,2 | -0,79 | Удовлетворительно | Нет данных | - | - | - | - |

Имя, фамилия и контактные данные координатора (размещены на сайте):

Координатор раунда:

| № п.п. | ФИО | Направление однородных исследований | Внутренний телефон |
|--------|-----------------------------|-------------------------------------|--------------------|
| 1. | Кувшинников Сергей Иванович | Группа радиологических исследований | доб. 220 |

Указание работ, которые выполнялись по договору субподряда с провайдером проверки квалификации (размещено на сайте): Работы по договору субподряда с провайдером проверки квалификации не выполнялись. Провайдер МСИ не привлекает субподрядные организации к организации и проведению проверок квалификации.

Установление степени конфиденциальности результатов (размещено на сайте): Провайдер МСИ ФБУЗ ФЦП иЭ Роспотребнадзора гарантирует конфиденциальность участникам и иным заинтересованным лицам. Конфиденциальность участия в проверках квалификации гарантируется направлением результатов испытаний (измерений) только в адрес участника и без согласия заказчика результаты испытаний (измерений) не подлежат разглашению или передаче третьим лицам. В соответствии с Приказом Минэкономразвития России от 24.10.2020 г. № 704 ФБУЗ ФЦП иЭ Роспотребнадзора, как аккредитованный провайдер МСИ, представляет в Федеральную службу по аккредитации сведения о факте участия в проверке квалификации (наименование юридического лица, номер записи об аккредитации в реестре аккредитованных лиц) в случае, если участник является аккредитованным в национальной системе аккредитации лицом.

Оценки однородности и стабильности: Стабильность и однородность образцов гарантирована производителем на протяжении всего срока годности (Отчет «Изготовление образцов из пищевого зерна (пшеница) для межлабораторных сравнительных испытаний» от 04.04.2023 г.). Стабильность образцов обусловлена природой радиоактивного распада, что является главной причиной статистического разброса результатов измерений. Однородность образцов подтверждены технологией приготовления и лабораторными исследованиями производителя (протоколы измерений: № 01/23-МСИ «Определение удельной активности Cs-137 в образце МСИ» (дата проведения измерений 01.04.2023); № 02/23-МСИ «Определение удельной активности Sr-90 в образце МСИ» (дата проведения измерений 01.04.2023)). Однородность определялась как СКО среднего (в соответствии с требованиями РМГ 93-2015) при этом количество параллельных проб определялось равной 1, а СКО повторяемости – статистикой Пуассона (протокол измерений № 03/23-МСИ «Оценка СКО неоднородности для образца МСИ» (дата проведения измерений 30.03.2023 – 31.03.2023)).

Статистические данные и итоговые расчеты, включая приписанные значения и диапазон приемлемых результатов, и графические изображения:

Статистическая обработка результатов испытаний проведена в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р 50779.60-2017 (пункты 7.4; 8.2; 9.5) по критерию «Z'-индекс» с учетом стандартной неопределенности приписанного значения, т.к. она считается значимой ($u(x_{pr}) > 0.35_{pr}$) и подлежит учету при интерпретации результатов.

Критерии оценки результатов по каждому из определяемых показателей соответствуют требованиям пункта В.4.1.1 приложения В ГОСТ ISO/IEC 17043—2013:

$|Z| \leq 2$ - результат признан удовлетворительным;

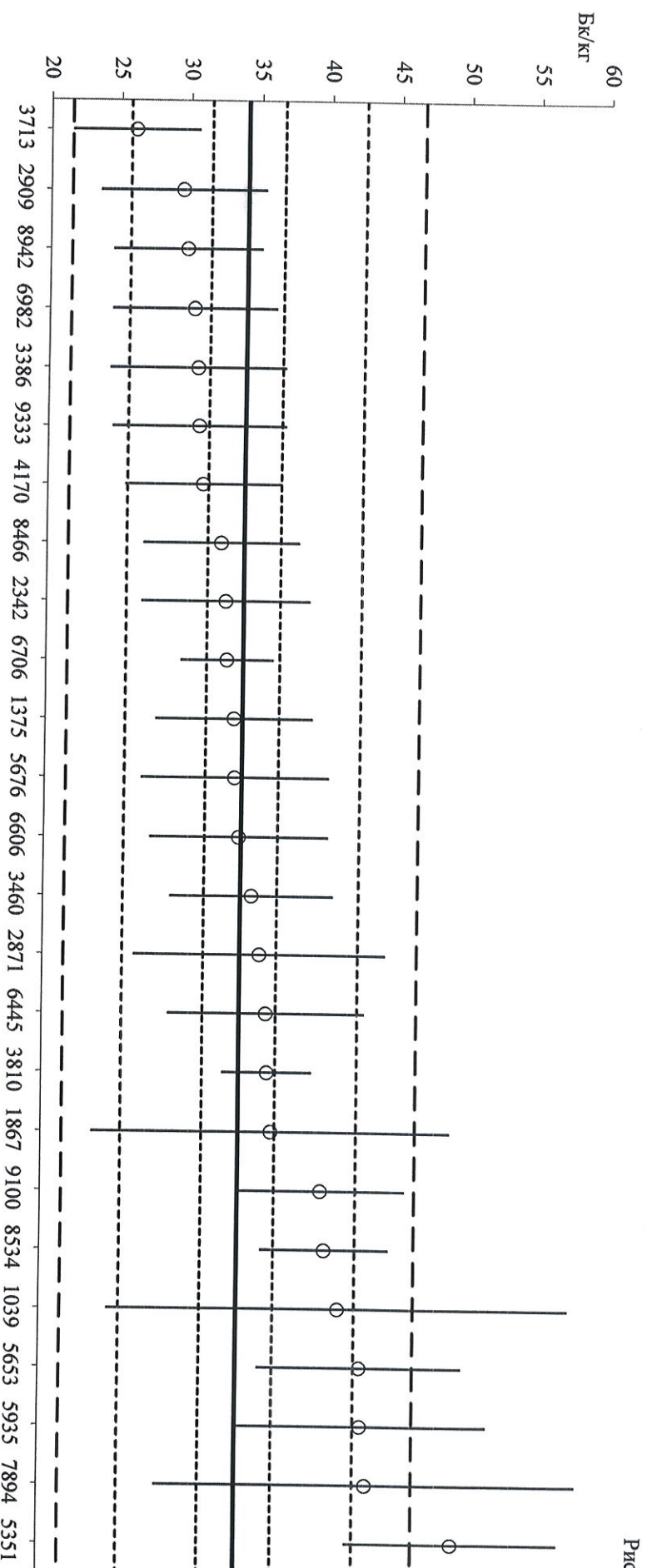
$2 < |Z| \leq 3$ - результат признан сомнительным; *

$|Z| > 3$ - результат признан неудовлетворительным. **

* - требует выполнения предупредительных действий;

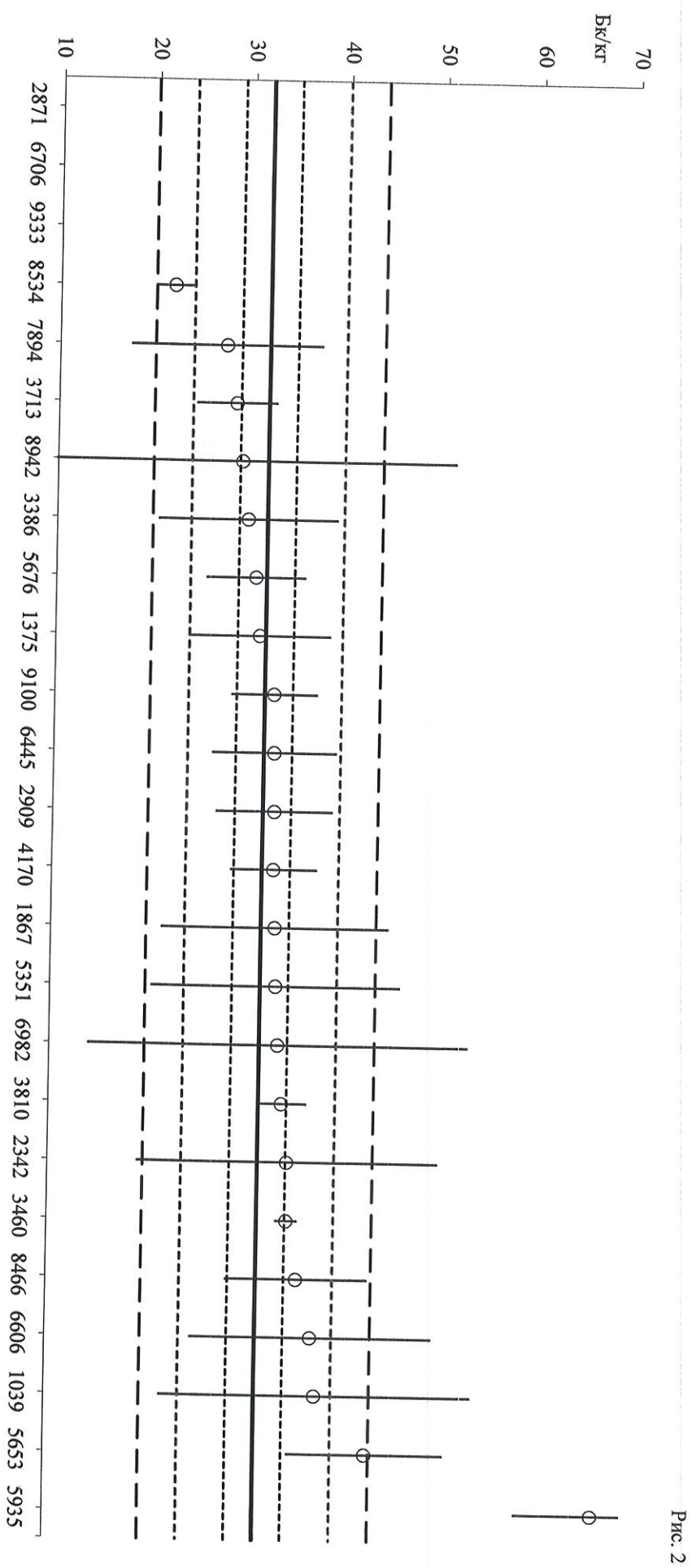
** - требует выполнения корректирующих действий.

1. Графическое представление результатов участников района (Сс-137)



Номер кода участников

2. Графическое представление результатов участников рандома (Sr-90)



Принятые условные обозначения (рис. 1; рис. 2):

| | | |
|-------|---|------------------------------|
| --- | линия сигнала "Сигнал к действиям" | $X_{grt} \pm 3 \sigma_{grt}$ |
| ---- | линия сигнала "Сигнал предупреждения" | $X_{grt} \pm 2 \sigma_{grt}$ |
| _____ | линия приписанного значения | X_{grt} |
| | линия приписанного значения с расширенной неопределенностью | $X_{grt} \pm U_{grt}$ |

Рис. 2

3. Графическое представление результатов расчета Z' индекса и ξ индекса (Сs-137):

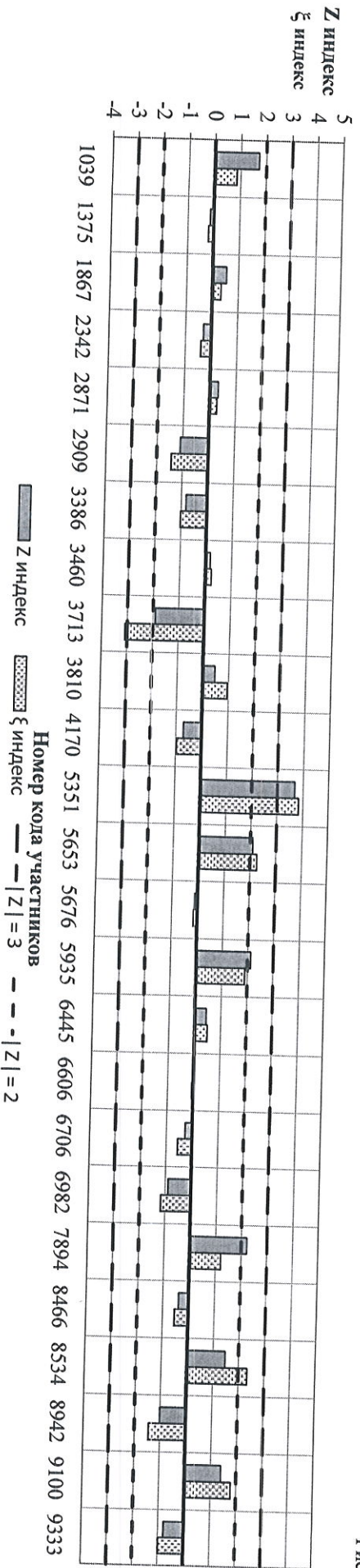


Рис. 3

4. Графическое представление результатов расчета Z' индекса и ξ индекса (Sr-90):

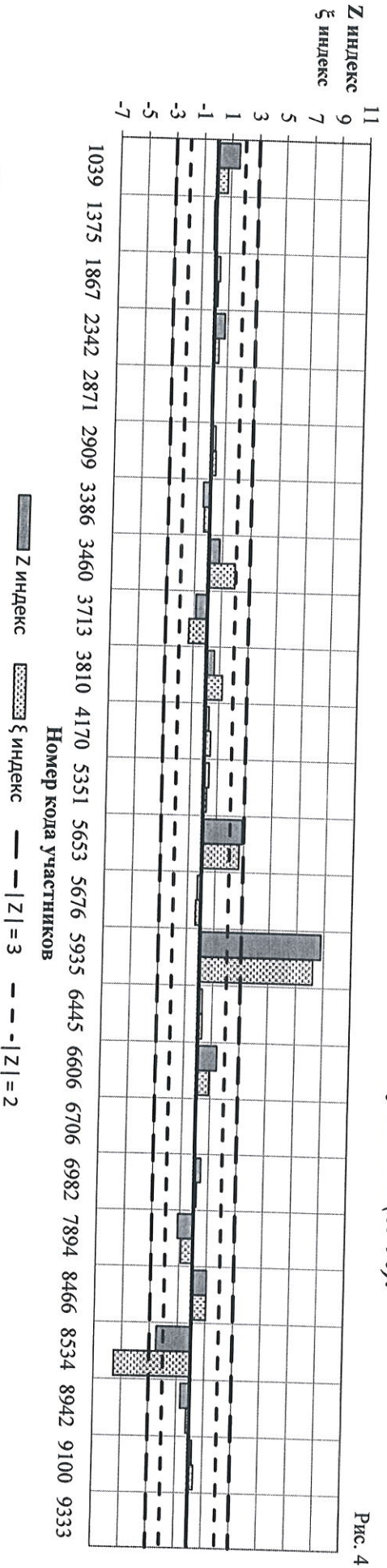


Рис. 4

Принятые условные обозначения (рис. 3; рис. 4):

| | | |
|-----------|---------------------------------------|------------|
| — — — — — | линия сигнала "Сигнал к действиям" | $ Z' = 3$ |
| - - - - - | линия сигнала "Сигнал предупреждения" | $ Z' = 2$ |
| — — — — — | нулевая линия Z индекса | $Z = 0$ |

Процедуры, используемые для установления приписанного значения: ДПЗ.11-4/3 «Анализ и оценка результатов проверки квалификации лабораторий посредством МСИ».

Образцы для участия в раундах проверки квалификации по заказу ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора приобретаются у изготовителя образцов специально для каждого раунда, при этом активности радионуклидов Cs-137 и Sr-90 в раундах не повторяются. Образцы предназначены для проведения межлабораторных сличительных испытаний измерений удельной активности Cs-137 и Sr-90 в пищевом зерне.

- В качестве приписанных значений ОК приняты удельные активности, указанные в отчете о разработке образца:
- удельная активность радионуклида $^{137}\text{Cs} = 34,1 \text{ Бк/кг}$, расширенная неопределенность 7,6% ($K=2$);
 - удельная активность радионуклида $^{90}\text{Sr} = 31,9 \text{ Бк/кг}$, расширенная неопределенность 9,2% ($K=2$).

Подробное описание метрологической прослеживаемости и неопределенности измерений каждого приписанного значения: метрологическая прослеживаемость значений удельной активности Cs-137 и Sr-90 в образцах обеспечивается применением рабочих эталонов 2 разряда, аттестованных (Cs-137) и калиброванных (Sr-90) ФГУП «ВНИИ метрологии им. Д.И. Менделеева». Приписанное значение и его расширенная неопределенность приняты по данным отчета на образец (Отчет «Изготовление образцов из пищевого зерна (пшена) для межлабораторных сличительных испытаний» от 04.04.2023 г.).

Процедуры установления стандартного отклонения для оценки квалификации или другие критерии оценивания: Оценка результатов исследования проводилась путем сравнения полученных результатов участников раунда с данными отчета на образец контроля.

Стандартное отклонение для оценки квалификации принято как «максимально допустимая погрешность» (п. 8.2 ГОСТ Р 50779.60—2017). При этом учитывались величинны активности радионуклидов Cs-137 и Sr-90 в образце, возможности применяемых средств измерения, используемых методик измерения и подготовки счетных образцов, а также статистические результаты предыдущих раундов.

$$\sigma_{pt}^{137\text{Cs}} = \frac{0.35x_{pt}^{137\text{Cs}}}{3} \quad \sigma_{pt}^{90\text{Sr}} = \frac{0.35x_{pt}^{90\text{Sr}}}{3}$$

Приписанные значения и итоговые статистики для методов или методик испытаний, используемых каждой группой участников (если различные методы использовались различными группами участников): Все участники испытаний использовали гамма-спектрометрический (Cs-137) и бета-спектрометрический (Sr-90) метод измерения.

Результаты лабораторий обработаны по критерию Граббса на один выброс (ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002, п. 7.3.4.) с выводом: один результат измерения радионуклида Sr-90 оценён как статистический выброс (участник № 5653).

Результаты измерения лабораториями Cs-137 и Sr-90 (с удалением статистического выброса) проверены на нормальное распределение по критерию согласия Шапиро-Уилка с выводом: гипотеза о нормальном распределении принимается.

Комментарии провайдера проверки квалификации и технических экспертов относительно характеристик функционирования участников:

1. По результатам анализа значений критерия Z' , представленных в сводной таблице, можно сделать вывод:
1) по показателю Cs-137

- результаты участников 1039; 1375; 1867; 2342; 2871; 2909; 3386; 3460; 3713; 3810; 4170; 5676; 6445; 6606; 6706; 6982; 8466; 8534; 8942; 9100; 9333 признаются удовлетворительными;
- результаты участников 5653; 5935; 7894 признаются сомнительными;
- результат участника 5351 признаётся неудовлетворительным.

2) по показателю Sr-90

- результаты участников 1039; 1375; 1867; 2342; 2909; 3386; 3460; 3713; 3810; 4170; 5351; 5676; 6445; 6606; 6982; 7894; 8466; 8942; 9100 признаются удовлетворительными;
 - результаты участников 5653; 8534 признаются сомнительными;
 - результат участника 5935 признаётся неудовлетворительным (возможно не учтено равновесие Sr-90 и Y-90).
2. Для оценки способности участника раунда получать результаты, близкие к приписанному значению в пределах указанной участником неопределённости рассчитан индекс ζ (дзета).

Использование дзета-индексов позволяет лабораториям-участникам раунда осуществлять прямую оценку способности обеспечить корректные результаты (результаты, согласованные с x_{gr} в пределах неопределённости результатов измерений лаборатории).

Дзета-индексы интерпретируются с использованием тех же значений 2,0 и 3,0, как и z-индексы (п. 9.6 ГОСТ Р 50779.60—2017). Дзета-индексы рассматриваются в данном туре проверки квалификации как справочные.

По результатам анализа значений индекса ζ (дзета), представленных графически на рисунках 3 и 4, можно сделать вывод:

1) по показателю Cs-137

- результаты участников 1039; 1375; 1867; 2342; 2871; 2909; 3386; 3460; 3810; 4170; 5676; 5935; 6445; 6606; 6706; 6982; 7894; 8466; 8942; 9100; 9333 признаются удовлетворительными;

- результаты участников 5653; 8534 признаются сомнительными;

- результаты участников 3713; 5351 признаются неудовлетворительными.
2) по показателю Si-90

- результаты участников 1039; 1375; 1867; 2342; 2871; 2909; 3386; 3460; 3713; 3810; 4170; 5351; 5676; 6445; 6606; 6706; 6982; 7894; 8466; 8942; 9100; 933 признаются удовлетворительными;

- результат участника 5653 признаётся сомнительным;

- результаты участников 8534; 5935 признаются неудовлетворительными.

Информация о разработке и реализации программы проверки квалификации:

План проведения межлабораторных сравнительных испытаний провайдера проверок квалификации лабораторий Федеральное бюджетное учреждение здравоохранения «Федеральный центр гигиены и эпидемиологии» Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (утв. 02.09.2022 г.).
Программа межлабораторных сравнительных (сличительных) испытаний (МСИ) «ОК ФЦ 2023» (утв. 03.10.2022 г.).
Программа по данному раунду реализована.

Процедуры, используемые для статистического анализа данных: ДПЗ.11-4/3 «Анализ и оценка результатов проверки квалификации лабораторий посредством МСИ».



Рекомендации по интерпретации статистического анализа: не требуется.

Комментарии или рекомендации, основанные на результатах тура проверки квалификации: по настоящему отчету комментарии или рекомендации, основанные на результатах тура проверки квалификации, не требуются.

Ответственный за проведение МСИ (координатор):

Проверил:

Статус отчета:

| | | | |
|---|---------|---------------------|-------------------|
|  | Подпись | С.И. Кувшинников | инициалы, фамилия |
|  | Подпись | Д.С. Осипова | инициалы, фамилия |
| окончательный | | « 10 » июля 2023 г. | Дата подготовки |
| Конец отчета | | | |