

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
«10» _____ 2023 г.

Сводный отчет № 2Б04/23
результатов участия лабораторий в межлабораторных сравнительных испытаниях
2 этапа 2023 года
«ОК ФЦ 2023»

Образец для проверки квалификации
ОК 2Б04/23
тифр ОК

Сведения об образце для проверки квалификации ОК 2Б04/23: образец представляет собой раствор (имитант пищевого продукта), содержащий кадмий, в полиэтиленовом флаконе с завинчивающейся крышкой, обеспечивающим полную герметичность образца.

шифр образца	объект исследования	определяемый показатель	характеристика образца
ОК 2Б04/23	пищевой продукт (имитант на основе пищевого продукта)	кадмий	диапазон определяемых концентраций 0,03 – 0,3 мг/дм ³ (кг)

Критерии оценки результатов испытаний: значение величины Z-индекса.

Проверка данных на наличие статистических выбросов проведена с использованием критерия Граббса на один выброс (ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002, п. 7.3.4.).

- определение кадмия с использованием методов инверсионной вольтамперометрии и атомно-абсорбционной спектрометрии: статистическая обработка результатов испытаний проведена в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р 50779.60-2017 (п.п. 7.7; 8.1.2; 9.4) по критерию «Z-индекс» без учета стандартной неопределенности приписанного значения, т.к. она считается незначимой ($u(x_{рт}) < 0.3\sigma_{рт}$) и не подлежит учету при интерпретации результатов:

$$Z = \frac{x - x_{рт}}{\sigma_{рт}} \quad \sigma_{рт} = S^*$$

где: x_i – результаты лаборатории;

$x_{рт}$ – приписанное значение ОК;

$\sigma_{рт}$ – стандартное отклонение для оценки квалификации;

S^* – робастное стандартное отклонение.

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 предпроездных действий;

** - требует выполнения корректирующих действий.

Сводная информация о результатах участия ИЛ в раунде:

информация о полученных результатах испытаний	Содержание калия (метод инверсионной вольтамперометрии)		Содержание калия (метод атомно-абсорбционной спектроскопии)	
	удовлетворительно	сомнительно	удовлетворительно	сомнительно
Результат, %	86	7	91	6
	удовлетворительно	неудовлетворительно		неудовлетворительно
Число результатов испытаний, полученных от ИЛ – участников МСИ	28	7	35	3
	удовлетворительных	сомнительных	удовлетворительных	сомнительных
	24	2	32	2
	неудовлетворительных	неудовлетворительных		неудовлетворительных
	2	2		2
				1

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

Сводная таблица

оценки качества результатов испытаний образца для проверки квалификации ОК 2504/23 по определению калия в пищевом продукте (имитант на основе пищевого продукта)

№ п/п	Кодовый номер ИЛ	результат испытаний, мг/дм ³ (кг)	Калий - определение методом инверсионной вольтамперометрии приписанное значение ОК, С = 0,13 мг/дм ³ (кг)				з-индекс	заключение
			обозначение НД на метод испытаний, методика испытаний	допускаемая погрешность ¹	значение			
1	1139	0,146	ГОСТ 33824-2016	0,047	1,1	Удовлетворительно		
2	1182	0,097	ГОСТ 33824-2016	0,031	-2,4	Сомнительно		
3	1668	0,130	МУ 31-04/04	0,051	0,0	Удовлетворительно		
4	1883-2	0,147	ГОСТ 33824-2016	0,069	1,2	Удовлетворительно		
5	2023	0,130	МУК 4.1.1501-03	0,051	0,0	Удовлетворительно		
6	2109	0,14	ГОСТ 33824-2016	0,04	0,7	Удовлетворительно		
7	2363	0,11	08-01-МВИ	0,05	-1,43	Удовлетворительно		
8	2409	0,12	ГОСТ 33824-2016	0,04	-0,71	Удовлетворительно		
9	3022	0,13	МУ 31-04/04	0,047	0	Удовлетворительно		

10	3376	0,13	МУК 4.1.1501-03	0,05	0	Удовлетворительно
11	3555	0,13	ГОСТ 33824-2016	0,06	0	Удовлетворительно
12	4686	0,13	ГОСТ 33824-2016	0,06	0	Удовлетворительно
13	4994	0,131	ГОСТ 33824-2016	0,042	0,07	Удовлетворительно
14	5004	0,13	МУ 31-04/04	0,05	0	Удовлетворительно
15	5094	0,130	ГОСТ 33824-2016	0,048	0	Удовлетворительно
16	5584	0,145	ГОСТ 33824-2016	0,061	1,07	Удовлетворительно
17	5754	0,036	МУ 31-04/04	0,014	-6,71	Неудовлетворительно
18	6552	0,13	ГОСТ 33824-2016	0,04	0	Удовлетворительно
19	7377	0,14	ГОСТ 33824-2016	0,04	0,71	Удовлетворительно
20	7818	0,14	ГОСТ 33824-2016	0,06	0,71	Удовлетворительно
21	7980	0,11	ГОСТ 33824-2016	0,04	-1,43	Удовлетворительно
22	7981	0,13	ГОСТ 33824-2016	0,06	0	Удовлетворительно
23	8102	0,12	ГОСТ 33824-2016	0,04	-0,71	Удовлетворительно
24	8582	0,086	ГОСТ 33824-2016	0,032	-3,14	Неудовлетворительно
25	8606	0,15	ГОСТ 33824-2016	0,05	1,43	Удовлетворительно
26	9633	0,15	ГОСТ 33824-2016	0,05	1,43	Удовлетворительно
27	9765	0,16	ГОСТ 33824-2016	0,05	2,14	Сомнительно
28	9984	0,13	ГОСТ 33824-2016	0,04	0	Удовлетворительно

Кадмий - определение методом атомно-абсорбционной спектроскопии

приписанное значение ОК, С = 0,13 мг/дм³ (кг)

1	1077	0,127	ГОСТ 30178-96	0,05	-0,3	Удовлетворительно
2	1202	0,150	ГОСТ EN 14084-2014	0,045	2,0	Удовлетворительно
3	1883-1	0,149	ГОСТ Р 57162-2016*	0,027	1,9	Удовлетворительно
4	1918	0,14	ГОСТ 30178-96	0,01	1,0	Удовлетворительно
5	2174	0,125	ГОСТ 30178-96	0,048	-0,5	Удовлетворительно
6	2201	0,140	М 04-64-2017	0,036	1,0	Удовлетворительно
7	2370	0,12	ГОСТ 30178-96	0,01	-1	Удовлетворительно
8	2909	0,139	ГОСТ 30178-96	0,051	0,9	Удовлетворительно
9	2961	0,14	ГОСТ 30178-96	0,02	1	Удовлетворительно
10	3317	0,060	ГОСТ 30178-96	0,027	-7	Неудовлетворительно
11	3334	0,13	ГОСТ 30178-96	0,05	0	Удовлетворительно
12	3893	0,130	ГОСТ 30178-96	0,049	0	Удовлетворительно
13	4067	0,14	М 04-64-2017	0,04	1	Удовлетворительно

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора	Ф7ДПЗ.11-4/2	Издание № 2
Сводный отчет результатов испытаний лабораторий в МСИ		Страница 5 из 11

14	4175	0,11	ФР 1.31.2004.00986	0,04	-2	Удовлетворительно
15	4256	0,154	ГОСТ 30178-96	0,031	2,4	Сомнительно
16	4430	0,13	МУК 4.1.986-00	-	0	Удовлетворительно
17	5440	0,140	ГОСТ 30178-96	0,052	1	Удовлетворительно
18	5518	0,138	ГОСТ EN 14083-2013	0,018	0,8	Удовлетворительно
19	5653	0,14	ГОСТ EN 14084-2014	0,04	1	Удовлетворительно
20	5902	0,140	ГОСТ 30178-96	0,014	1	Удовлетворительно
21	6075	0,15	ГОСТ 30178-96	0,06	2	Удовлетворительно
22	6458	0,130	ГОСТ 30178-96	0,013	0	Удовлетворительно
23	6510	0,13	СТБ EN 14082-2014	0,05	0	Удовлетворительно
24	7316	0,12	ГОСТ EN 14084-2014	0,03	-1	Удовлетворительно
25	7493	0,10	ГОСТ 30178-96	0,03	-3	Сомнительно
26	8164	0,13	ГОСТ 30178-96	0,05	0	Удовлетворительно
27	8176	0,135	ГОСТ 30178-96	0,05	0,5	Удовлетворительно
28	8385	0,13	М 04-64-2017	0,03	0	Удовлетворительно
29	8614	0,15	ГОСТ 30178-96	0,04	2	Удовлетворительно
30	8789	0,14	М-02-1009-08	0,04	1	Удовлетворительно
31	8963	0,13	ГОСТ 30178-96	0,05	0	Удовлетворительно
32	9038	0,13	ГОСТ 30178-96	0,05	0	Удовлетворительно
33	9051	0,140	ГОСТ 30178-96	0,052	1	Удовлетворительно
34	9103	0,12492	ГОСТ 30178	0,012	-0,51	Удовлетворительно
35	9109	0,13	ГОСТ 30178-96	0,05	0	Удовлетворительно

¹ значение установленной для применяемой методики испытаний характеристики погрешности

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

Координатор района:

№ п.п.	ФИО	направление однородных исследований	внутренний телефон
1.	Шальнова Елена Сергеевна	группа физико-химических и токсикологических исследований	доб. 186

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: Специальные образцы контроля одной партии в количестве 69 шт. Стабильность и однородность образцов гарантирована производителем на протяжении всего срока годности (аналитический паспорт качества на контрольный образец серия № ОР9-2203 от 14.03.2023 г.), подтверждены технологией приготовления и лабораторными исследованиями (протокол лабораторных исследований №№ 2225-Л, 2226-Л, 2227-Л от 22.03.2023). Перед началом раунда осуществлен выборочный отбор образцов контроля и передача их в аккредитованный ИЩ для проведения исследований на содержание кадмия (протоколы лабораторных исследований № 974-972 от 28.03.2023).

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

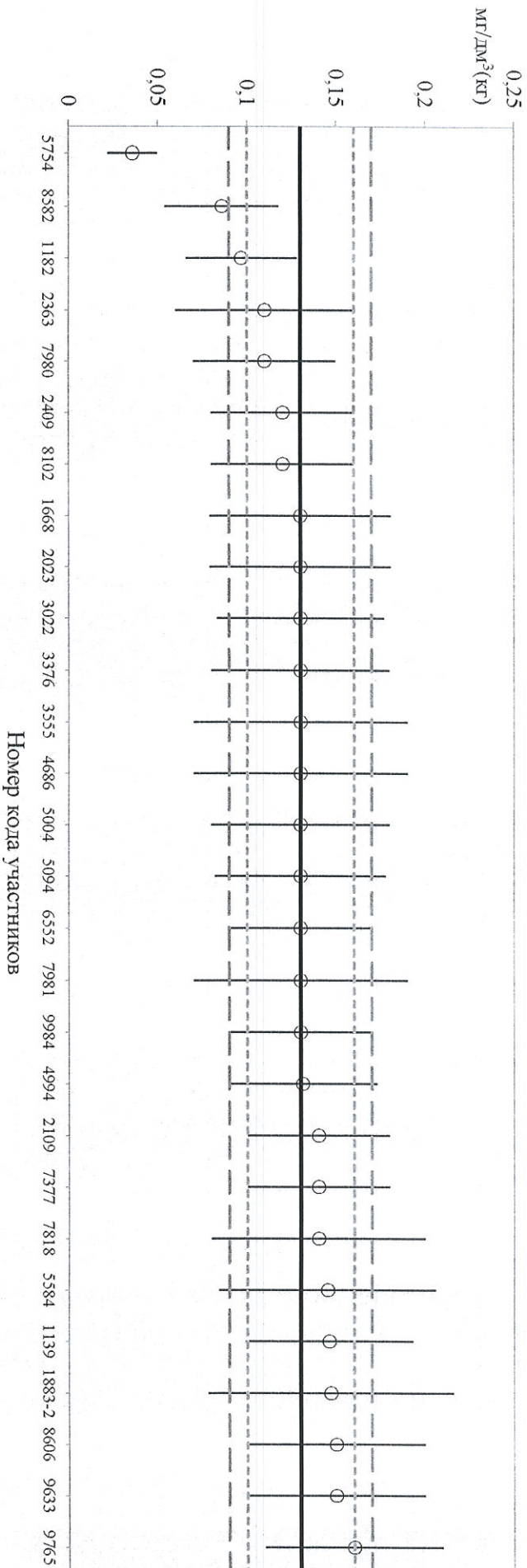
- определение кадмия с использованием методов инверсионной вольтамперометрии и атомно-абсорбционной спектрометрии: статистическая обработка результатов испытаний проведена в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р 50779.60-2017 (п.п. 7.7; 8.1.2; 9.4) по критерию «Z-индекс» без учета стандартной неопределенности приписанного значения, т.к. она считается не значимой ($u(x_{рт}) < 0.30rt$) и не подлежит учету при интерпретации результатов:

где: x_i – результат лаборатории;
 x_{prt} – приписанное значение ОК;
 σ_{prt} – стандартное отклонение для оценки квалификации;
 S^* – робастное стандартное отклонение

$$Z = \frac{x - x_{prt}}{\sigma_{prt}} \quad ; \quad \sigma_{prt} = S^*$$

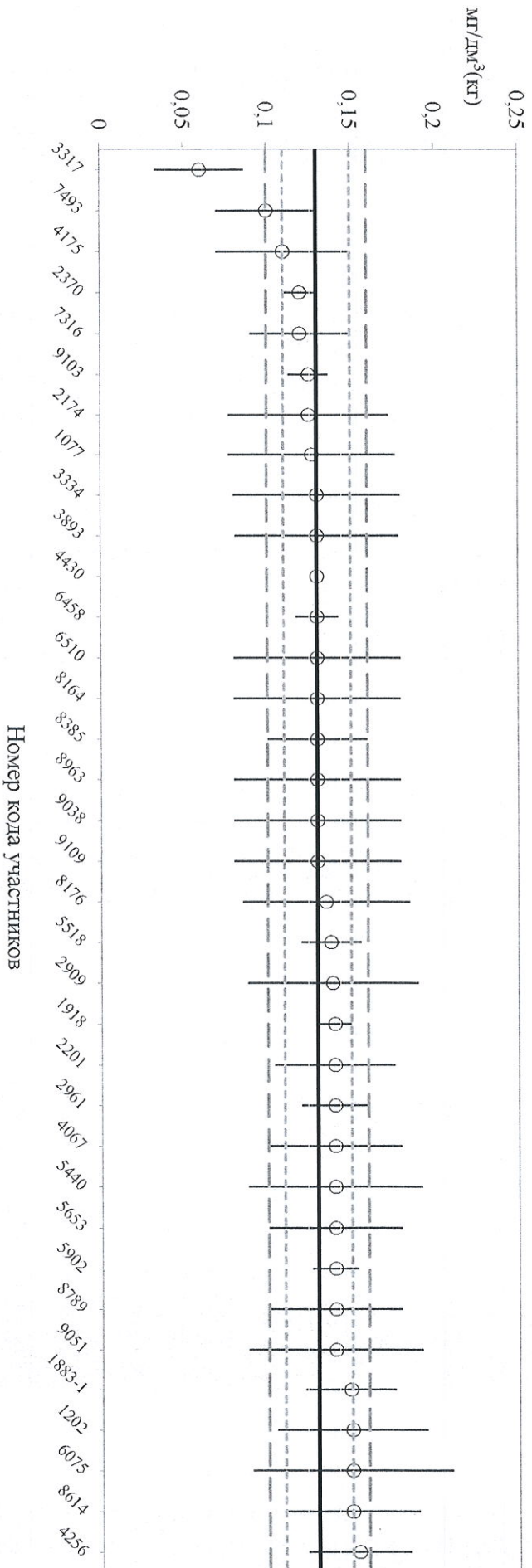
*1. Графическое представление результатов участников района
 определение кадмия с использованием метода инверсионной вольтамперометрии*

Рис.1



определение кадмия с использованием метода атомно-абсорбционной спектрометрии

Рис. 2



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

-----	линия сигнала "Сигнал к действиям"	$X_{pt} \pm 3 \sigma_{pt}$
.....	линия сигнала "Сигнал предупреждения"	$X_{pt} \pm 2 \sigma_{pt}$
—————	линия приписанного значения	X_{pt}
.....	линия приписанного значения с расширенной неопределенностью	$X_{pt} \pm U_{pt}$
-----	линия робастного среднего всех участников района	X^*

2. Графическое представление результатов расчета Z индекса

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

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

определение кадмия с использованием метода инверсионной вольтамперометрии

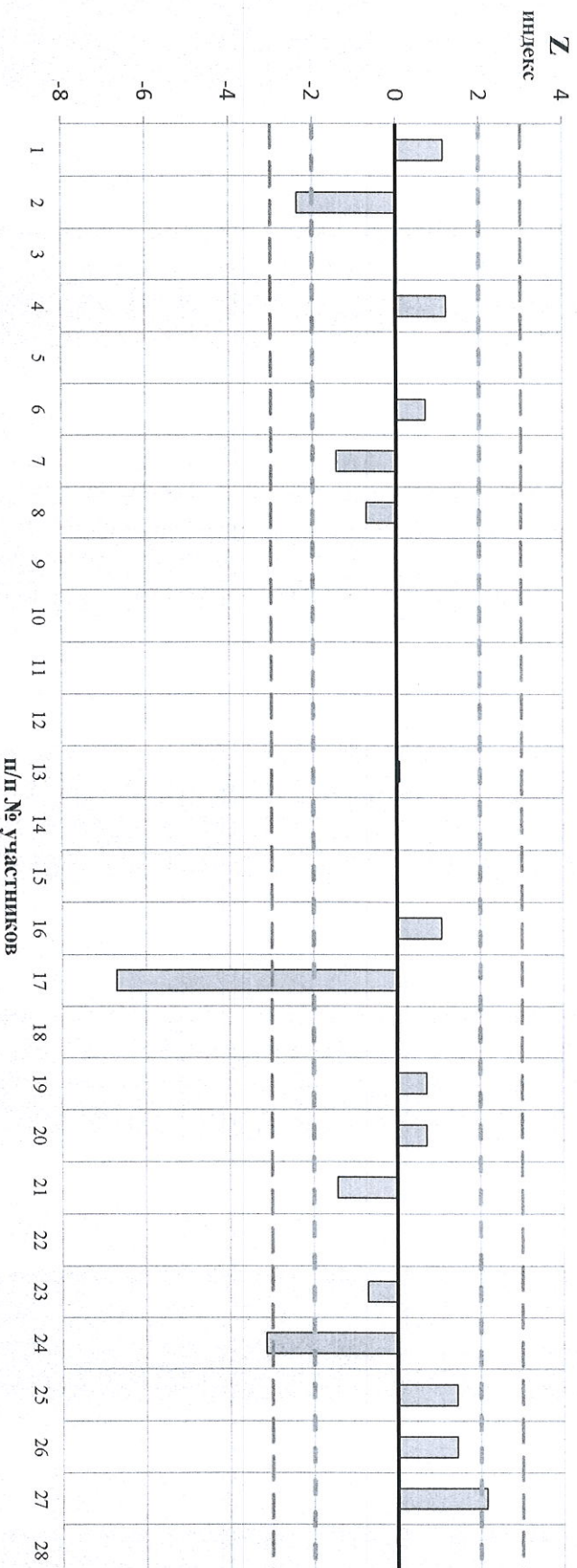
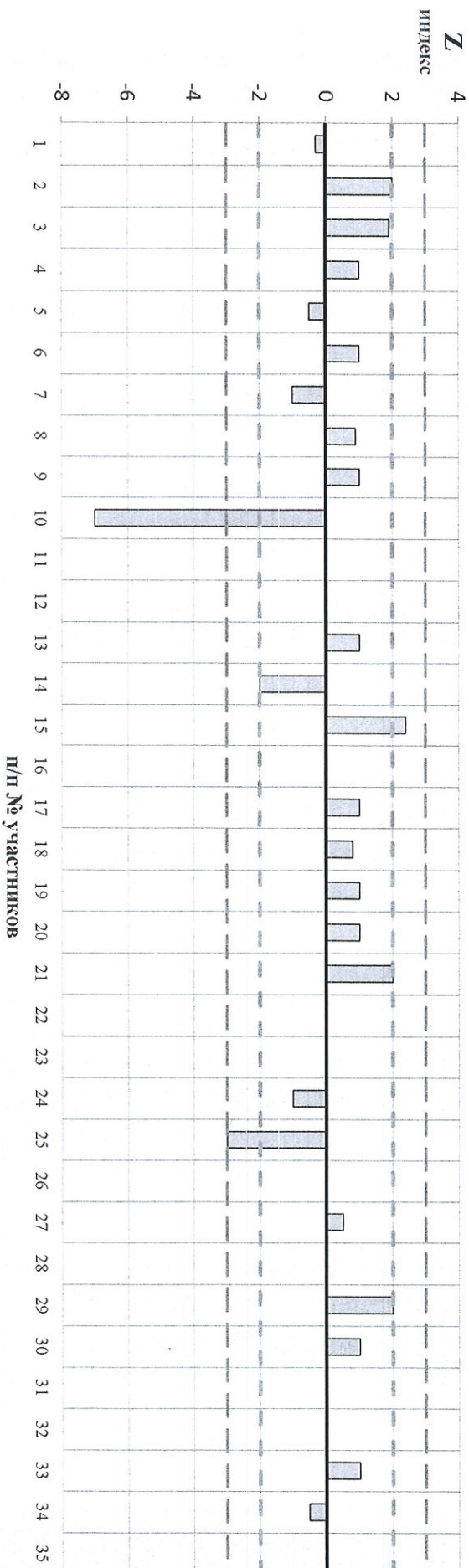


Рис. 3

определение кадмия с использованием метода атомно-абсорбционной спектрометрии

Рис. 4



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

Подробное описание метрологической прослеживаемости и неопределенности измерений каждого приписанного значения: метрологическая прослеживаемость аттестованных (приписанных) значений образцов контроля обеспечена при их изготовлении применением стандартных образцов и веществ гарантированной чистоты, стандартизованных методик и поверенных средств измерения при проведении испытаний.

Процедуры установления стандартного отклонения для оценки квалификации или другие критерии оценивания: σ – стандартное отклонение оценки компетентности, соответствует S^* - робастному стандартному отклонению. Оценка результатов исследования проводилась в соответствии с полученными значениями величины Z-индекса для каждого участника без учета стандартной неопределенности приписанного значения, т.к. она считается не значимой ($u(\text{хрт}) < 0.3\text{срт}$) и не подлежит учету при интерпретации результатов.

Приписанные значения и итоговые статистики для методов или методик испытаний, используемых каждой группой участников (если различные методы использовались различными группами участников): 28 участников испытаний использовали метод инверсионной вольтамперометрии, 35 участников испытаний использовали метод атомно-абсорбционной спектроскопии.

Комментарии провайдера проверки квалификации и технических экспертов относительно характеристик функционирования участников: по настоящему отчету комментарии провайдера проверки квалификации и технических экспертов относительно характеристик функционирования участников не требуются.

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 ФЦП 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: ГОСТ Р 57162-2016 «Вода. Определение содержания элементов методом атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией» не распространяется на пищевые продукты.

Ответственный за проведение МСИ
(координатор):

подпись

Е.С. Шальнова
инициалы, фамилия

Проверил:

подпись

Л.С. Осипова
инициалы, фамилия

Статус отчета:

окончательный

«Ю» 2023 г.

Дата подготовки

Конец отчета