

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 ПРОВЕРОК 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 ФЦ иЭ Роспотребнадзора

Д.С. Осипова

2023 г.



Сводный отчет № 7Б04/23

результатов участия лабораторий в межлабораторных сравнительных испытаниях

2 этапа 2023 года

«ОК ФЦ 2023»

Образец для проверки квалификации

ОК 7Б04/23

шифр ОК

Сведения об образце для проверки квалификации ОК 7Б04/23: образец представляет собой раствор, содержащий марганец, в полиэтиленовом флаконе с завинчивающейся крышкой, обеспечивающим полную герметичность образца.

шифр образца	объект исследования	определяемый показатель	характеристика образца
ОК 7Б04/23	вода	марганец	диапазон определяемых концентраций 0,05 – 0,15 мг/дм ³

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 марганца с использованием методов атомно-абсорбционной спектрометрии и фотометрии: 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 ($u(x_{prt}) < 0.3\sigma_{prt}$) и не подлежит учету при интерпретации результатов:

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

где: x_i – результаты лаборатории;

x_{prt} – приписанное значение ОК;

σ_{prt} – 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 предупредительных действий;

** - требует выполнения корректирующих действий.

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

$$Z'_i = \frac{x_i - x_{prt}}{\sqrt{\sigma_{prt}^2 + u^2(x_{prt})}} ; \quad \sigma_{prt} = S^* ;$$

где: x_i – результат лаборатории;

x_{prt} – приписанное значение ОК;

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

σ_{prt} – 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 предупредительных действий;

** - требует выполнения корректирующих действий.

Сводная информация о результатах участия ИЛ в раунде:

Информация о полученных результатах испытаний	Содержание марганца (фотометрический метод)	Содержание марганца (метод атомно-абсорбционной спектроскопии)	Содержание марганца (метод инверсионной вольтамперометрии)
Результат, %	100	97	100
	0	0	0
	0	3	0
Число результатов испытаний, полученных от ИЛ – участников МСИ	35	32	4
	35	31	4
	0	0	0
	0	1	0

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

**Сводная таблица
оценки качества результатов испытаний образца для проверки квалификации ОК 7504/23
по определению марганца в воде**

№ п/п	Кодовый номер ИЛ	Марганец - определение фотометрическим методом приспосаженное значение ОК, С = 0,10 мг/дм ³					Заклю-чение
		результат испытаний, мг/дм ³	обозначение НД на метод испытаний, методика испытаний	допускаемая погрешность ¹	значение z-индекса		
1	1211	0,095	ГОСТ 4974-2014	0,014	-0,5	Удовлетворительно	
2	2126	0,094	ФР.1.31.2013.16579	0,035	-0,6	Удовлетворительно	
3	2149	0,10	ГОСТ 4974-2014	0,01	0,0	Удовлетворительно	
4	2235	0,088	ГОСТ 4974-2014	0,013	-1,2	Удовлетворительно	
5	2240	0,095	ГОСТ 4974-2014	0,025	-0,5	Удовлетворительно	
6	2409	0,099	ГОСТ 4974-2014	0,015	-0,1	Удовлетворительно	
7	2480	0,10	ГОСТ 4974-2014	0,02	0	Удовлетворительно	
8	2733	0,09	ГОСТ 4974-2014	0,014	-1	Удовлетворительно	
9	3022	0,09	ПНД Ф 14.1:2.61-96	0,03	-1	Удовлетворительно	
10	3406	0,10	ГОСТ 4974-2014	0,02	0	Удовлетворительно	
11	3427	0,091	ГОСТ 4974-2014	0,014	-0,9	Удовлетворительно	
12	3459	0,095	ГОСТ 4974-2014	0,014	-0,5	Удовлетворительно	
13	3532	0,100	ГОСТ Р 57165-2016	0,025	0	Удовлетворительно	
14	3712	0,092	ГОСТ 4974-2014	0,014	-0,8	Удовлетворительно	
15	4083-2	0,106	ГОСТ 4974-2014	0,016	0,6	Удовлетворительно	
16	4223	0,096	ГОСТ 4974-2014	0,014	-0,4	Удовлетворительно	
17	4406	0,10	ГОСТ 4974-2014	0,02	0	Удовлетворительно	
18	5067	0,099	ГОСТ 4974-2014	0,015	-0,1	Удовлетворительно	
19	5250	0,092	ГОСТ 4974-2014	0,013	-0,8	Удовлетворительно	
20	5440	0,10	ГОСТ 4974-2014	0,03	0	Удовлетворительно	
21	5929	0,10	ПНД Ф 14.1:2.61-96	0,03	0	Удовлетворительно	
22	6177	0,09	ГОСТ 4974-2014	0,014	-1	Удовлетворительно	
23	6320	0,09	ГОСТ 4974-2014	0,014	-1	Удовлетворительно	
24	6467	0,093	ГОСТ 4974-2014	0,014	-0,7	Удовлетворительно	
25	6532	0,114	ГОСТ 4974-2014	0,017	1,4	Удовлетворительно	

26	6639	0,09	ГОСТ 4974-2014	0,013	-1	Удовлетворительно
27	8165	0,097	ГОСТ 4974-2014	0,015	-0,3	Удовлетворительно
28	8606	0,100	ГОСТ 4974-2014	0,015	0	Удовлетворительно
29	8705	0,105	ГОСТ 4974-2014	0,026	0,5	Удовлетворительно
30	8844	0,099	РД 52.24.467-2008	0,022	-0,1	Удовлетворительно
31	9007	0,101	ГОСТ 4974-2014	0,015	0,1	Удовлетворительно
32	9405	0,089	ГОСТ 4974-2014	0,013	-1,1	Удовлетворительно
33	9915	0,085	ГОСТ 4974-2014	0,013	-1,5	Удовлетворительно
34	9765-1	0,085	ПНД Ф 14.1.2.4.188-02	0,02	-1,5	Удовлетворительно
35	9765-2	0,088	ГОСТ 4974-2014	0,013	-1,2	Удовлетворительно
Марганец - определение методом атомно-абсорбционной спектроскопии						
приписанное значение ОК, С = 0,09 мг/дм ³						
1	1375	0,088	ГОСТ 31870-2012	-	-0,2	Удовлетворительно
2	1379	0,095	ГОСТ Р 57162-2016	0,017	0,5	Удовлетворительно
3	1761	0,093	ГОСТ 31870-2012	0,019	0,3	Удовлетворительно
4	2294	0,089	ПНД Ф 14.1.2.4.139-98	0,025	-0,1	Удовлетворительно
5	2339	0,091	ГОСТ 31870-2012	0,0182	0,1	Удовлетворительно
6	2370	0,08	ПНД Ф 14.1.2.4.139-98	0,02	-1,0	Удовлетворительно
7	2641	0,099	ГОСТ 31870-2012	0,024	0,9	Удовлетворительно
8	2871	0,098	ГОСТ 31870-2012	0,02	0,8	Удовлетворительно
9	4083-1	0,10	ПНД Ф 14.1.2.4.139-98	0,03	1	Удовлетворительно
10	4256	0,098	ГОСТ Р 57162-2016	0,018	0,8	Удовлетворительно
11	4484	0,085	ПНД Ф 14.1.2.253-09 (М 01-46-2013, ФР 1.31.2013.16682)	0,014	-0,5	Удовлетворительно
12	4646	0,086	ПНД Ф 14.1.2.4.139-98	0,024	-0,4	Удовлетворительно
13	5930-1	0,091	ГОСТ 31870-2012	0,0182	0,1	Удовлетворительно
14	5930-2	0,086	ГОСТ 31870-2012	0,017	-0,4	Удовлетворительно
15	6293	0,054	РД 52.24.377-2008	0,007	-3,6	Неудовлетворительно
16	6336	0,100	ГОСТ 31870-2012	0,024	1	Удовлетворительно
17	6539	0,096	ПНД Ф 14.1.2.25-09 (М 01-46-2013)	0,015	0,6	Удовлетворительно
18	6597	0,10	ГОСТ 31870-2012	0,02	1	Удовлетворительно
19	6671	0,096	ГОСТ 31870-2012	0,019	0,6	Удовлетворительно
20	7015	0,089	ГОСТ Р 57162-2016	0,016	-0,1	Удовлетворительно

21	7725	0,09	ПНД Ф 14.1.2.4.139-98	0,025	0	Удовлетворительно
22	7818	0,086	ПНД Ф 14.1.2.4.139-98	0,022	-0,4	Удовлетворительно
23	8164	0,108	ПНД Ф 14.1.2.4.139-98	0,022	1,8	Удовлетворительно
24	8628	0,094	ПНД Ф 14.1.2.4.139-98	0,024	0,4	Удовлетворительно
25	9034	0,100	ПНД Ф 14.1.2.4.139-98	0,028	1	Удовлетворительно
26	9052	0,086	ПНД Ф 14.1.2.4.139-98	0,024	-0,4	Удовлетворительно
27	9109	0,089	ПНД Ф 14.1.2.4.139-98	0,022	-0,1	Удовлетворительно
28	9270	0,0894	ГОСТ 31870-2012	0,001	-0,06	Удовлетворительно
29	9273	0,085	ПНД Ф 14.1.2.4.139-98	0,024	-0,5	Удовлетворительно
30	9275	0,089	ПНД Ф 14.1.2.4.139-98	0,025	-0,1	Удовлетворительно
31	9418	0,089	ГОСТ 31870-2012	0,018	-0,1	Удовлетворительно
32	9730	0,093	ГОСТ 31870-2012	0,019	0,3	Удовлетворительно
Марганец - определение методами инверсионной вольтамперометрии						
приписанное значение ОК, С = 0,09 мг/дм ³						
1	2035	0,083	МУ 31-10/04	0,021	-0,5	Удовлетворительно
2	4488	0,086	ГОСТ 31866	0,022	-0,3	Удовлетворительно
3	7065	0,095	МУК 4.1.1516-03	0,024	0,4	Удовлетворительно
4	9051	0,10	ГОСТ 31866-2012	0,03	0,7	Удовлетворительно

¹ значение установленной для применяемой методики испытаний характеристики погрешности

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

Координатор раунда:

№ 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 и Э 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 79 шт. Стабильность и однородность образцов гарантирована производителем на протяжении всего срока годности (аналитический паспорт качества на контрольный образец серия № ОР5-2203 от 14.03.2023 г.), подтверждены технологией приготовления и лабораторными исследованиями (протокол лабораторных исследований №№ 2157-Л, 2158-Л, 2159-Л от 22.03.2023). Перед началом раунда осуществлен выборочный отбор образцов контроля и передача их в аккредитованный ИЛЦ для проведения исследований на содержание марганца (протоколы лабораторных исследований № 987-989 от 30.03.2023).

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

- *определение марганца с использованием методов атомно-абсорбционной спектрометрии и фотометрии:* 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 ($u(x_{rt}) < 0.3\sigma_{rt}$) и не подлежит учету при интерпретации результатов:

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

где: x_i – результат лаборатории;
 x_{rt} – приписанное значение ОК;
 σ_{rt} – 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 рекомендуемых действий;

** - требует выполнения корректирующих действий.

- определение марганца с использованием метода инверсионной вольтамперометрии: статистическая обработка результатов испытаний проведена в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р 50779.60-2017 (пункты 7.4; 8.1.2; 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:

$$Z'_i = \frac{x_i - x_{rt}}{\sqrt{\sigma_{rt}^2 + u^2(x_{rt})}} ; \quad \sigma_{rt} = S^* ;$$

где: x_i – результат лаборатории;

x_{rt} – приписанное значение ОК;

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

σ_{rt} – 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 рекомендуемых действий;

** - требует выполнения корректирующих действий.

1. Графическое представление результатов участников раунда

определение марганца с использованием фотометрического метода

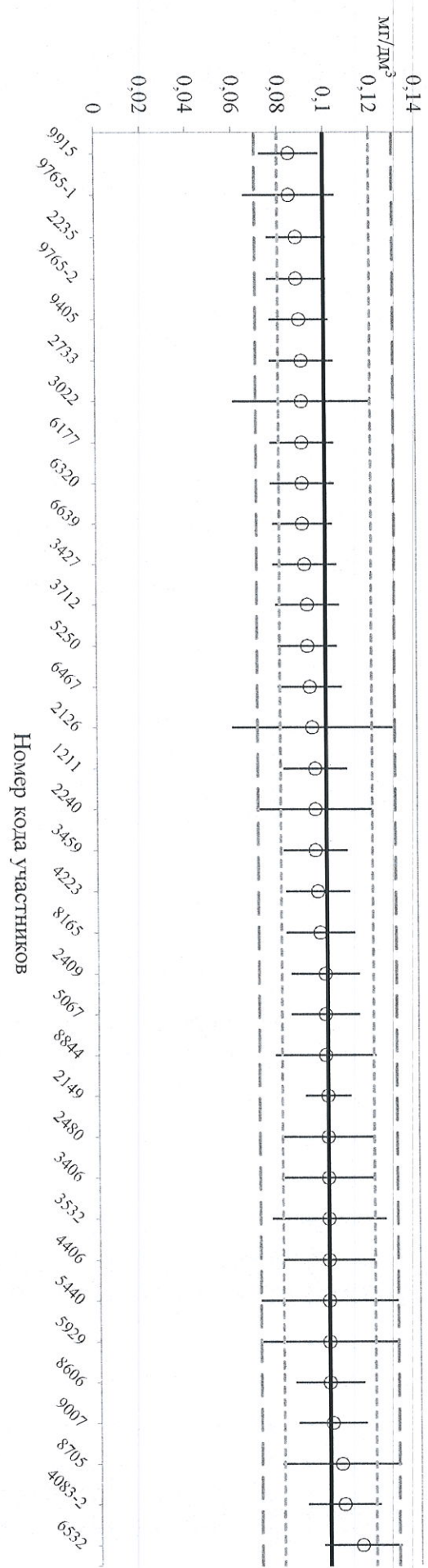
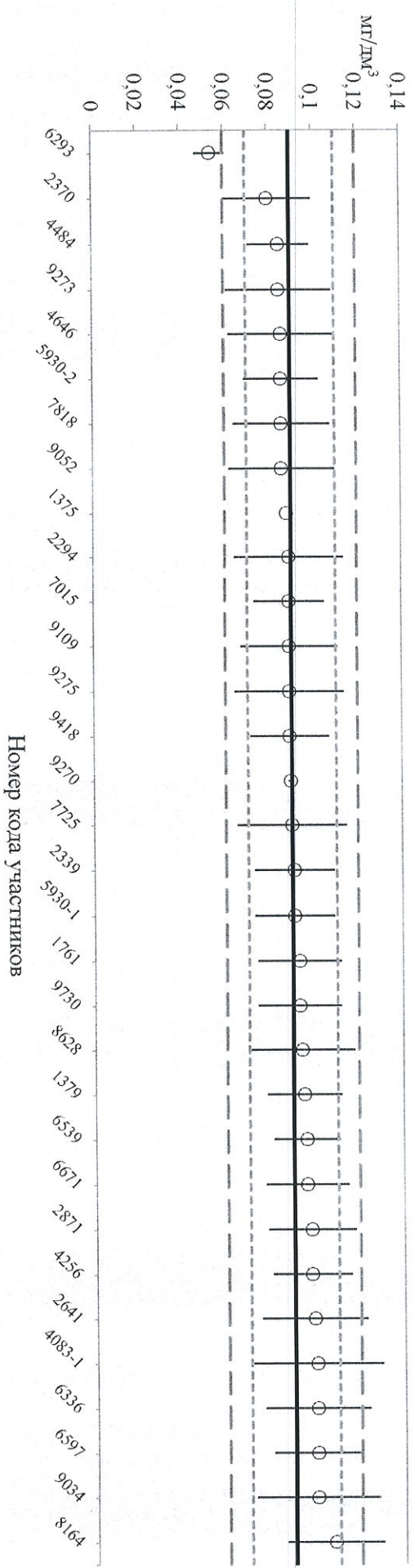


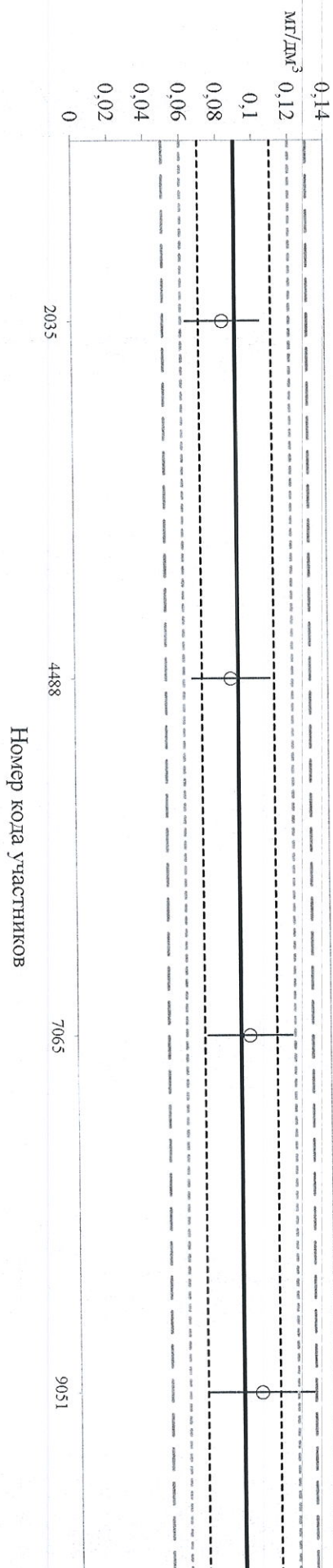
Рис. 1



определение марганца с использованием метода атомно-абсорбционной спектрометрии
Рис. 2

определение марганца с использованием метода инверсионной вольтамперометрии

Рис.3



Принятые условные обозначения (рис.1, рис.2, рис.3):

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

2. Графическое представление результатов расчета Z индекса

Принятые условные обозначения (рис.4, рис.5, рис.6):

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

определение марганца с использованием фотомеррического метода

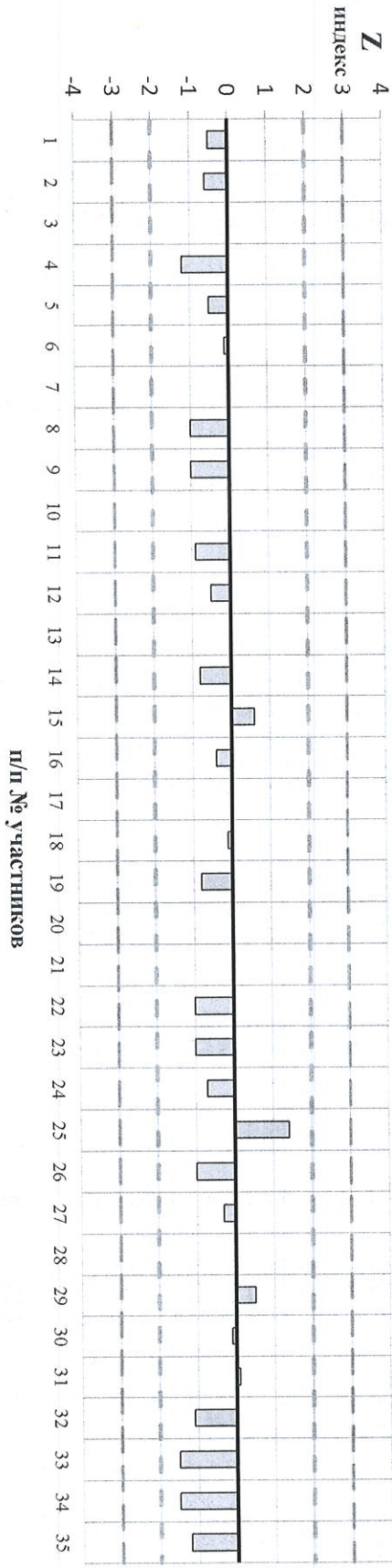


Рис. 4

определение марганца с использованием метода атомно-абсорбционной спектрометрии

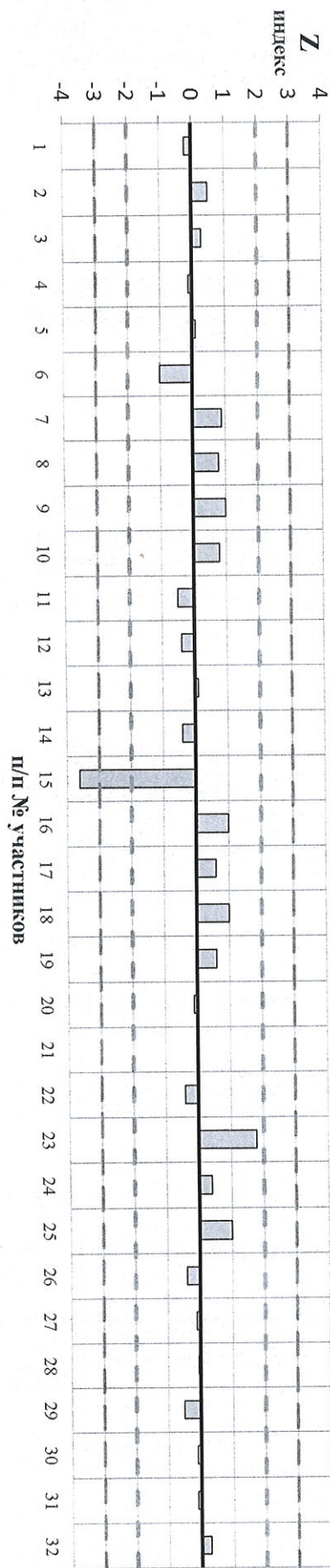
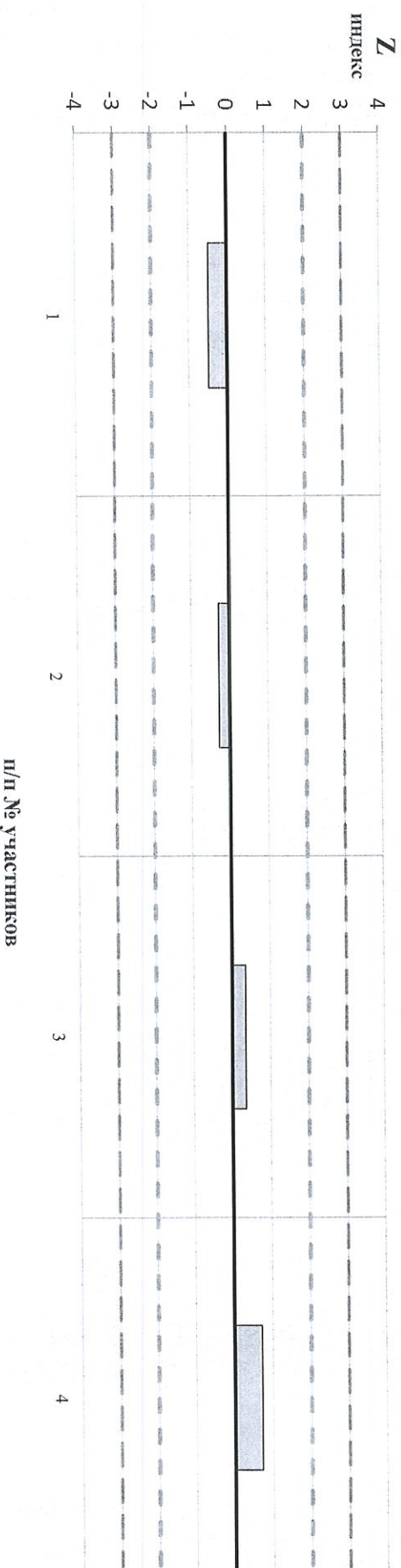


Рис. 5

определение марганца с использованием метода инверсионной вольтамперометрии

Рис.6



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^* – робастное стандартное отклонение. 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 незначимой ($u(x_{prt}) < 0.3\sigma_{prt}$) и не подлежит учету при интерпретации результатов;

- Z'-индекс для каждого участника с учетом стандартной неопределенности приписанного значения, т.к. она значимой ($u(x_{prt}) > 0.3\sigma_{prt}$) и подлежит учету при интерпретации результатов

Приписанные значения и итоговые статистики для методов или методик испытаний, используемых каждой группой участников (если различны методы использовались различными группами участников): 35

участников испытаний использовали фотометрический метод, 32 участника испытаний использовали метод атомно-абсорбционной спектроскопии и 4 участника испытаний использовали метод инверсионной вольтамперометрии.

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 Федерального бюджетного учреждения 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 району 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):

Подпись

Е.С. Шальнова
инициалы, фамилия

Проверил:

Подпись

Л.С. Осипова
инициалы, фамилия

Статус отчета:

Окончательный

«10» июля 2023 г.
дата подготовки

Конец отчета