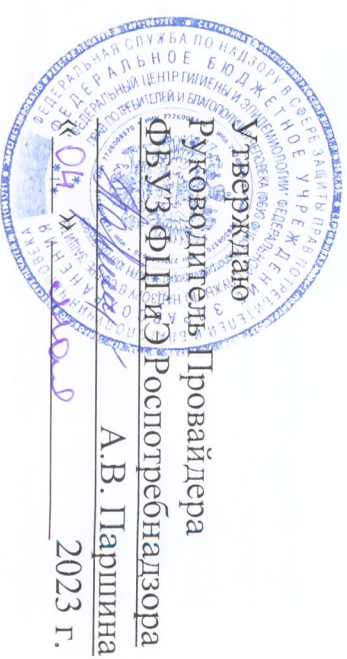


ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ЗАЩИТЫ ПРАВ ПОТРЕБИТЕЛЕЙ И БЛАГОПОЛУЧИЯ ЧЕЛОВЕКА

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



Сводный отчет № 2А04/23

Результатов участия лабораторий в межлабораторных сравнительных испытаниях

1 этапа 2023 года

«ОК ФЦ 2023»

Образец для проверки квалификации

ОК 2А04/23

шифр ОК

Сведения об образце для проверки квалификации ОК 2А04/23: образец представляет собой раствор, содержащий сульфаты, в полиэтиленовом флаконе с завинчивающейся крышкой, обеспечивающим полную герметичность образца.

шифр образца	объект исследования	определяемый показатель	характеристика образца
ОК 2А04/23	вода	сульфаты (сульфат-ион)	диапазон определяемых концентраций 50,0 – 300,0 мг/дм³

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 сульфатов с использованием титриметрического метода исследований: 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:

$$Z = \frac{x - x_{pt}}{\sigma_{pt}} \qquad \sigma_{pt} = S^* ;$$

где: x_i – результат лаборатории;

x_{pt} – приписанное значение ОК;

σ_{pt} – 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 предупреждающих действий;
 ** - требует выполнения корректирующих действий.

- **определение сульфатов с использованием турбидиметрического метода и т.д.:** 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 ($u(x_{pt}) > 0.3 \sigma_{pt}$) и подлежит учету при интерпретации результатов:

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

где: x_i – результат лаборатории;

x_{pt} – приписанное значение ОК;

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

σ_{pt} – 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 предупреждающих действий;*

** - *требует выполнения корректирующих действий.*

- **определение сульфатов с использованием метода капиллярного электрофореза:** 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 ($u(x_{pt}) > 0.3 \sigma_{pt}$) и подлежит учету при интерпретации результатов:

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

где: x_i – результат лаборатории;
 x_{pt} – приписанное значение ОК;
 $u(x_{pt})$ – стандартная неопределенность приписанного значения;
 σ_{pt} – стандартное отклонение для оценки квалификации;
 S^* – робастное стандартное отклонение.

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

$$|Z| \leq 2 \text{ - результат признан удовлетворительным;}$$

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

$$|Z| > 3 \text{ - результат признан неудовлетворительным. **}$$

* - требует выполнения непредвиденных действий;
 ** - требует выполнения корректирующих действий.

Сводная информация о результатах участия ИЛ в раунде:

Информация о полученных результатах испытаний	Содержание сульфатов (титриметрический метод)		Содержание сульфатов (турбидиметрический метод и т.д.)		Содержание сульфатов (метод капиллярного электрофореза)	
	удовлетворительно	94,7	92,9	92,9	7,1	0
Результат, %	сомнительно	5,3	0	7,1	0	0
Число результатов испытаний, полученных от ИЛ – участников МСИ	удовлетворительно	0	19	14	14	13
	всего	18	1	0	1	1
	удовлетворительных	1	0	0	0	0
	сомнительных	0	1	1	0	0

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

Сводная таблица
оценки качества результатов испытаний для проверки квалификации ОК 2А04/23
по определению сульфатов в питьевой воде

№ п/п	кодový номер ИЛ	Сульфаты - определение титриметрическим методом приписанное значение ОК, С = 93,06 мг/дм³				заключение
		результат испытаний, мг/дм³	обозначение НД на метод испытаний, методика испытаний	допускаемая погрешность¹	значение z-индекса	
1	1042	101,0	ГОСТ 31940-2012	10,0	1,5	Удовлетворительно
2	1077	94,3	ГОСТ 31940-2012	9,4	0,23	Удовлетворительно
3	2023	93,6	ГОСТ 31940-2012	8,4	0,1	Удовлетворительно
4	2165	92,4	ГОСТ 31940-2012	8,3	-0,12	Удовлетворительно
5	2869	92,4	ГОСТ 31940-2012	8,3	-0,12	Удовлетворительно
6	3460	94,8	ГОСТ 31940-2012	9,5	0,33	Удовлетворительно
7	4329	86,4	ГОСТ 31940-2012	8,6	-1,26	Удовлетворительно
8	4406	98,0	ГОСТ 31940-2012	9,8	0,93	Удовлетворительно
9	4646	88,0	ПНД Ф 14.1:2.107-97	12,0	-0,96	Удовлетворительно
10	4699	89,0	ГОСТ 31940-2012	8,0	-0,77	Удовлетворительно
11	5262	86,4	ГОСТ 31940-2012	7,8	-1,26	Удовлетворительно
12	6453	102,0	ГОСТ 31940-2012	10,0	1,69	Удовлетворительно
13	7418	92,1	ГОСТ 31940-2012	9,2	-0,18	Удовлетворительно
14	8656	98,68	ПНД Ф 14.1:2.3.108-97	15,79	1,06	Удовлетворительно
15	9077	93,0	ГОСТ 31940-2012	9,0	-0,01	Удовлетворительно
16	9166	92,4	ГОСТ 31940-2012	8,32	-0,12	Удовлетворительно

17	9270	82,28	ГОСТ 31940-2012	4,05	-2,04	Сомнительно
18	9716	93,6	ГОСТ 31940-2012	9,4	0,1	Удовлетворительно
19	9765-1	96,0	ГОСТ 31940-2012	10,0	0,56	Удовлетворительно

Сульфаты - определение турбидиметрическим методом и т.д.
приписанное значение ОК, С = 90,3 мг/дм³

1	3022	93,0	ГОСТ 31940-2012	10,2	0,61	Удовлетворительно
2	3730	125,0	ПНД Ф 14.1:2.159-2000	18,8	7,84	Неудовлетворительно
3	4410	89,66	ПНД Ф 14.1:2.159-2000	13,45	-0,14	Удовлетворительно
4	4630	83,3	ГОСТ 31940-2012	9,2	-1,58	Удовлетворительно
5	5054	92,5	ПНД Ф 14.1:2.159-2000	13,9	0,5	Удовлетворительно
6	6500	85,7	ПНД Ф 14.1:2.159-2000	12,9	-1,04	Удовлетворительно
7	8019	93,8	ПНД Ф 14.1:2.159-2000	18,8	0,79	Удовлетворительно
8	8533	90,0	ГОСТ 31940-2012	18,0	-0,07	Удовлетворительно
9	9161	95,0	ГОСТ 31940-2012	10,0	1,06	Удовлетворительно
10	9765-2	94,0	ПНД Ф 14.1:2.159-2000	14,1	0,84	Удовлетворительно
11	3143	90,8	ФР 1.31.2008.01724	9,1	0,11	Удовлетворительно
12	9275	82,0	ГОСТ 31867-2012	16	-1,88	Удовлетворительно
13	6556	91,63	ПНД Ф 14.1:2.3:4.240-2007	27,48	0,3	Удовлетворительно
14	9874	89,7	ГОСТ 4389-72	10,28	-0,14	Удовлетворительно

Сульфаты - определение методом капиллярного электрофореза
приписанное значение ОК, С = 93,06 мг/дм³

1	2203	84,9	ПНД Ф 14.1:2.4.157-99	8,5	-2,26	Сомнительно
2	2641	95,0	ПНД Ф 14.1:2.4.157-99	10,0	0,54	Удовлетворительно
3	2689	95,7	ПНД Ф 14.1:2.3:4.282-18	9,6	0,73	Удовлетворительно

ФБУЗ ФЦП иЭ Роспотребнадзора		Ф7ДП3.11-4/2				Издание № 2	
		Сводный отчет результатов участия лабораторий в МСИ				Страница 7 из 15	
4	3214	95,0	ПНД Ф 14.1:2:4.157-99	9,5	0,54	Удовлетворительно	
5	4083	95,6	ПНД Ф 14.1:2:4.157-99	9,6	0,7	Удовлетворительно	
6	6418	92,4	ПНД Ф 14.1:2:3:4.282-18	9,2	-0,18	Удовлетворительно	
7	6510	96,4	ПНД Ф 14.1:2:4.157-99	9,64	0,93	Удовлетворительно	
8	7106	97,3	ПНД Ф 14.1:2:4.157-99	9,7	1,18	Удовлетворительно	
9	7386	90,1	ПНД Ф 14.1:2:4.157-99	9,0	-0,82	Удовлетворительно	
10	8091	95,11	ПНД Ф 14.1:2:3:4.282-18	7,61	0,57	Удовлетворительно	
11	8712	92,19	ПНД Ф 14.1:2:4.157-99	9,22	-0,24	Удовлетворительно	
12	9051-1	90,1	ПНД Ф 14.1:2:4.157-99	9,0	-0,82	Удовлетворительно	
13	9051-2	90,0	ПНД Ф 14.1:2:4.157-99	9,0	-0,85	Удовлетворительно	
14	9633	90,0	ПНД Ф 14.1:2:4.157-99	9,0	-0,85	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.	Осипова Людмила Сергеевна	группа физико-химических и токсикологических исследований	доб. 182

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 результатов испытаний (измерений) не подлежат

разглашению или передаче третьим лицам. В соответствии с Приказом Минэкономразвития России от 24.10.2020 г. № 704 ФБУЗ ФЦ 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 52 шт. Стабильность и однородность образцов гарантированы производителем на протяжении всего срока годности (аналитический паспорт качества на контрольный образец серия № ОР2-2401 от 17.01.2023 г.) и подтверждены технологией приготовления и лабораторными исследованиями (протоколы лабораторных исследований №№ 249-Л, 250-Л, 251-Л от 24.01.2023). Перед началом раунда осуществлен выборочный отбор образцов в количестве 3 шт. и передача их в аккредитованный ИЩ для проведения исследований на содержание сульфатов (протоколы лабораторных исследований № 106-108 от 30.01.2023).

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

- *определение сульфатов с использованием титриметрического метода исследований:* 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 ($u(x_{rt}) < 0.3\sigma_{rt}$) 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

- *определение сульфатов с использованием турбидиметрического метода исследований и тд.:* 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:

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

где: x_i – результат i

x_{pt} – приписанное значение UK;

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

σ_{pt} – стандартное отклонение для оценки квалификации;

S^* – робастное стандартное отклонение.

- определение сульфатов с использованием метода капиллярного электрофореза: 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 ($u(x_{pt}) > 0.3\sigma_{pt}$) и подлежит учету при интерпретации результатов:

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

где: x_i – результат i

x_{pt} – приписанное значение UK;

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

σ_{pt} – 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 предупреждающих действий;

** - требует выполнения корректирующих действий.

1. Графическое представление результатов участников раунда

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

	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 раунда	X^*

Определение сульфатов с использованием титриметрического метода исследований

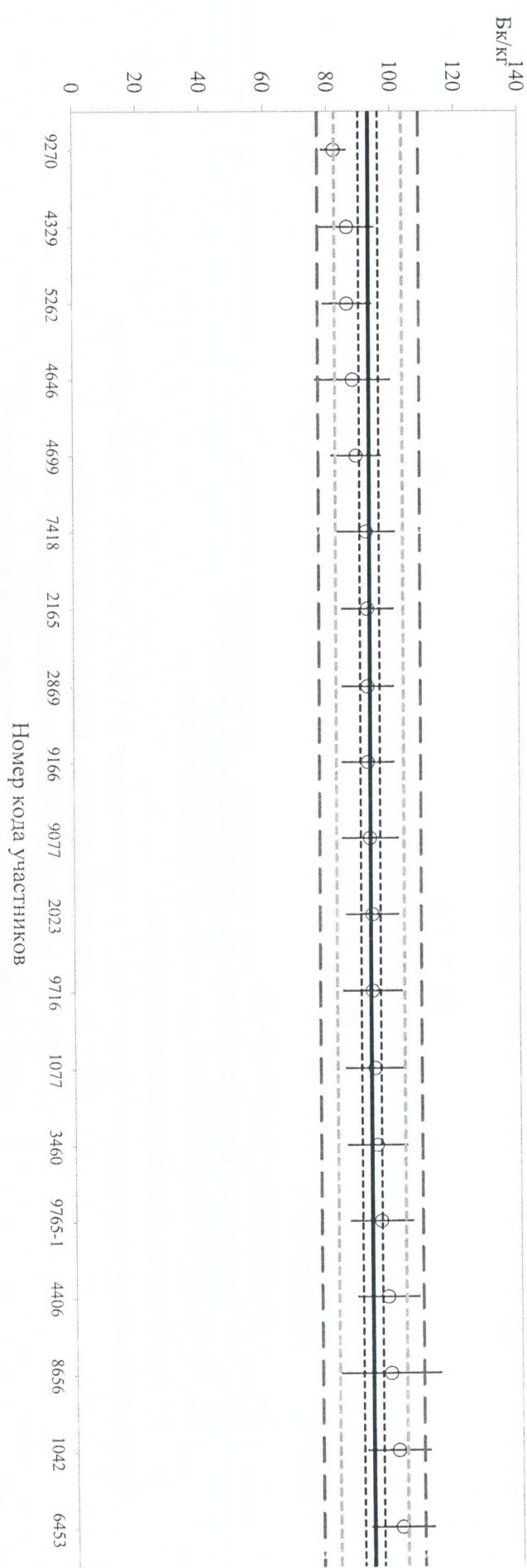
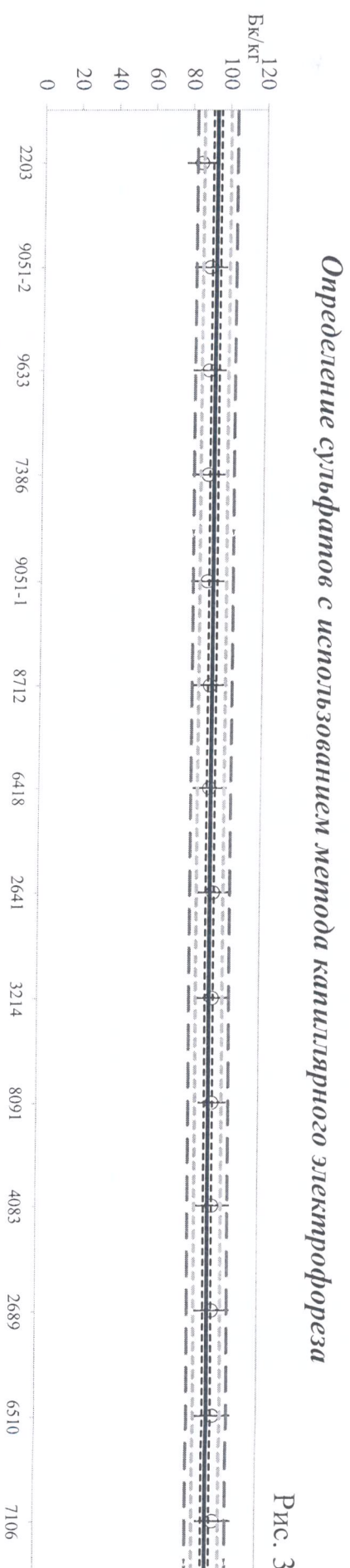
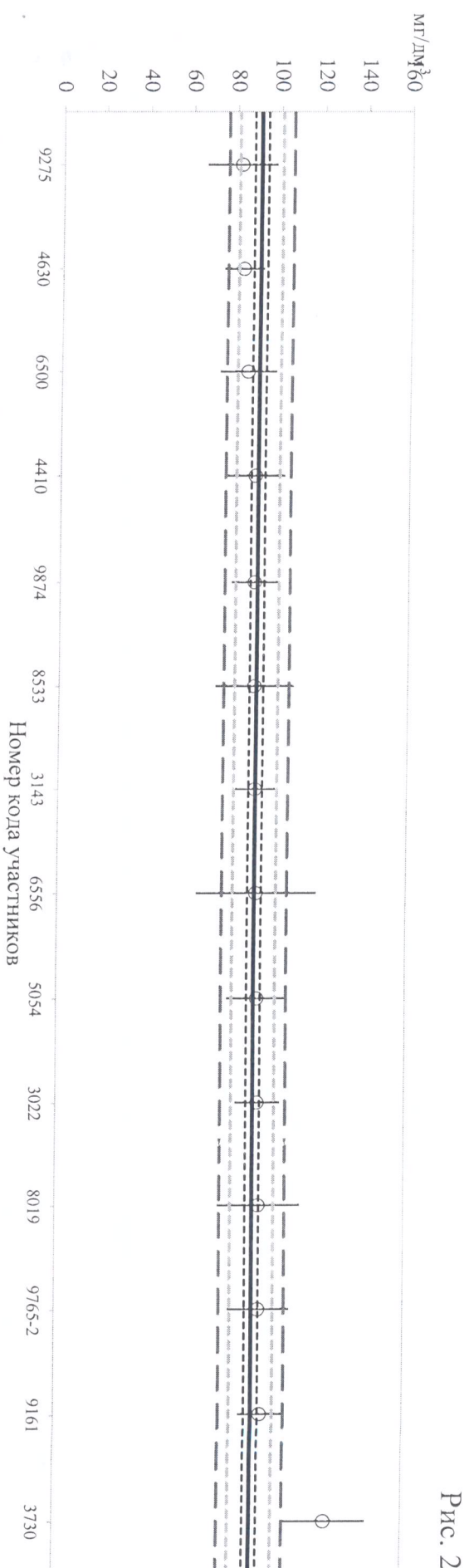


Рис.1

Определение сульфатов с использованием турбидиметрического метода исследований и т.д.



Номер кода участников

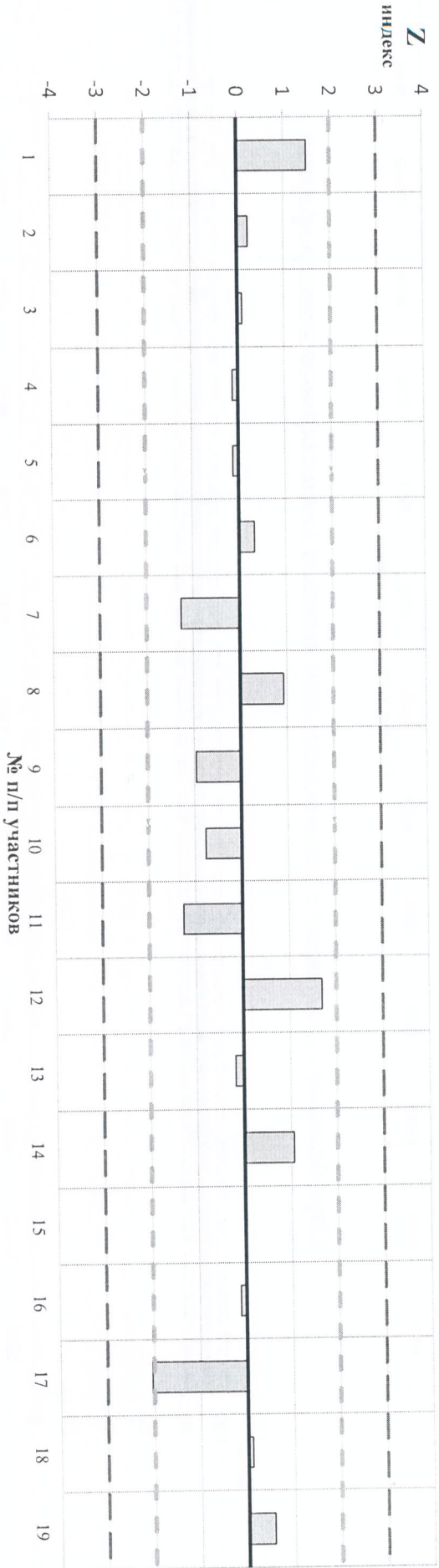
2. Графическое представление результатов расчета Z индекса

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	$Z = 0$

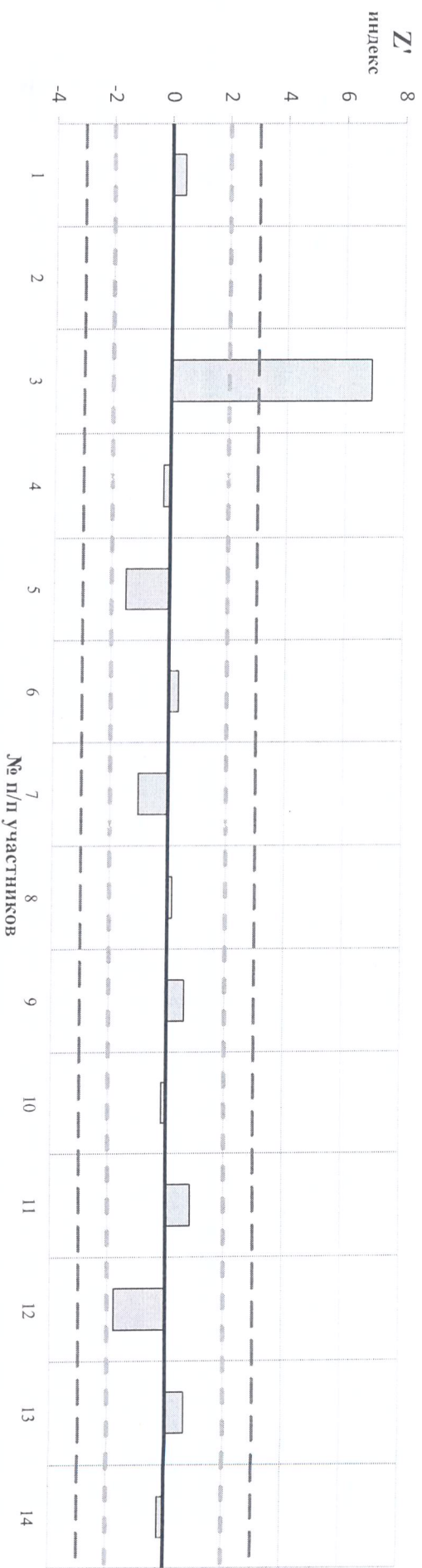
Определение сульфатов с использованием титриметрического метода исследований

Рис. 4



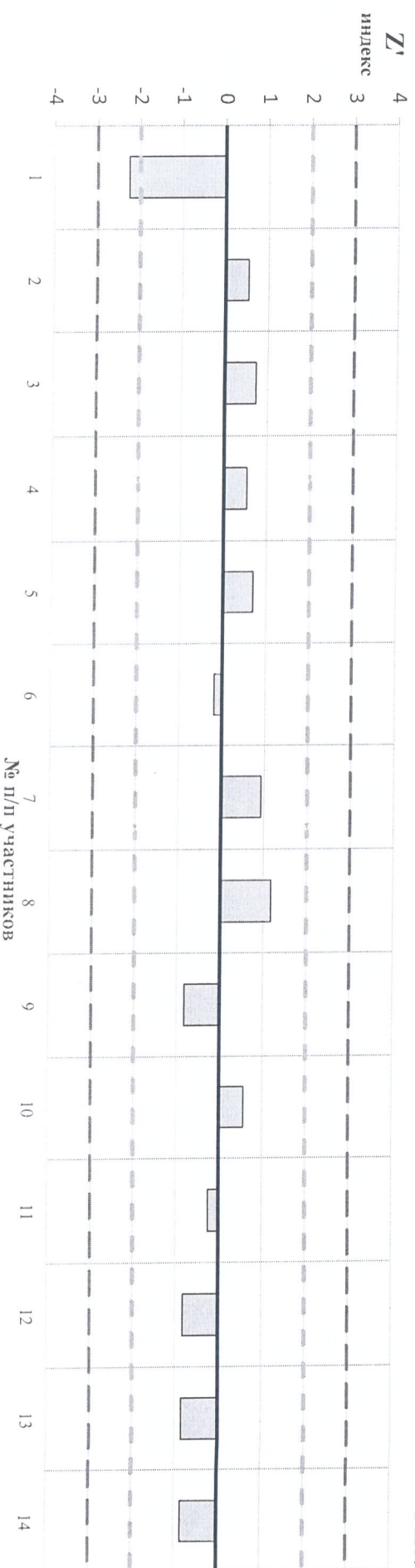
Определение сульфатов с использованием турбидиметрического метода исследований и т.д.

Рис. 5



Определение сульфатов с использованием метода капиллярного электрофореза

Рис. 6



Процедуры, используемые для установления приписанного значения: ДП3.11-4/3 «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 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 считается 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 различные методы использовались различными группами участников): 19 участников испытаний использовал титриметрический метод определения, 10 участников испытаний использовали турбидиметрический метод, 2 участника испытаний использовали метод ионной хроматографии, 2 участника испытаний использовали гравиметрический метод и 14 участников испытаний использовали метод капиллярного электрофореза.

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 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):

подпись

Д.С. Осипова

инициалы, фамилия

Проверил:

подпись

С.И. Кувшинников

инициалы, фамилия

Статус отчета:

окончательный

«04» мая 2022 г.

дата подготовки

Конец отчета

