

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 ФЦП иЭ Роспотребнадзора

Л.С. Осипова

2024 г.



Л.С. Осипова

Сводный отчет № 1В05/24

результатов участия лабораторий в межлабораторных сравнительных испытаниях
3 этапа 2024 года
«ОК ФЦ 2024»

Образец для проверки квалификации

ОК 1В05/24

шифр ОК

Сведения об образце для проверки квалификации ОК 1В05/24:

шифр образца	объект исследования	определяемый показатель	характеристика образца
ОК 1В05/24	пищевой продукт: пшено	удельная активность радионуклида ^{137}Cs	Образец изготовлен на основе крупы (пшено) и представляет собой объемный гранулированный материал с насыпной плотностью 0,790 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 $^{137}\text{Cs} = 51,80$ Бк/кг, расширенная неопределенность 8,6% ($K=2$);
 - удельная активность радионуклида $^{90}\text{Sr} = 39,32$ 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 поддежит учету при интерпретации результатов:

$$Z'_i = \frac{x_i - x_{rt}}{\sigma_{rt}} ; \quad \sigma_{rt}^{137\text{Cs}} = \frac{0,2x_{rt}^{137\text{Cs}}}{3} ; \quad \sigma_{rt}^{90\text{Sr}} = \frac{0,3x_{rt}^{90\text{Sr}}}{3}$$

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):

$$\begin{aligned} |Z| \leq 2 & \quad \text{- результат признан удовлетворительным;} \\ 2 < |Z| \leq 3 & \quad \text{- результат признан сомнительным;*} \\ |Z| > 3 & \quad \text{- результат признан неудовлетворительным.**} \end{aligned}$$

* - требует выполнения рекомендуемых действий;

** - требует выполнения корректирующих действий.

Сводная информация о результатах участия ИЛ в раунде

Информация о полученных результатах испытаний	ОК 1В05/24 образец пищевого продукта		
	Удельная активность Cs-137	Удельная активность Sr-90	
Результат, %	Удовлетворительно	91	86
	Сомнительно	0	5
	Неудовлетворительно	9	10
Число результатов испытаний, полученных от ИЛ – участников МСИ	Всего	22	21
	Удовлетворительных	20	18
	Сомнительных	0	1
	Неудовлетворительных	2	2

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

Сводная таблица

оценки качества результатов испытаний образца для проверки квалификации ОК 1В05/24 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	1840	50,00	МКГБ-01 "Радэж"	12,50	-0,44	Удовлетворительно	39,00	МКГБ-01 "Радэж"	11,70	-0,07	Удовлетворительно
2	2093	58,30	УСК "Гамма Плюс"	5,10	1,58	Удовлетворительно	30,30	УСК "Гамма Плюс"	7,20	-2,08	Сомнительно
3	2196	46,27	МКС-01А "Мультирад"	10,06	-1,35	Удовлетворительно	37,90	МКС-01А "Мультирад"	16,06	-0,33	Удовлетворительно
4	2205	51,94	МКГБ-01 "Радэж"	5,30	0,03	Удовлетворительно	36,03	МКГБ-01 "Радэж"	4,02	-0,76	Удовлетворительно

№ п/п	Колодный номер ИД	Удельная активность Cs-137					Удельная активность Sr-90								
		Результат испытаний Бк/кг	Средство измерения Сs-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 _{гр} = 51,80 Бк/кг											Приписанное значение ОК: X _{гр} = 39,32 Бк/кг				
5	2239	51,84	МКС-01А "Мультирад"	7,44	0,01	Удовлетворительно	43,77	МКС-01А "Мультирад"	9,25	1,03	Удовлетворительно				
6	3817	54,66	МКС-01А "Мультирад"	9,67	0,70	Удовлетворительно	41,01	МКС-01А "Мультирад"	10,31	0,39	Удовлетворительно				
7	4235	51,14	СК "Прогресс"	8,21	-0,16	Удовлетворительно	43,68	СК "Прогресс"	8,31	1,01	Удовлетворительно				
8	4273	49,80	МКС-01А "Мультирад"	7,80	-0,49	Удовлетворительно	41,20	МКС-01А "Мультирад"	12,60	0,43	Удовлетворительно				
9	4894	51,70	МКС-01А "Мультирад"	9,00	-0,02	Удовлетворительно	39,10	МКС-01А "Мультирад"	15,50	-0,05	Удовлетворительно				
10	5255	54,60	МКС-АТ 1315	14,98	0,68	Удовлетворительно	44,70	МКС-АТ 1315	23,18	1,24	Удовлетворительно				
11	5351	57,08	СК "Прогресс"	9,01	1,29	Удовлетворительно	40,68	СК "Прогресс"	28,20	0,31	Удовлетворительно				
12	5518	52,75	МКС-01А "Мультирад"	10,76	0,23	Удовлетворительно	40,75	МКС-01А "Мультирад"	13,53	0,33	Удовлетворительно				
13	6871	53,48	Гамма-III	12,76	0,41	Удовлетворительно	59,30	УМФ-2000	17,30	4,62	Неудовлетворительно				
14	6928	12,41	УСК "Гамма Плюс"	3,77	-9,59	Неудовлетворительно	40,30	УСК "Гамма Плюс"	4,96	0,23	Удовлетворительно				
15	7342	68,00	СК "Гамма- 1С"	23,60	3,94	Неудовлетворительно	Нет данных	-	-	-	-				
16	7639	53,01	МКС-01А "Мультирад"	8,98	0,29	Удовлетворительно	31,98	МКС-01А "Мультирад"	40,76	-1,70	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: $X_{пр} = 51,80$ Бк/кг					Приписанное значение ОК: $X_{пр} = 39,32$ Бк/кг				
17	8064	49,45	МКС-01А "Мультиград"	9,01	-0,57	Удовлетворительно	42,94	МКС-01А "Мультиград"	15,80	0,84	Удовлетворительно
18	8562	51,30	МКГВ-01 "Раджк"	5,10	-0,12	Удовлетворительно	38,60	МКГВ-01 "Раджк"	3,90	-0,17	Удовлетворительно
19	8793	54,70	МКС-01А "Мультиград"	8,40	0,71	Удовлетворительно	1,90	МКС-01А "Мультиград"	3,60	-8,65	Неудовлетворительно
20	9066	53,54	МКС-01А "Мультиград"	8,30	0,42	Удовлетворительно	44,92	МКС-01А "Мультиград"	8,22	1,29	Удовлетворительно
21	9333	52,43	МКС-01А "Мультиград"	8,60	0,15	Удовлетворительно	46,47	МКС-01А "Мультиград"	9,46	1,65	Удовлетворительно
22	9730	54,34	МКС-01А "Мультиград"	8,12	0,62	Удовлетворительно	40,16	МКС-01А "Мультиград"	12,90	0,19	Удовлетворительно

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 ФЦГиЭ 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) только в адрес третьим лицам. В соответствии с Приказом Минэкономразвития России от 24.10.2020 г. № 704 ФБУЗ ФЦГиЭ 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 20.05.2024 г.). Стабильность образцов обусловлена природой радиоактивного распада, что является главной причиной статистического разброса результатов измерений. Однородность образцов подтверждены технологией приготовления и лабораторными исследованиями производителя. Однородность производителем определялась как СКО среднего (в соответствии с требованиями РМГ 93-2015).

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

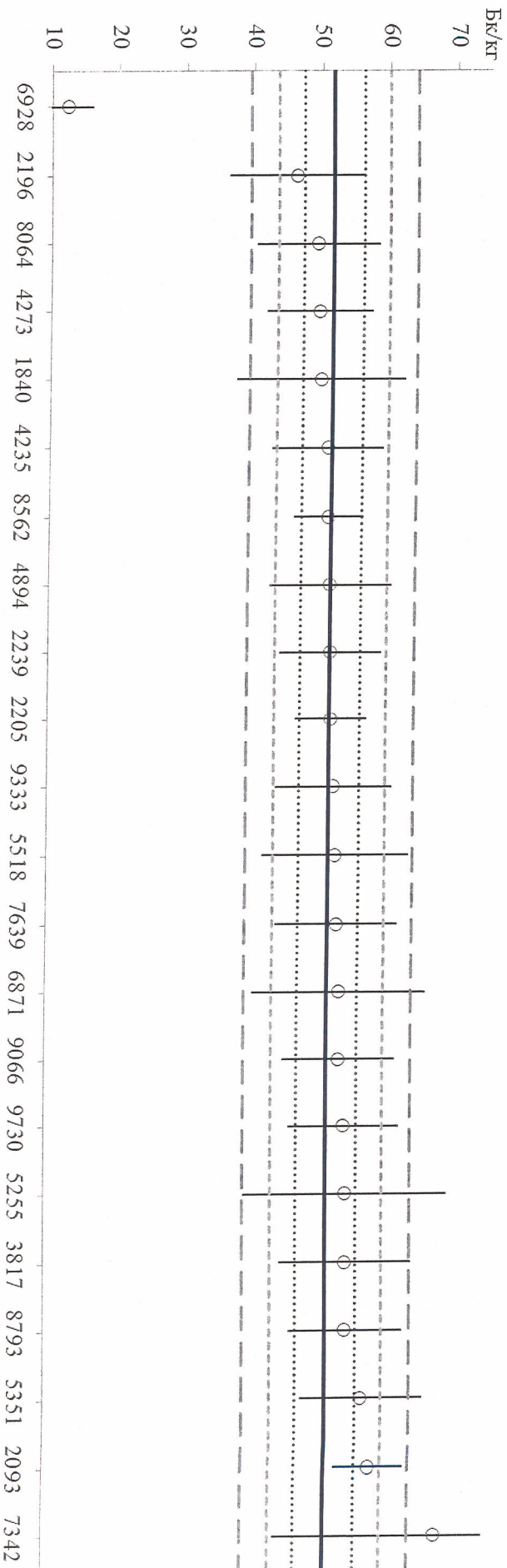
Статистическая обработка результатов испытаний проведена в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р 50779.60-2017 (пункты 7.4; 8.1.2; 8.2; 9.5) по критерию «Z'-индекс» с учетом стандартной неопределенности приписанного значения, т.к. она считается значимой ($u(x_{pr}) > 0.3\sigma_{pr}$) и подлежит учету 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 рунда (С-137)

Рис. 1



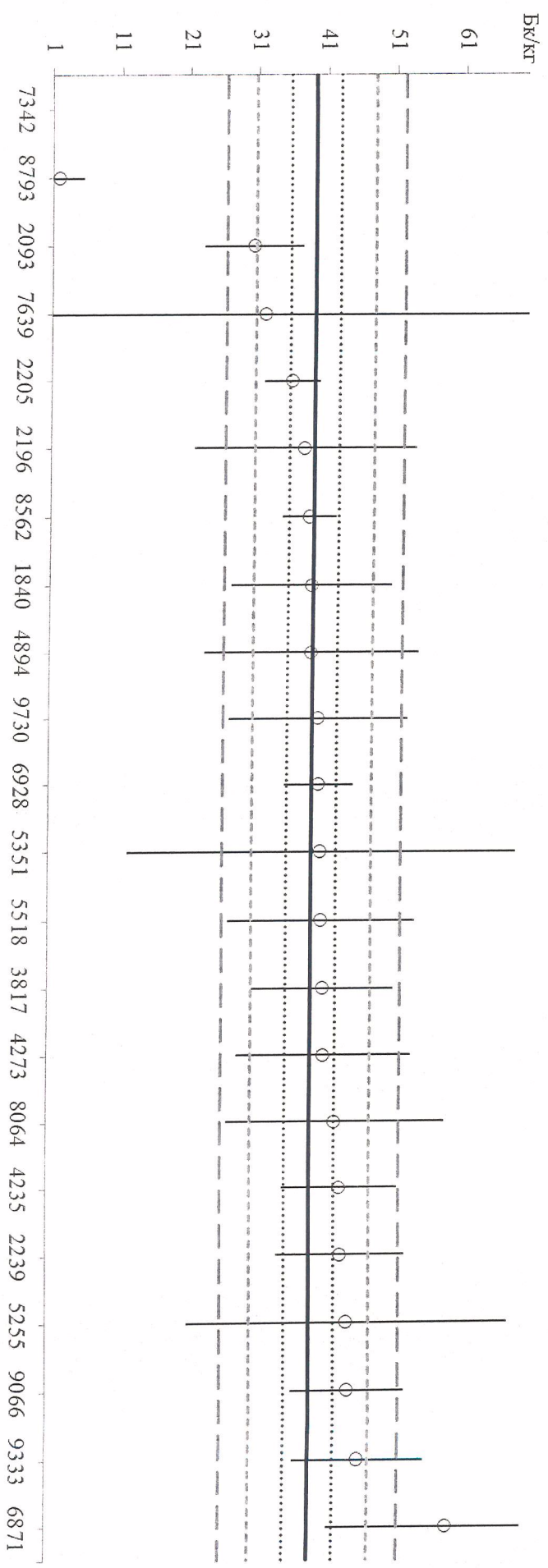
Номер кода участника

Принятые условные обозначения (рис.1)

.....	линия сигнала "Сигнал к действию"	$X_{pt} \pm 3 \sigma_{pt}$
.....	линия сигнала "Сигнал предупреждения"	$X_{pt} \pm 2 \sigma_{pt}$
.....	линия присвоенного значения	X_{pt}
.....	линия присвоенного значения с расширенной неопределенностью	$X_{pt} \pm U_{pt}$

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

Рис. 2

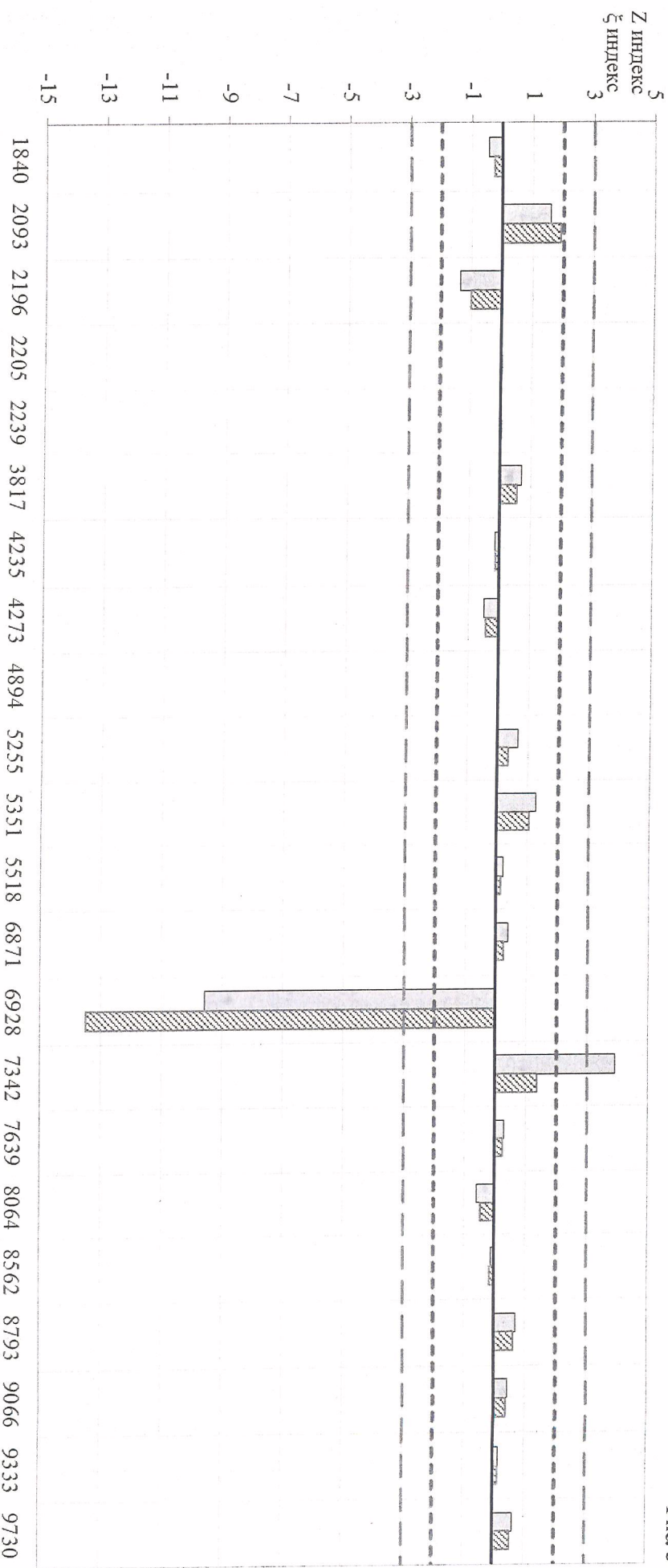


Принятые условные обозначения (рис.2)

—	Линия сигнала "Сигнал к действию"	$X_{pr} \pm 3 \sigma_{pr}$
- - - - -	Линия сигнала "Сигнал предупреждения"	$X_{pr} \pm 2 \sigma_{pr}$
—	Линия приписанного значения	X_{pr}
.....	Линия приписанного значения с расширенной неопределенностью	$X_{pr} \pm U_{pr}$

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

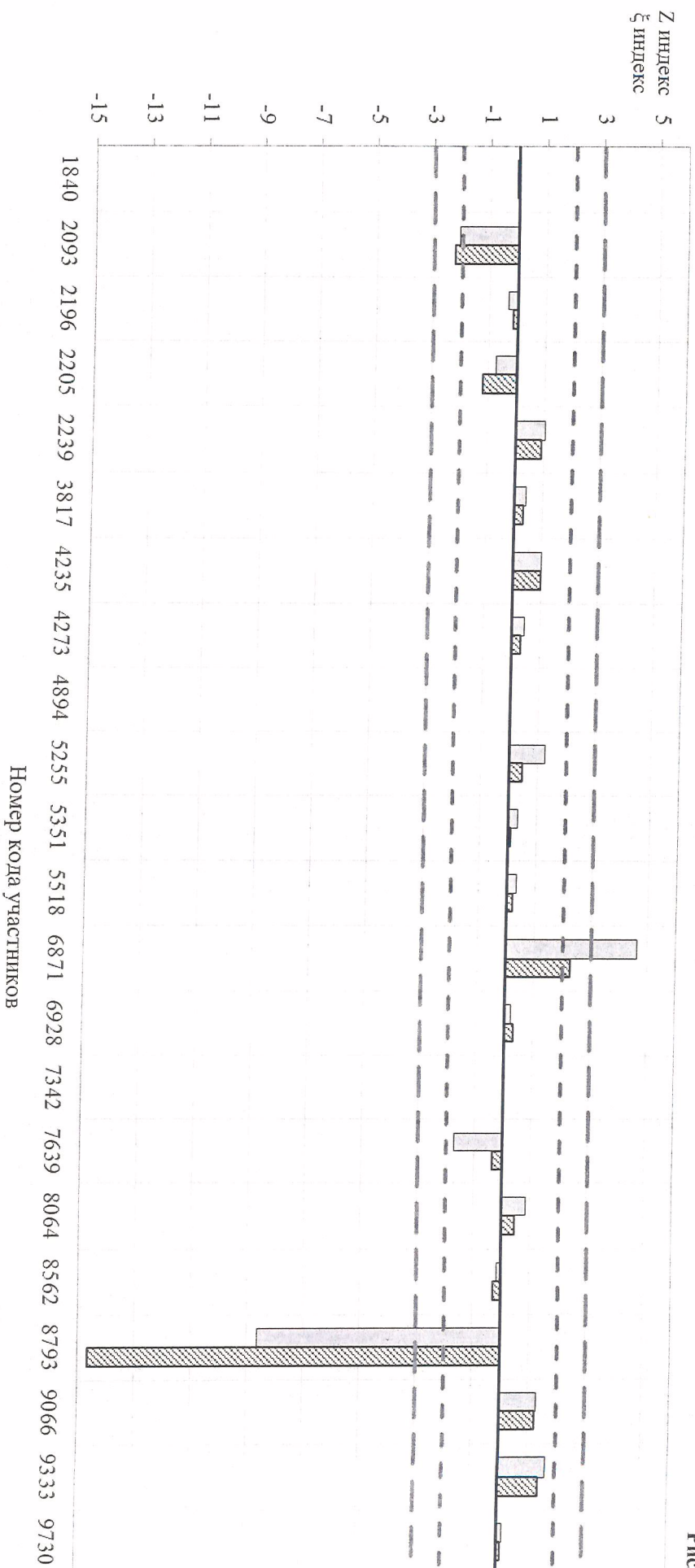
Рис. 3



Принятые условные обозначения (рис.3):

.....	Линия сигнала "Сигнал к действиям"	$ Z' = 3$
-----	Линия сигнала "Сигнал предупреждения"	$ Z' = 2$
_____	Нулевая линия Z индекса	$Z = 0$

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



Принятые условные обозначения (рис. 4):

Линия сигнала "Сигнал к действию"	$ Z = 3$
Линия сигнала "Сигнал предупреждения"	$ Z = 2$
Нулевая линия Z индекса	$Z = 0$

Рис. 4

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 $^{137}\text{Cs} = 51,80 \text{ Бк/кг}$, расширенная неопределенность 8,6% ($K=2$);
- удельная активность радионуклида $^{90}\text{Sr} = 39,32 \text{ Бк/кг}$, 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 (пшеница) для межлабораторных сличительных испытаний» от 20.05.2024 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 о разработке образца.

Стандартное отклонение для оценки квалификации σ_{pt} принято как «максимально допустимая погрешность» (8.1.2, 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.

$$\sigma_{pt}^{137\text{Cs}} = \frac{0.2x_{pt}^{137\text{Cs}}}{3}$$

$$\sigma_{pt}^{90\text{Sr}} = \frac{0.3x_{pt}^{90\text{Sr}}}{3}$$

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

Для определения в контрольном образце радионуклида Cs-137 все участники испытаний использовали гамма-спектрометрический метод измерения.

Для определения радионуклида Sr-90 один участник раунда (№ 6871) использовал бета-радиометрический метод измерения с радиохимической подготовкой счетного образца, остальные участники использовали бета-спектрометрический метод измерения с термической концентрацией или без концентрации образца (нативом).

Результаты лабораторий обработаны по критерию Граббса на один выброс (ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002, п. 7.3.4.), с выводом:

- результаты участников № 6928 и № 7342 по измерению радионуклида Cs-137 оценены как статистические выбросы;
- результаты участников № 6871 и № 8793 по измерению радионуклида Sr-90 оценены как статистические выбросы.

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

Участник № 7342 не представил результаты по показателю Sr-90, поэтому этот участник не оценивался по соответствующему показателю.

1. По результатам анализа значений критерия Z' , представленных в сводной таблице, сделан вывод:

1) по показателю Cs-137 результаты участников признаются удовлетворительными по критерию Z' за исключением:
- результаты участников № 6928 и № 7342 признаются неудовлетворительными;

2) по показателю Sr-90 результаты участников признаются удовлетворительными по критерию Z' за исключением:
- результат участника № 2093 признаётся сомнительным;

- результаты участников № 6871 и № 8793 признаются неудовлетворительными.

2. Для оценки способности участника раунда получать результаты, близкие к приписанному значению в пределах указанной участником неопределенности, рассчитан индекс ζ (дзета).

$$\zeta_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{u^2(x_i) + u^2(x_{pt})}}$$

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

Результаты анализа значений индекса ζ (дзета) представлены графически на рисунках 3 и 4:

- 1) показателем Cs-137: результаты участников признаются удовлетворительными по индексу ζ за исключением:
 - результат участника № 6928 ($\zeta=-13,49$) признаётся неудовлетворительным по индексу ζ ;
- 2) показателем St-90: результаты участников признаются удовлетворительными по индексу ζ за исключением:
 - результаты участников № 2093 ($\zeta=-2,24$); № 6871 ($\zeta=2,26$) признаются сомнительными по индексу ζ ;
 - результат участника № 8793 ($\zeta=-14,66$) признаётся неудовлетворительным по индексу ζ ;
 - вызывает сомнение корректность оценки неопределенности измерения участника № 7639 (более 100%).

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. 21.08.2023 г.).

Программа межлабораторных сравнительных (сличительных) испытаний (МСИ) «ОК ФЦ 2024» (утв. 22.08.2023 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».

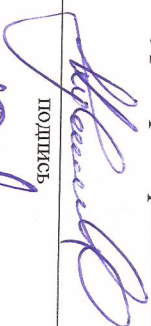
Рекомендации по интерпретации статистического анализа: не требуется.

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

Л.С. Осипова
инициалы, фамилия

окончательный

«30» августа 2024 г.
дата подготовки

_____ , _____
Конец отчета