

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 ФЦП и Э Роспотребнадзора

Д.С. Осипова

«28» августа 2023 г.



Сводный отчет № ЗВ04/23
результатов участия лабораторий в межлабораторных сравнительных испытаниях
3 этапа 2023 года
«ОК ФЦ 2023»

Образец для проверки квалификации

ОК ЗВ04/23
шифр ОК

Сведения об образце для проверки квалификации ОК ЗВ04/23: образец представляет собой раствор, содержащий хлориды, в флаконе с завинчивающейся крышкой, обеспечивающим полную герметичность образца.

шифр образца	объект исследования	определяемый показатель	характеристика образца
ОК ЗВ04/23	вода	хлорид-ион (хлориды)	диапазон определяемых концентраций 50,0 – 250,0 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 хлоридов 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 ($u(x_{prt}) < 0.3\sigma_{prt}$) и не подлежит учету при интерпретации результатов:

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

где: x_i – результат лаборатории;

x_{prt} – приписанное значение ОК;

σ_{prt} – стандартное отклонение для оценки квалификации;

S^* – робастное стандартное отклонение.

- определение хлоридов с использованием методом каталитического электрофореза (КЭФ): 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 хлоридов (титриметрический метод)		Содержание хлоридов (метод капиллярного электрофореза)
	удовлетворительно	сомнительно	
Результат, %	удовлетворительно	85	82
	неудовлетворительно	3	9
Число результатов испытаний, полученных от ИЛ – участников МСИ	всего	12	9
	удовлетворительных	34	11
	сомнительных	29	9
	неудовлетворительных	1	1
		4	1

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

**Сводная таблица
оценки качества результатов испытаний образцов для проверки квалификации ОК ЗВ04/23
по определению хлоридов в воде**

№ п/п	Кодовый номер ИЛ	Хлориды - определение титриметрическим методом приписанное значение ОК, С = 78,71 мг/дм ³					Заклю-чение
		результат испытаний, мг/дм ³	обозначение НД на метод испытаний, методика испытаний	допускаемая погрешность ¹	значение 2-индекса		
1	2040	77,0	ПНД Ф 14.1.2:3.4.111-97	12,0	-1,0	Удовлетворительно	
2	2057	85,0	ГОСТ 4245-72	2,8	3,7	Неудовлетворительно	
3	2149	75,4	ПНД Ф 14.1.2:3.96-97	6,8	-1,9	Удовлетворительно	
4	2165	80,4	ГОСТ 4245-72	14,5	1,0	Удовлетворительно	
5	2296	81,0	ГОСТ 4245-72	12,2	1,3	Удовлетворительно	
6	2313-2	80,52	ГОСТ 4245-72	1,4	1,1	Удовлетворительно	
7	2363	80,0	ГОСТ 4245-72	14,0	0,75	Удовлетворительно	
8	3444	78,0	ГОСТ 4245-72	14,0	-0,42	Удовлетворительно	
9	4406	80,0	ГОСТ 4245-72	12,0	0,75	Удовлетворительно	
10	4647	170,0	ГОСТ 4245-72	26,0	53,39	Неудовлетворительно	
11	4679	80,0	ГОСТ 4245-72	20,0	0,75	Удовлетворительно	
12	4878	83,0	ГОСТ 4245-72	12,0	2,51	Сомнительно	
13	5004	78,0	ГОСТ 4245-72	1,4	-0,42	Удовлетворительно	
14	5017	77,7	ГОСТ 4245-72	11,7	-0,59	Удовлетворительно	
15	5067	77,9	ГОСТ 4245-72	11,7	-0,47	Удовлетворительно	
16	5267	79,2	ГОСТ 4245-72	1,4	0,29	Удовлетворительно	
17	5481	79,0	ГОСТ 4245-72	11,9	0,17	Удовлетворительно	
18	5595	77,0	ГОСТ 4245-72	11,6	-1	Удовлетворительно	
19	5678	80,2	ГОСТ 4245-72	8,0	0,87	Удовлетворительно	
20	5715	78,33	ГОСТ 4245-72	1,4	-0,22	Удовлетворительно	
21	6885	77,5	ГОСТ 4245-72	11,6	-0,71	Удовлетворительно	
22	7065	78,2	ГОСТ 4245-72	14,1	-0,3	Удовлетворительно	
23	7109	76,4	ПНД Ф 14.1.2:3.96-97	6,88	-1,35	Удовлетворительно	
24	7218	67,13	ГОСТ 4245-72	-	-6,77	Неудовлетворительно	
25	7418	76,7	ГОСТ 4245-72	1,4	-1,18	Удовлетворительно	

26	7689	80,0	ГОСТ 4245-72	12,0	0,75	Удовлетворительно
27	7891	77,0	ГОСТ 4245-72	11,6	-1	Удовлетворительно
28	8098	113,0	ГОСТ 4245-72	11,3	20,05	Неудовлетворительно
29	8723	77,5	ГОСТ 4245-72	11,6	-0,71	Удовлетворительно
30	9103	78,8	ГОСТ 4245-72	11,8	0,05	Удовлетворительно
31	9166	79,37	ГОСТ 4245-72	14,29	0,39	Удовлетворительно
32	9200	79,8	ГОСТ 4245-72	7,2	0,64	Удовлетворительно
33	9286	78,7	РД 52.24.407-2017	3,8	-0,01	Удовлетворительно
34	9915	77,2	ГОСТ 4245-72	12,0	-0,88	Удовлетворительно

Хлориды - определение методом капиллярного электрофореза

приписанное значение ОК, С = 78,94 мг/дм ³						
1	1761	64,0	ПНД Ф 14.1.2:4.167-2000**	6,4	-10,1	Неудовлетворительно
2	2196	78,30	ФР.1.31.2018.29956 (ПНД Ф 14.1.2:3:4.282)	7,83	-0,4	Удовлетворительно
3	2203	79,1	ПНД Ф 14.1.2:4.157	7,9	0,1	Удовлетворительно
4	2313-1	80,86	М 01-58-2018 (ПНД Ф 14.1.2:3:4.282-18)	8,09	1,3	Удовлетворительно
5	2924	78,4	ГОСТ 31867-2012	7,8	-0,4	Удовлетворительно
6	3555	79,4	ПНД Ф 14.1.2:4.157-99	7,9	0,3	Удовлетворительно
7	5250	80,0	ПНД Ф 14.1.2:3:4.282-18	8,0	0,71	Удовлетворительно
8	5930	79,2	ПНД Ф 14.1.2:4.157-99	7,9	0,18	Удовлетворительно
9	6896	77,4	М 01-58-2018 (ПНД Ф 14.1.2:3:4.282-18)	7,7	-1,04	Удовлетворительно
10	9084	75,6	ГОСТ 31867-2012	6,0	-2,25	Сомнительно
11	9874	79,9	М 01-58-2018	8,0	0,65	Удовлетворительно

¹ значение установленной для применяемой методики испытаний характеристики погрешности;

** - ПД не распространяется на проведение исследований по определению хлоридов

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 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) не подлежат разглашению или передаче 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: Специальные образцы контроля одной партии в количестве 50 шт. Стабильность и однородность образцов гарантирована производителем на протяжении всего срока годности (аналитический паспорт качества на контрольный образец серия № ОР2-2305 от 10.05.2023 г.), подтверждены технологией приготовления и лабораторными исследованиями (протокол лабораторных исследований №№ 4546-Д, 4548-Л от 18.05.2023, № 4547-Л от 23.05.2023). Перед началом раунда осуществлен выборочный отбор образцов контроля и передача для проведения исследований содержания хлоридов в аккредитованный ИЛЦ (протоколы лабораторных исследований № 2563-2565 от 09.06.2023).

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

- *определение хлоридов с использованием шириметрического 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 ($u(x_{prt}) < 0.3\sigma_{prt}$) и не подлежит учету при интерпретации результатов:

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

где: x_i – результат лаборатории;

x_{prt} – приписанное значение ОК;

σ_{prt} – стандартное отклонение для оценки квалификации;

S^* – робастное стандартное отклонение.

- *определение хлоридов с использованием метода катиллярного электрофореза (КЭФ)*: 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.

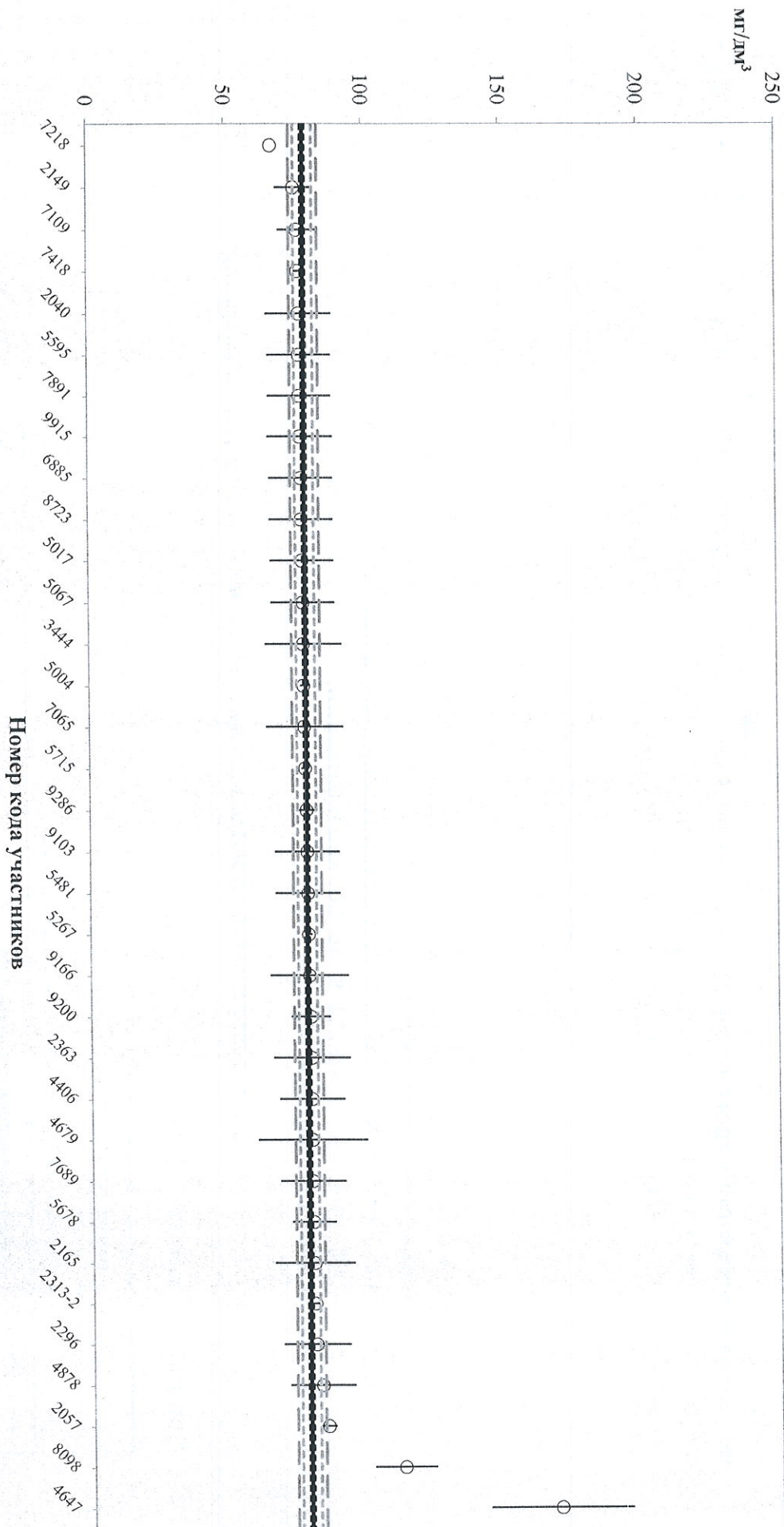
1. Графическое представление результатов участников района

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

---	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 района	x^*

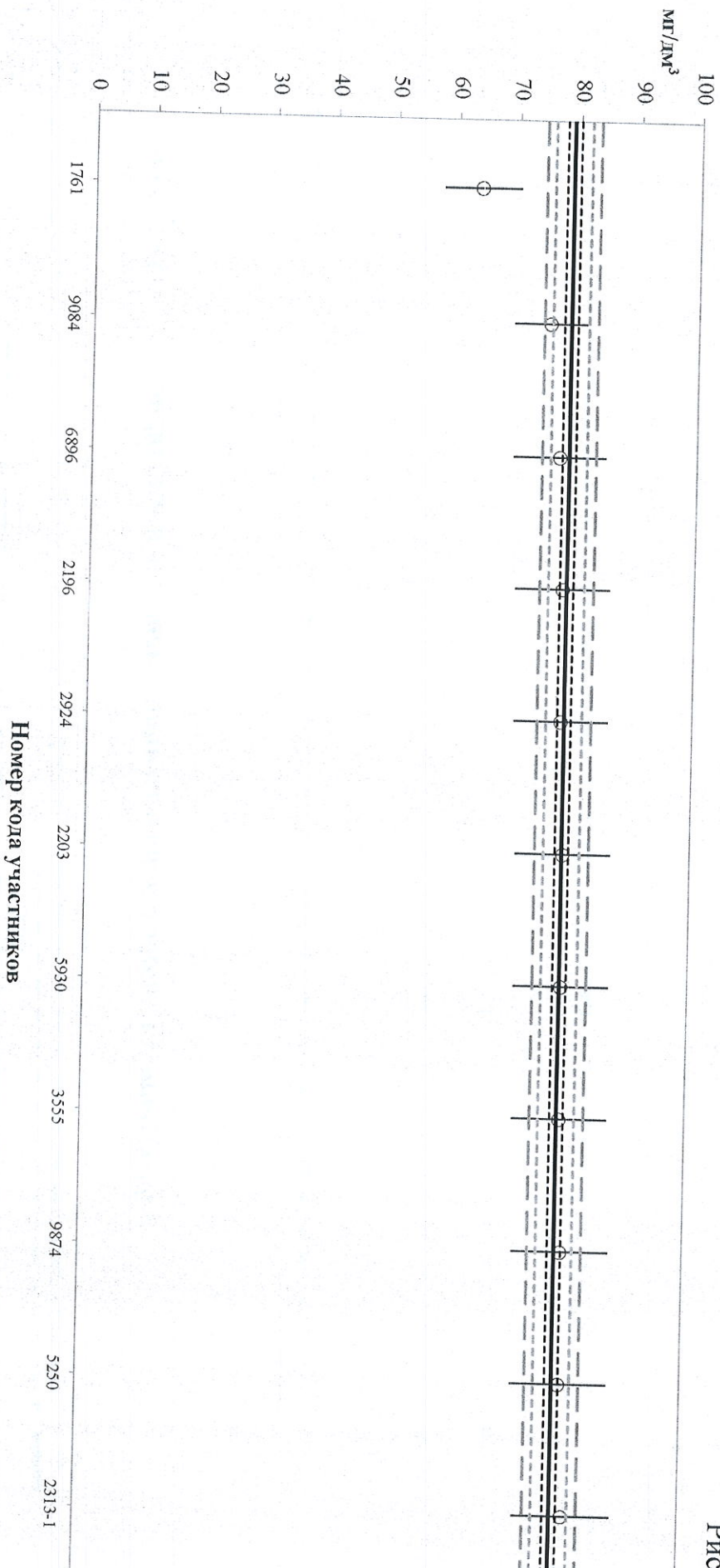
определение хлоридов с использованием титриметрического метода исследования

Рис.1



определение хлоридов с использованием методов капиллярного электрофореза

Рис. 2



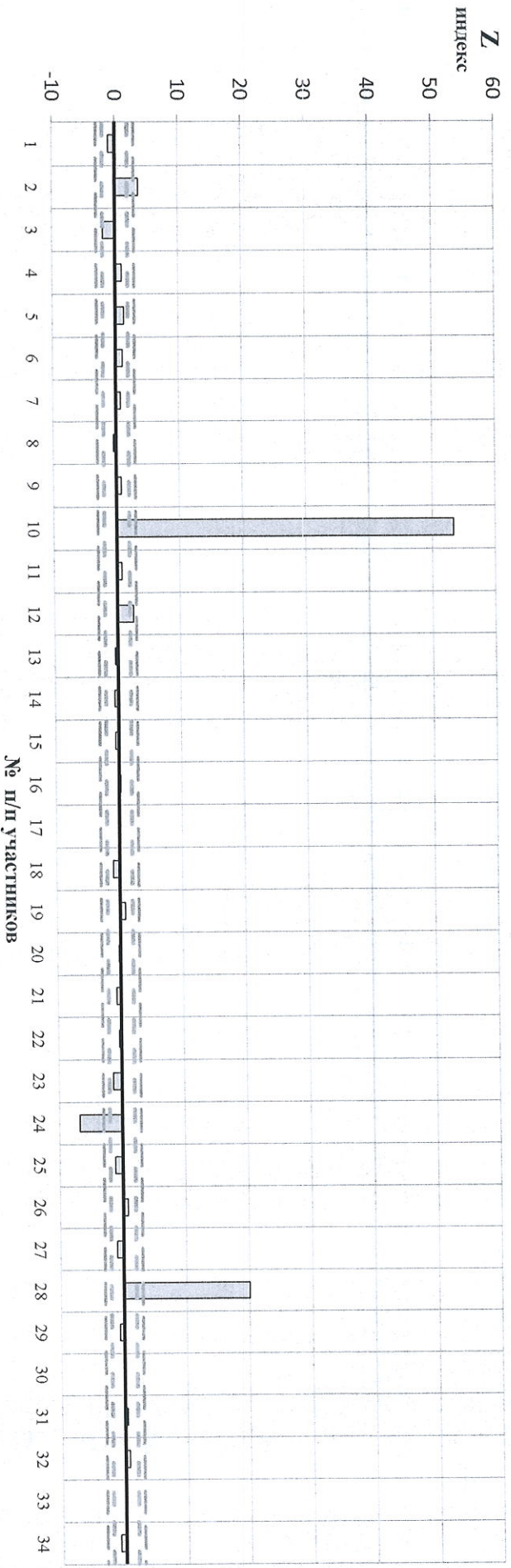
2. Графическое представление результатов расчета Z индекса

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

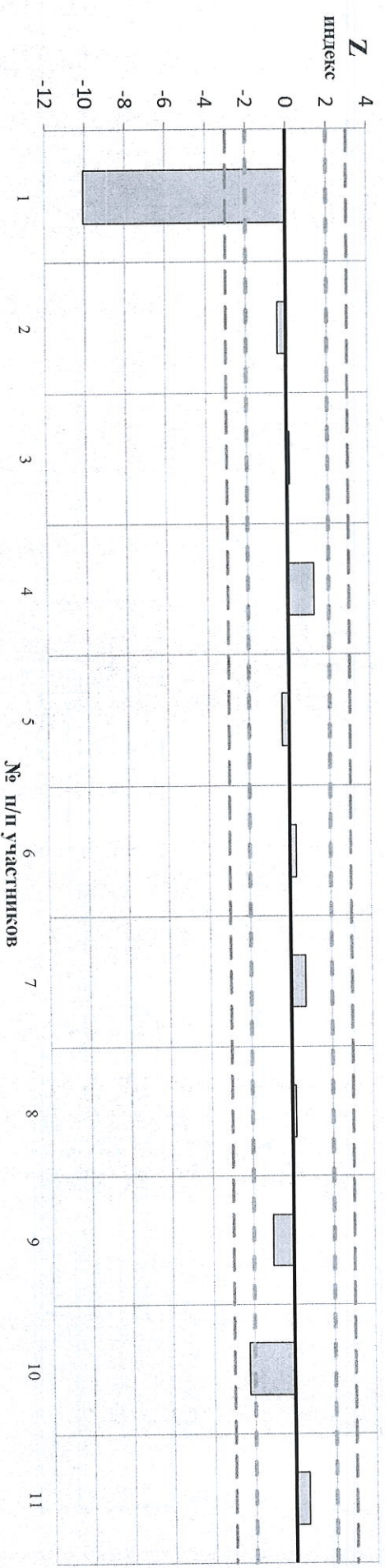
определение хлоридов с использованием титриметрического метода исследований

Рис. 3



определение хлоридов с использованием методов капиллярного электрофореза

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^* – робастное стандартное отклонение - титриметрический метод определения. 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^2 -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): 34 участника испытаний использовали титриметрический метод определения, 11 участников испытаний использовали метод капиллярного электрофореза.

Комментарии провайдера проверки квалификации и технических экспертов относительно характеристик функционирования участников: ПНД Ф 14.1.2.4.167-2000 «Коллициметрический анализ вод. Методика выполнения измерений массовых концентраций катионов калия, натрия, лития, магния, кальция, аммония, стронция, бария в пробах питьевых, природных. Сточных вод методом капиллярного электрофореза с использованием системы капиллярного электрофореза "Капель"». ПНД Ф 14.1.2.4.167-2000 не предусматривает проведение исследований по определению хлоридов (хлорид-ионов).

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.

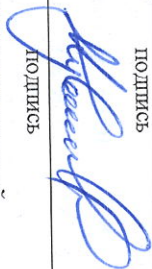
Комментарии или рекомендации, основанные на результатах тура проверки квалификации: по настоящему отчету комментарии или рекомендации, основанные на результатах тура проверки квалификации, не требуются.

Ответственный за проведение МСИ
(координатор):


подпись

Е.С. Шальнова
инициалы, фамилия

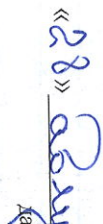
Проверил:


подпись

С.И. Кувшинников
инициалы, фамилия

Статус отчета:

окончательный

«28»  2023 г.
дата подготовки