

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 ФЦГиЭ Роспотребнадзора

Л.С. Осипова

2023 г.



в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
«28» _____ 2023 г.

Сводный отчет № 9В04/23

результатов участия лабораторий в межлабораторных сравнительных испытаниях
3 этапа 2023 года

«ОК ФЦ 2023»

Образец для проверки квалификации

ОК 9В04/23

шифр ОК

Сведения об образце для проверки квалификации ОК 9В04/23: образец представляет собой пищевой продукт (пшено шлифованное), предназначенный для определения белка

шифр образца	объект исследования	определяемый показатель	характеристика образца
ОК 9В04/23	пшено шлифованное	белок	диапазон измеряемых концентраций 1,0 - 50,0 г на 100 г продукта (%)

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 белка с применением коэффициента пересчёта содержания азота на белок 5,83, 5,68 и 5,7:** 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 – результаты лаборатории;

x_{rt} – приписанное значение ОК;

σ_{rt} – стандартное отклонение для оценки квалификации;

S^* – робастное стандартное отклонение

- **определение белка с применением коэффициента пересчёта содержания азота на белок 6,0, 6,25 и 6,38:** 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:

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

где: X_1 – 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 предупредительных действий;

** - требует выполнения корректирующих действий.

Сводная информация о результатах участия ИЛ в раунде:

информация о полученных результатах испытаний	Содержание белка		
	коэффициент пересчета 5,83, 5,68 и 5,7	коэффициент пересчета 6,0	коэффициент пересчета 6,25 и 6,38
Результат, %	Удовлетворительно	82,0	100
	Сомнительно	10,3	0
	Неудовлетворительно	7,7	0
Число результатов испытаний, полученных от ИЛ – участников МСИ	Всего	78	7
	Удовлетворительных	64	7
	Сомнительных	8	0
	Неудовлетворительных	6	0
			1

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

**Сводная таблица
оценки качества результатов испытаний образца для проверки квалификации ОК 9В04/23
по определению белка в пищевом продукте**

№ п/п	Кодовый номер ИЛ	Результат испытаний, г на 100 г продукта (%)	Белок (коэффициент пересчёта 5,83, 5,68 и 5,7) приписанное значение ОК, C = 11,43 г на 100 г продукта (%)				заключение
			обозначение НД на метод испытаний, методика испытаний	допускаемая погрешность ¹	значение z-индекса		
1	1015	10,86	ГОСТ 10846-91	0,53	-3,2	Неудовлетворительно	
2	1077	11,51	ГОСТ 10846-91	1,71	0,4	Удовлетворительно	
3	1761	11,9	ГОСТ 10846-91	1,8	2,6	Сомнительно	
4	1800	11,7	ГОСТ 10846-91	1,8	1,5	Удовлетворительно	
5	1840	11,42	ГОСТ 10846-91	0,32	-0,1	Удовлетворительно	
6	1867	10,97	ГОСТ 10846-91	0,63	-2,6	Сомнительно	
7	2020	11,23	ГОСТ 10846-91	0,3	-1,11	Удовлетворительно	
8	2040	11,5	ГОСТ 10846-91	0,6	0,39	Удовлетворительно	
9	2095	11,6	ГОСТ 10846-91	0,6	0,94	Удовлетворительно	
10	2196	11,6	ГОСТ 10846-91	0,1	0,94	Удовлетворительно	
11	2226	11,33	Руководство по методам анализа качества и безопасности пищевых продуктов под ред. И.М. Скурихина, В.А. Тутельяна	0,8	-0,56	Удовлетворительно	
12	2294	11,2	МУ 1-40/3805	0,8	-1,28	Удовлетворительно	
13	2313-1	11,53	ГОСТ 10846-91	0,3	0,56	Удовлетворительно	
14	2313-2	11,43	ГОСТ 10846-91	0,3	0	Удовлетворительно	
15	2342	11,24	ГОСТ 10846-91	0,29	-1,06	Удовлетворительно	
16	2438	11,5	ГОСТ 10846-91	-	0,39	Удовлетворительно	
17	2462	11,4	ГОСТ 10846-91	0,3	-0,17	Удовлетворительно	
18	2641	11,4	ГОСТ 10846-91	1,8	-0,17	Удовлетворительно	
19	2733	11,55	ГОСТ 10846-91	0,3	0,67	Удовлетворительно	
20	2940	11,43	МУ № 4237-86	0,32	0	Удовлетворительно	

21	3024	11,21	ГОСТ 10846-91	0,29	-1,22	Удовлетворительно
22	3143	10,72	ГОСТ 10846-91	1,39	-3,94	Неудовлетворительно
23	3214	11,51	ГОСТ 10846-91	0,3	0,44	Удовлетворительно
24	3396	11,46	ГОСТ 10846-91	0,53	0,17	Удовлетворительно
25	3712	11,21	ГОСТ 10846-91	0,32	-1,22	Удовлетворительно
26	3769	11,48	ГОСТ 10846-91	0,3	0,28	Удовлетворительно
27	3796	11,41	ГОСТ 10846-91	0,64	-0,11	Удовлетворительно
28	3893	11,67	ГОСТ 10846-91	0,31	1,33	Удовлетворительно
29	3995	11,46	ГОСТ 10846-91	0,64	0,17	Удовлетворительно
30	4253	11,9	ГОСТ 10846-91	0,6	2,61	Сомнительно
31	4646	11,33	ГОСТ 10846-91	0,64	-0,56	Удовлетворительно
32	4686	11,35	ГОСТ 10846-91	0,32	-0,44	Удовлетворительно
33	4728	11,51	ГОСТ 10846-91	0,63	0,44	Удовлетворительно
34	4994	11,33	ГОСТ 10846-91	0,29	-0,56	Удовлетворительно
35	5052	11,4	ГОСТ 10846-91	0,6	-0,17	Удовлетворительно
36	5067	11,64	ГОСТ 10846-91	0,21	1,17	Удовлетворительно
37	5142	10,93	ГОСТ 10846-91	-	-2,78	Сомнительно
38	5237	11,38	ГОСТ 10846-91	0,3	-0,28	Удовлетворительно
39	5288	11,05	ГОСТ 10846-91	-	-2,11	Сомнительно
40	5510	11,3	ГОСТ 54607.7-2016	1,1	-0,72	Удовлетворительно
41	5518	10,69	ГОСТ 10846-91	0,2	-4,11	Неудовлетворительно
42	5562	11,4	ГОСТ 10846-91	-	-0,17	Удовлетворительно
43	5579	11,6	ГОСТ 10846-91	0,32	0,94	Удовлетворительно
44	5653	11,5	ГОСТ 10846-91	0,7	0,39	Удовлетворительно
45	6054	11,75	ГОСТ 10846-91	0,1	1,78	Удовлетворительно
46	6299	11,5	ГОСТ 10846-91	0,3	0,39	Удовлетворительно
47	6535	11,5	ГОСТ 10846-91	0,64	0,39	Удовлетворительно
48	6539	11,41	ГОСТ 10846-91	0,32	-0,11	Удовлетворительно
49	7015	11,5	ГОСТ 10846-91	0,3	0,39	Удовлетворительно
50	7065	11,54	ГОСТ 10846-91	0,33	0,61	Удовлетворительно
51	7106	11,0	МУ 1-40/3805-91	0,6	-2,39	Сомнительно
52	7386	11,43	ГОСТ 10846-91	0,34	0	Удовлетворительно
53	7390	11,56	ГОСТ 10846-91	0,16	0,72	Удовлетворительно
54	7493	11,19	ГОСТ 10846-91	0,29	-1,33	Удовлетворительно

55	7804	11,20	ГОСТ 10846-91	0,29	-1,28	Удовлетворительно
56	7818-1	11,28	ГОСТ 10846-91	0,29	-0,83	Удовлетворительно
57	7818-2	11,51	ГОСТ 10846-91	0,30	0,44	Удовлетворительно
58	8176	11,34	ГОСТ 10846-91	0,79	-0,5	Удовлетворительно
59	8211	11,40	ГОСТ 10846-91	0,63	-0,17	Удовлетворительно
60	8443	11,43	ГОСТ 10846-91	1,71	0	Удовлетворительно
61	8577	11,58	ГОСТ 10846-91	0,30	0,83	Удовлетворительно
62	8724	11,43	Руководство по методам анализа качества и безопасности пищевых продуктов под ред. И.М. Скурихина, В.А. Тутельяна	0,34	0	Удовлетворительно
63	8942	11,3	ГОСТ 54607.7-2016	0,2	-0,72	Удовлетворительно
64	9034	11,42	ГОСТ 10846-91	0,28	-0,06	Удовлетворительно
65	9066	10,4	ГОСТ 26889-86	1,7	-5,72	Неудовлетворительно
66	9084	11,6	ГОСТ 26889-86	0,14	0,94	Удовлетворительно
67	9200	11,63	ГОСТ 10846-91	0,62	1,11	Удовлетворительно
68	9286	11,25	ГОСТ 10846	0,30	-1	Удовлетворительно
69	9414	11,4	ГОСТ 10846-91	0,7	-0,17	Удовлетворительно
70	9547	11,54	ГОСТ 10846-91	0,3	0,61	Удовлетворительно
71	9703	11,61	ГОСТ 10846-91	0,33	1	Удовлетворительно
72	9803	11,86	ГОСТ 10846-91	1,27	2,39	Сомнительно
73	2871	11,4	ГОСТ 10846-91	0,3	-0,17	Удовлетворительно
74	1601	11,39	ГОСТ 10846-91	0,5	-0,22	Удовлетворительно**
75	5080-1	21,3	ГОСТ 10846-91	1,7	54,83	Неудовлетворительно**
76	5080-2	19,4	ГОСТ 10846-91	1,6	44,28	Неудовлетворительно**
77	6467	11,49	МУ № 122-5/72 (МУ 1-40/3805-91)	0,57	0,33	Удовлетворительно
78	9333	11,8	ГОСТ 10846-91	0,5	2,06	Сомнительно**
Белок (примененный коэффициент пересчёта 6,0) приписанное значение ОК С = 11,72 г на 100 г продукта (%)						
1	3427	11,84	МУ 1-40/3805-91	0,59	1,1	Удовлетворительно
2	3459	11,70	МУ 4237-86	0,58	-0,2	Удовлетворительно**
3	3704	11,65	ГОСТ 10846-91	0,3	-0,6	Удовлетворительно

4	4170-1	11,76	ГОСТ 10846-91	-	0,4	Удовлетворительно
5	4170-2	11,62	ГОСТ 10846-91	-	-0,9	Удовлетворительно
6	5111	11,62	МУ 4237-86	0,58	-0,9	Удовлетворительно**
7	5145	11,82	МУ № 122-5/72 МУ-1-40/3805-91	0,28	0,89	Удовлетворительно
Белок (примененный коэффициент пересчёта 6,25 и 6,38)						
приписанное значение ОК, С = 11,64 г на 100 г продукта (%)						
1	1262	11,88	ГОСТ 10846-91	-	0,7	Удовлетворительно
2	1883	11,46	ГОСТ 10846-91	0,3	-0,5	Удовлетворительно
3	1918	11,87	ГОСТ 10846-91	0,75	0,6	Удовлетворительно
4	2429	11,30	ГОСТ 10846-91	0,30	-0,9	Удовлетворительно
5	2449	11,50	ГОСТ 10846	0,57	-0,4	Удовлетворительно
6	4011	12,25	ГОСТ 10846-91	0,4	1,7	Удовлетворительно
7	4083	11,95	ГОСТ 10846-91	0,69	0,84	Удовлетворительно
8	4416	11,44	ГОСТ 10846-91	-	-0,54	Удовлетворительно
9	5933	11,91	Р 4.1.1672-03	1,46	0,73	Удовлетворительно
10	6458	11,41	ГОСТ 10846-91	0,21	-0,62	Удовлетворительно
11	6503	11,377	Анализатор Kjētec ASN3113	0,171	-0,71	Удовлетворительно
12	7218	10,38	ГОСТ 10846-91	-	-3,41	Неудовлетворительно
13	8064	11,94	ГОСТ 10846-91	0,4	0,81	Удовлетворительно
14	9384	11,69	ГОСТ 10846-91	0,11	0,14	Удовлетворительно

¹ значение установленной для применяемой методики испытаний характеристики погрешности

** использованный коэффициент пересчёта содержания азота на белок в указанном НД не значится

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 и Э 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 122 шт. Стабильность и однородность образцов гарантирована производителем на протяжении всего срока годности (подтверждены свидетельством о государственной регистрации, технологией приготовления, единой матрицей, единой партией). В начале рунда осуществлен выборочный отбор образцов контроля и передача их в аккредитованный ИЛЦ для исследования на определение массовой доли белка (протоколы лабораторных исследований № 2591-2600 от 09.06.2023).

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 (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:

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

где: x_i – результат лабораторий;

x_{prt} – приписанное значение ОК;

σ_{prt} – стандартное отклонение для оценки квалификации;

S^* – робастное стандартное отклонение

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.

1. Графическое представление результатов участников раунда

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

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

Определение белка с применением коэффициента пересчёта содержания азота на белок 5,83, 5,68 и 5,7

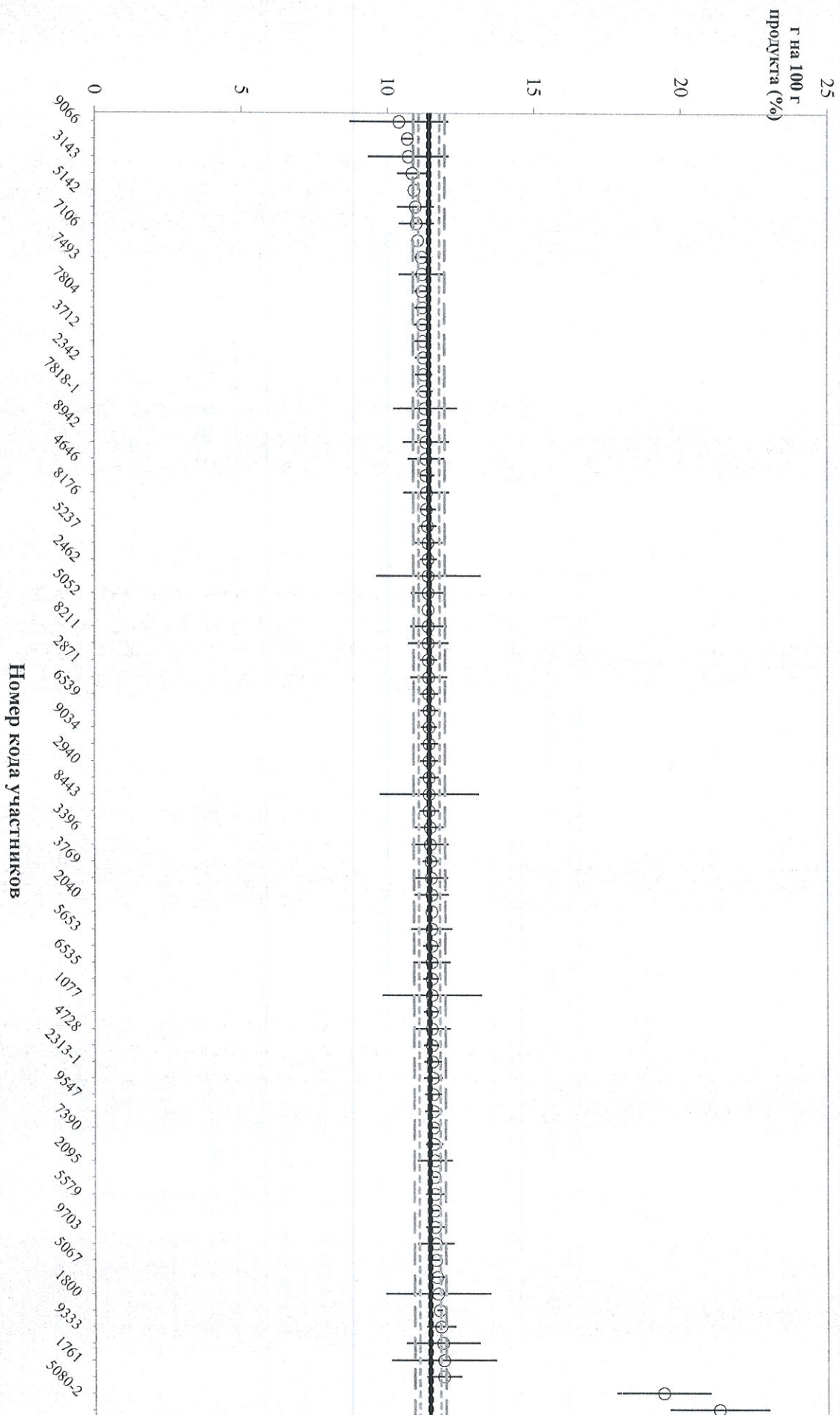


Рис.1

определение белка с применением коэффициента пересчёта содержания азота на белок 6,0

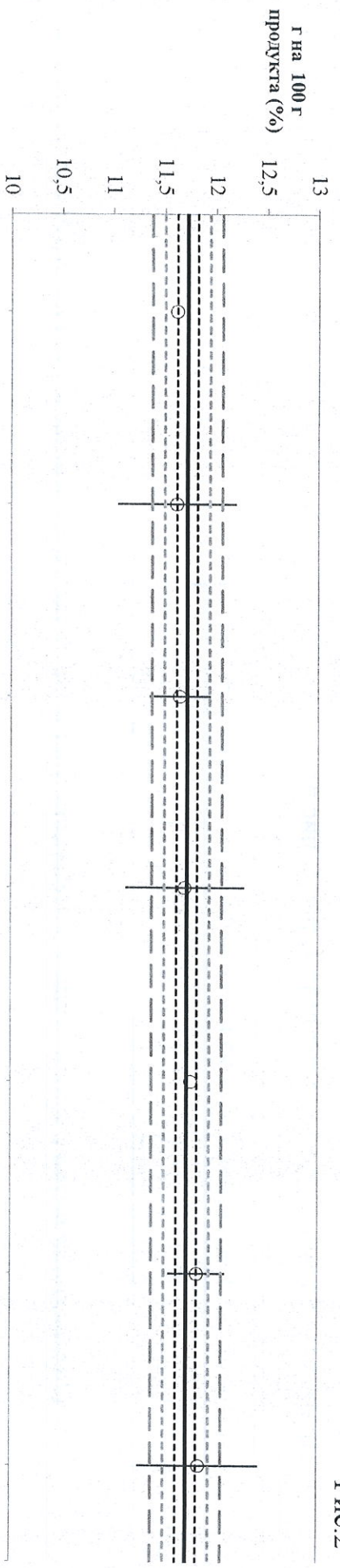


Рис.2

определение белка с применением коэффициента пересчёта содержания азота на белок 6,25 и 6,38

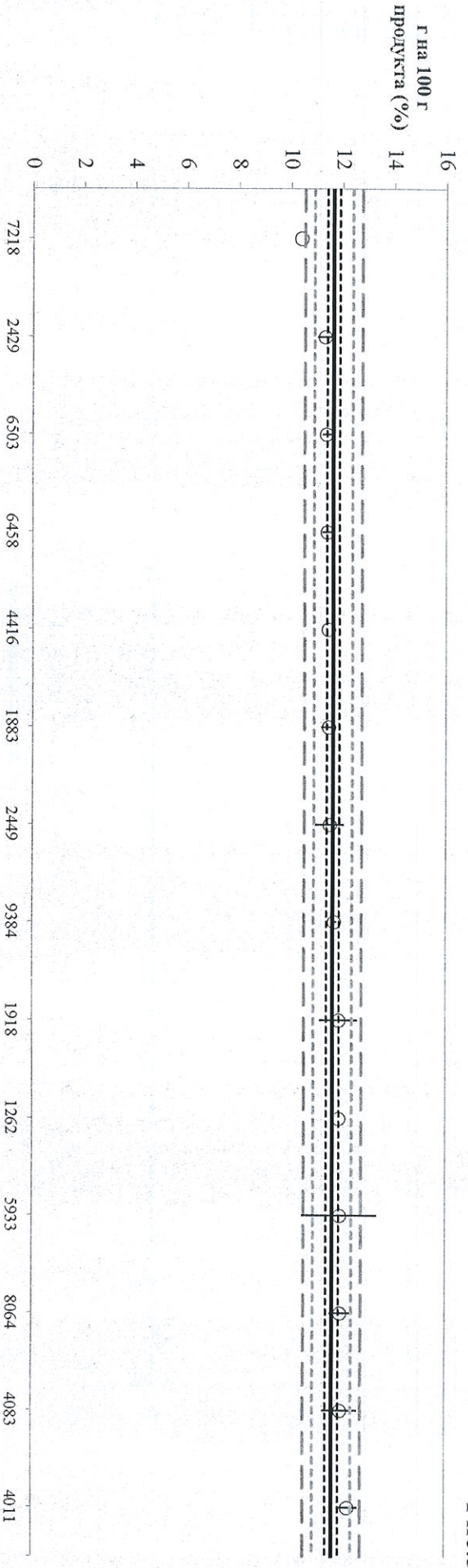


Рис.3

Номер кода участника

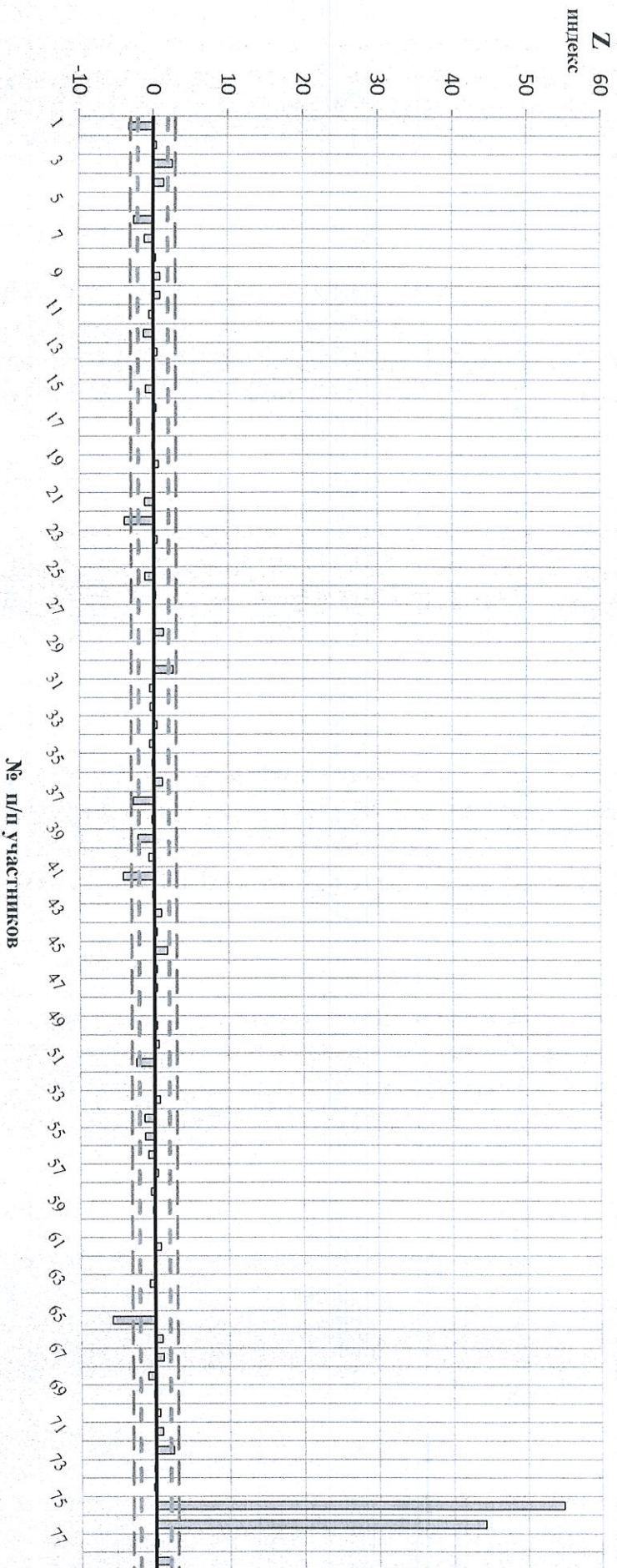
2. Графическое представление результатов расчета Z индекса

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

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

Определение белка с применением коэффициента пересчета содержания азота на белок 5,83, 5,68 и 5,7

Рис. 4



Определение белка с применением коэффициента пересчёта содержания азота на белок 6,0

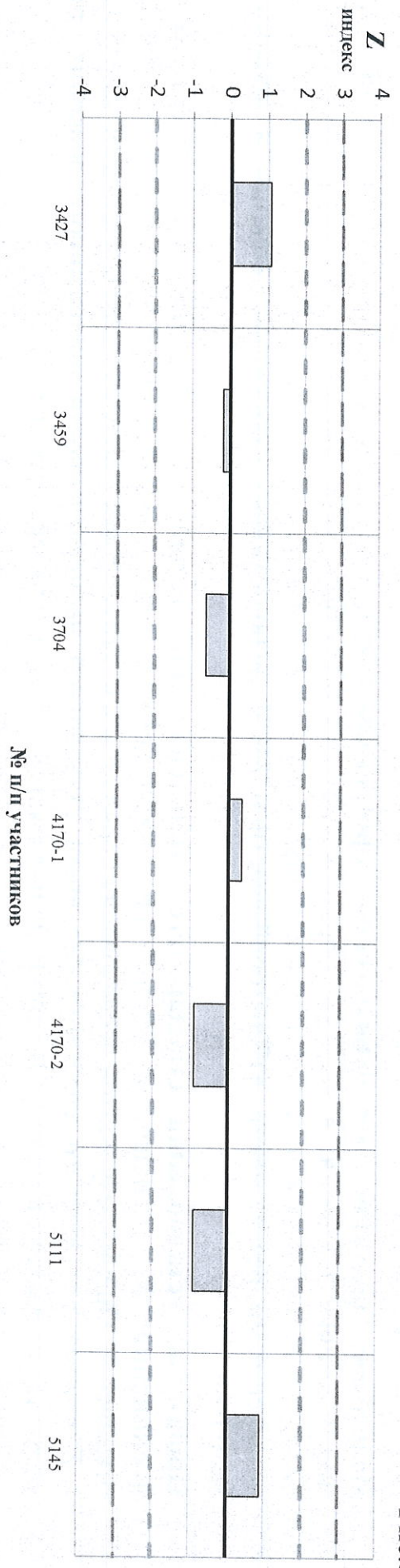


Рис.5

Определение белка с применением коэффициента пересчёта содержания азота на белок 6,25 и 6,38

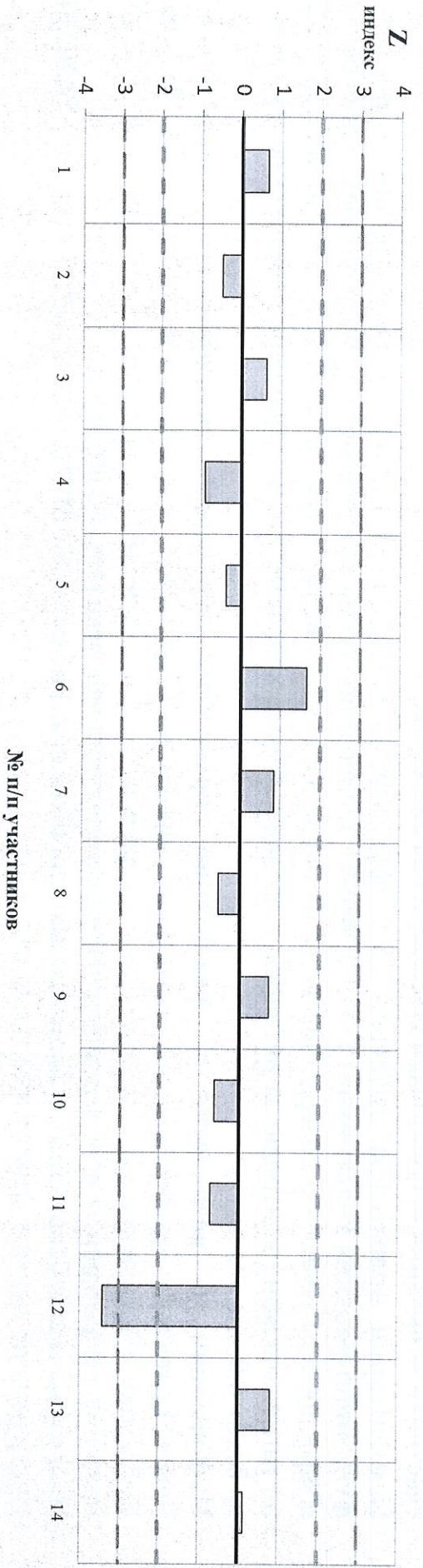


Рис.6

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: В качестве образцов контроля (ОК) были использованы матричные образцы (пищевых продуктов) их метрологическая прослеживаемость аттестованных значений обеспечена согласованными независимыми результатами лабораторий-участниц МСИ, использующих стандартные образцы и аттестованные методики.

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 -индекс для каждого участника без учета стандартной неопределенности приписанного значения, т.к. она считается не значимой ($u(x_{prt}) < 0.3\sigma_{prt}$) 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): Все участники испытаний использовали титриметрический метод.

Комментарии провайдера проверки квалификации и технических экспертов относительно характеристик функционирования участников: ГОСТ 10846-91 «Зерно и продукты его переработки. Метод определения белка» - коэффициенты пересчёта содержания азота на белок 5,83, 5,68 - не значатся; МУК 4237-86 «Методические указания по гигиеническому контролю за питанием в организованных коллективах» коэффициент пересчёта содержания азота на белок 6,0 - не значится.

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):

Проверил:

Статус отчета:

подпись

подпись

Окончательный

Е.С. Шальнова
инициалы, фамилия

С.И. Кувшинников
инициалы, фамилия

«28» августа 2023 г.
дата подготовки

Конец отчета

