

Свидетельство о признании компетентности координатора межлабораторных сличений
№ KG417/КЦА.КМСИ.П.0004, действительно до 06.09.2016 г.

УТВЕРЖДАЮ:
Директор ОсОО НПО «Илим»


Прохоренко В.А.
" 20 " 05 2016 г.

ОТЧЕТ

**по проверке квалификации лабораторий Кыргызской Республики,
по определению содержания токсичных элементов
в водных растворах**

МЛСИ- 02-В-2015

(окончательный)

Координатор МЛСИ-02-В-2015
Кубрак Е.М.
г. Бишкек, проспект Чуй, 267
тел. 39-19-76

2015

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

ВВЕДЕНИЕ	3
ПРОВЕДЕНИЕ ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ТЕСТИРОВАНИЯ	4
ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ	6
1. Критерии оценки качества измерений	6
2. Графическое представление результатов испытаний	7
ВЫВОДЫ И РЕКОМЕНДАЦИИ	8
ИСПОЛЬЗУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА	9
ПРИЛОЖЕНИЯ	10
Приложение 1 РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ (Табл.1).....	11
Приложение 2 ОБЩАЯ ТАБЛИЦА ОЦЕНКИ РЕЗУЛЬТАТОВ И НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ (Табл.2).....	12
Приложение 3 ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ ПО ДОПУСТИМЫМ ПОГРЕШНОСТЯМ (Табл.3,4,5,6).....	13-14
Приложение 4 ДИАГРАММА ОЦЕНКИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ ПО ДОПУСТИМЫМ ПОГРЕШНОСТЯМ (Рис.1,2,3,4).....	15-19
Приложение 5 ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ ПО Z-ИНДЕКСАМ (Табл.7,8,9,10).....	20
Приложение 6 ДИАГРАММА ПО Z-ИНДЕКСАМ (Рис. 5,6,7,8).....	21-25

ВВЕДЕНИЕ

Настоящая проверка квалификации лабораторий, выполняющих испытания по определению содержания токсичных элементов (кадмия, свинца, цинка, меди) в водных растворах, проведена посредством МЛСИ с целью оценки достоверности и правильности результатов испытаний, т.е. оценки способности ИЛ выполнять испытания с точностью, соответствующей установленной в методиках анализа.

Данная программа проверки квалификации лабораторий (далее - МЛСИ) выполнена согласно требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17043-2013, ISO 13528:2005, ГОСТ 31866-2012, ГОСТ 27384-2002

Настоящий документ содержит общие сведения о программе проведения межлабораторных сравнительных испытаний, информацию о методах оценки, использованных при обработке полученных результатов. В отчете приведена графическая обработка данных.

Оценка компетентности лабораторий, принявших участие в данном туре, произведена путем проверки результатов испытаний с помощью применения к ним нескольких критериев, определяющих качество результатов.

В этих МЛСИ принимали участие лаборатории Кыргызской Республики: **6 лабораторий** по определению **кадмия и свинца**; **5 лабораторий** по определению **цинка и меди**.

Участие испытательных лабораторий в МЛСИ по определению содержания токсичных элементов в водных растворах было добровольным с учетом своих возможностей.

Каждой лаборатории-участнице МЛСИ был присвоен индивидуальный идентификационный номер (код лаборатории).

Все сведения, предоставленные лабораториями в рамках данной программы межлабораторных сравнительных испытаний, считаются конфиденциальными. Эта информация, однако, может быть предоставлена органам по оценке лабораторий.

ПРОВЕДЕНИЕ ПРОФТЕСТИРОВАНИЯ

1. Цель

Проверить квалификации лабораторий, выполняющих испытания водных растворов, посредством МЛСИ и оценить достоверность и правильность результатов испытаний, т.е. оценить способность ИЛ выполнять испытания с точностью, соответствующей установленным методикам.

2. Область проверки квалификации

Проверка квалификации в области анализа водного раствора.

3. Контролируемый объект

Образцы для контроля – водный раствор с внесенной смесью аттестованных растворов (ГСО кадмия, ГСО свинца, ГСО цинка, ГСО меди).

4. Провайдер проверок квалификации МЛСИ

Программа проведения работ была разработана и реализована ОсОО НПО «Илим», имеющее признание в качестве координатора межлабораторных сличений (Свидетельство о признании компетентности координатора межлабораторных сличений Кыргызского центра аккредитации (№ KG417/КЦА.КМСИ.П.0004, действительно до 06.09.2016 г.).

5. Информация о разработке и реализации программы проверки квалификации.

В программе были установлены следующие требования к условиям проведения испытаний:

- сроки представления результатов испытаний в ОсОО НПО «Илим» до 21.12.2015
- испытания должны проводиться в соответствии с НД, используемыми в лаборатории.

Все работы, выполненные провайдером, по разработке программы, ее реализации, подготовке и рассылке образцов в лаборатории были выполнены в намеченные сроки.

Со стороны некоторых участников МЛСИ были нарушены сроки предоставления результатов испытаний провайдеру.

6. Образцы для контроля (КО)

При проведении проверки квалификации по данной программе в качестве контрольного образца (КО) использован водный раствор.

ОТЧЕТ МЛСИ-02-В-2015

Оценка однородности образцов контроля не проводилась, в связи с тем, что водные растворы являются гомогенными. Стабильность образцов контроля оценивалась в течение периода проведения МЛСИ. Проверка стабильности образцов контроля проведена в соответствии с ISO 13528:2005.

Контрольный образец КО расфасован в пластмассовые бутылки по 0,5 л. Для проведения испытаний каждый участник получил по одному экземпляру контрольного образца (0,5 л).

Вместе с пробами лабораториям направлены сопроводительные письма по проведению испытаний и форма Протокола представления результатов.

7. Лаборатории, принявшие участие в Программе проверки квалификации

№ п/п	Название лаборатории
1.	Карасуйский РЦПЗ и ГСЭН с ФКДС по Ошской области
2.	Департамент профилактики заболеваний и госсанэпиднадзора (ОХАИ)
3.	ОсОО «Сертификат Плюс» (ИЛ)
4.	Таласский РЦПЗ и ГСЭН (Санитарно-гигиеническая лаборатория)
5.	Центр государственного санитарно-эпидемиологического надзора г.Бишкек (Санитарно-гигиеническая лаборатория)
6.	Центр государственного санитарно-эпидемиологического надзора г.Ош (Отдел санитарно-гигиенических испытаний)

ВНИМАНИЕ: Порядковые номера, указанные в таблице, не соответствуют кодам лабораторий. Поэтому участники МЛСИ не должны ориентироваться на порядковые номера при рассмотрении данного отчета.

Методики запланированного определения содержания токсичных элементов в водных растворах выбирали сами лаборатории-участницы из тех методик, которые постоянно используются в этих лабораториях.

Закодированные результаты лабораторий представлены в Приложении 1 в таблице «Результаты испытаний».

По окончании выполненных аналитических работ, полученные результаты были проанализированы и обработаны в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 17043-2013, ISO 13528:2005, ГОСТ 27384, ГОСТ 31866-2012.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

1. Критерии оценки качества результатов измерений

При статистической обработке результатов использовались следующие характеристики качества результатов испытаний: аттестованное содержание, абсолютная погрешность («разница» – D-индекс [1]), относительная погрешность («процентная разница» – D%-индекс [1]), стандартное отклонение, Z-индекс.

Влияние выбросов на итоговые статистики минимизировано посредством использования допускаемых погрешностей, указанных в ГОСТ 27384-2002 «Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств», ГОСТ 31866-2012 «Вода питьевая. Определение содержания элементов методом инверсионной вольтамперометрии».

В Приложении 1 приведены «Результаты испытаний, поступивших от лабораторий» (Таблица 1).

Общие результаты по оценке качества работы лабораторий представлены в Приложении 2 «Общая таблица оценки результатов МЛСИ» и «Нормы погрешности результатов испытаний» (Таблица 2).

Заключение о качестве результатов измерений лаборатории было сделано с учетом перечисленных ниже критериев.

1.1 Критерий соответствия допускаемым нормативам.

Диапазон приемлемых результатов испытаний определяется для процентной разности в соответствии с ГОСТ 27384-2002.

Процентная разность, $D\%$ (относительная погрешность, δ), вычисляется по формуле:

$$D\% = |x - X_o| * 100/x_o \quad (1)$$

где x – результат участника,

X_o – приписанное значение содержания ингредиента в образце.

При $D\% > \delta_n$ – результат лаборатории является **неудовлетворительным**, т.е. он считается «ВЫБРОСОМ». Поэтому такой результат **не использовался** для метрологической статистической оценки, т.к. мог оказать большое отрицательное воздействие на реальную оценку результата МЛСИ.

В Приложении 3 (Таблицы 3,4,5,6) даны сведения по оценке качества результатов испытаний по допустимым погрешностям.

При определении по критерию «Оценка качества результатов испытаний по допустимым погрешностям» **выбросов не выявлено.**

1.2 Z-индекс

В целях проведения статистической оценки результатов испытаний были использованы Z – индексы.

Z-индекс точки указывает, как далеко и в каком направлении эта точка отклоняется от его среднего распределения.

Z-индексы были рассчитаны для аттестованных значений содержания ингредиентов.

Расчеты Z-индексов проведены в соответствии с рекомендациями ГОСТ ИСО/МЭК 17043.

$$Z = (x - X) / S,$$

где x – результат лаборатории,
 X – является для Z-реф аттестованным значением,
 S – показатель изменчивости, равный стандартному отклонению.

За показатель изменчивости в этом случае принято стандартное отклонение результатов анализов, полученных лабораториями-участниками МЛСИ, за исключением отбракованных результатов.

- При $|Z| \leq 2$ результаты признаются удовлетворительными
- При $2 < |Z| < 3$ результаты считаются сомнительными
- При $|Z| \geq 3$ результаты аномальные, т.е. они являются неудовлетворительными.

Численные значения Z-индексов, полученных в результате статистической обработки данных, указаны в Приложении 5 (Таблицы 7,8,9,10). Из таблиц видно, что Z-индексы результатов по цинку у 2-х лабораторий (№ 14 и № 17) являются **сомнительными** ($2 < |Z| < 3$) со значениями **2,12** и **2,17** соответственно.

2. Графическое представление результатов испытаний

1) В Приложении 3 имеется Таблица результатов испытаний, а в Приложении 4 (Рис.1,2,3,4) - точечная диаграмма результатов испытаний по оценке качества по допустимым погрешностям.

Диаграмма служит иллюстрацией, позволяющей наглядно сравнить результаты всех участников и выявить лаборатории, погрешность определения которых выше или ниже допустимого.

На диаграмме точками указаны полученные от лабораторий результаты испытаний и интервалы, в которых полученные результаты считаются приемлемыми. На этой диаграмме также отмечена линия аттестованного значения параметра в контрольном образце.

На диаграммах видно, что **результаты всех лабораторий** по определению кадмия, свинца, цинка, меди **укладываются в диапазон приемлемых показателей.**

2) Графически Z – индексы указаны в Приложении 6 (Рис. 5,6,7,8).

Графически Z – индексы представлены в виде столбцевых гистограмм с учетом знака погрешности результатов испытаний.

На гистограммах по определению кадмия, свинца и меди наглядно видно, что результаты всех лабораторий укладываются в **приемлемые интервалы**, а при определении меди **Z -индексы** двух лабораторий выходят за пределы $2 < |Z| < 3$ (2,12 и 2,17) и являются **сомнительными**.

ВЫВОДЫ И РЕКОМЕНДАЦИИ.

1 Выводы

1. Результаты межлабораторных сравнительных испытаний по лабораториям, проводящим исследование водного раствора по определению содержания токсичных элементов, в целом можно **признать удовлетворительными**.
2. При оценке выявлено, что результаты испытаний укладываются в интервал нормированных допустимых погрешностей, но имеются сомнительные результаты, оцененные по Z -индексу.

Со стороны некоторых участников были допущены нарушения в выполнении требований, указанных в программе:

- нарушены сроки представления результатов испытаний провайдеру;

Рекомендации:

При участии в профтестировании необходимо:

- Соблюдать сроки выполнения испытаний.
- Соблюдать сроки представления результатов испытаний провайдеру.
- Указывать всю информацию, запрашиваемую координатором.
- Проверять присылаемые данные.
- Важно, чтобы все аспекты деятельности лаборатории оценивались регулярно.

В случае принятия участия в последующих раундах МЛСИ просим участников строго соблюдать условия, оговоренные в уведомлении, иначе результаты испытаний, полученные провайдером, будут проигнорированы.

Конец отчета

ИСПОЛЬЗУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ ИСО/МЭК 17043-2013 Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации.
2. ISO 13528:2005 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons (Статистические методы, применяемые при проверке технической компетентности лабораторий посредством межлабораторных сличений).
3. ISO 5725:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 1: General principles and definitions (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Части 1-6).
4. ГОСТ 27384-2002 Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств
5. ГОСТ 31866-2012 Вода питьевая. Определение содержания элементов методом инверсионной вольтамперометрии.
6. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.

ПРИЛОЖЕНИЯ

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ, ПОСТУПИВШИХ ОТ УЧАСТНИКОВ

Таблица 1

Код лаборатории	Кадмий	Свинец	Цинк	Медь
1	0,140	0,140	0,140	0,140
7	0,150	0,140	-	-
12	0,160	0,150	0,130	0,130
14	0,1353	0,1342	0,1206	0,1359
17	0,160	0,170	0,120	0,140
23	0,131	0,130	0,127	0,130

Показатель	ед изм	Аттестованное значение
Кадмий	мг/дм³	0,150
Свинец	мг/дм³	0,150
Цинк	мг/дм³	0,150
Медь	мг/дм³	0,150

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

**ОБЩАЯ ТАБЛИЦА ОЦЕНКИ РЕЗУЛЬТАТОВ МЛСИ
И
НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ**

Таблица 2

Показатель	Кол-во участников	Кол-во выбросов	Код лаб-рии	Кол-во неудов результатов, $Z \geq 3$	Код лаб-рии	Кол-во сомнит результатов, $2 < Z < 3$	Код лаб-рии
Кадмий	6	-	-	-	-	-	-
Свинец	6	-	-	-	-	-	-
Цинк	5	-	-	-	-	2	14,17
Медь	5	-	-	-	-	-	-

НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ

Показатель	Допустимая погрешность	
	% отн	Δ мг/л
Кадмий	40	0,033
Свинец	40	0,032
Цинк	40	0,039
Медь	25	0,36

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

**ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ
ПО ДОПУСТИМЫМ ПОГРЕШНОСТЯМ**

Кадмий

Таблица 3

Код лаборатории	Результат	Расхождение		Выбросы по аттест. знач.
		D	Do	
1	0,140	-0,010	0,033	-
7	0,150	0,00	0,033	-
12	0,160	0,010	0,033	-
14	0,1353	-0,015	0,033	-
17	0,160	0,010	0,033	-
23	0,131	-0,019	0,033	-

Свинец

Таблица 4

Код лаборатории	Результат	Расхождение		Выбросы по аттест. знач.
		D	Do	
1	0,140	-0,010	0,032	-
7	0,140	-0,010	0,032	-
12	0,150	0,00	0,032	-
14	0,1342	-0,016	0,032	-
17	0,170	-0,020	0,032	-
23	0,130	-0,017	0,032	-

Показатель	ед изм	Аттестованное значение
Кадмий	мг/дм ³	0,150
Свинец	мг/дм ³	0,150

Показатель	Допустимая погрешность	
	% отн	Δ мг/ дм ³
Кадмий	40	0,033
Свинец	40	0,032

Цинк

Таблица 5

Код лаборатории	Результат	Расхождение		Выбросы по аттест. знач.
		D	Do	
1	0,140	-0,010	0,039	-
12	0,130	-0,020	0,039	-
14	0,1206	-0,0294	0,039	-
17	0,120	-0,030	0,039	-
23	0,127	-0,023	0,039	-

Медь

Таблица 6

Код лаборатории	Результат	Расхождение		Выбросы по аттест. знач.
		D	Do	
1	0,140	-0,010	0,036	-
12	0,130	-0,020	0,036	-
14	0,1359	-0,0141	0,036	-
17	0,140	-0,010	0,036	-
23	0,130	-0,020	0,036	-

Показатель	ед изм	Аттестованное значение
Цинк	мг/дм ³	0,150
Медь	мг/дм ³	0,150

Показатель	Допустимая погрешность	
	% отн	Δ мг/ дм ³
Цинк	40	0,039
Медь	25	0,036

ПРИЛОЖЕНИЕ 4

**ДИАГРАММА
ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ
ПО ДОПУСТИМЫМ ПОГРЕШНОСТЯМ**

Рис. 1

мг/дм³

Кадмий

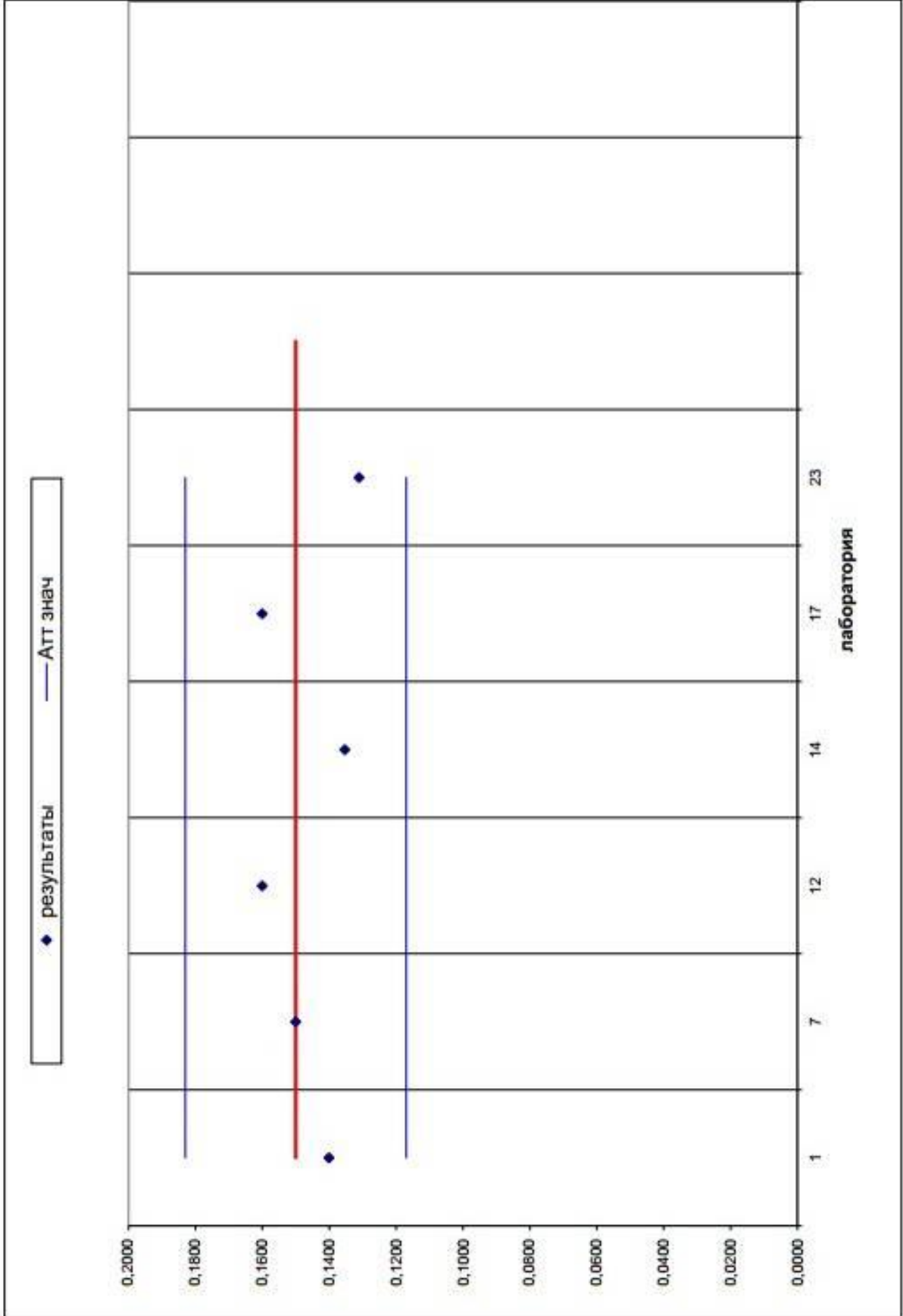


Рис. 2

мг/дм³

Свинец

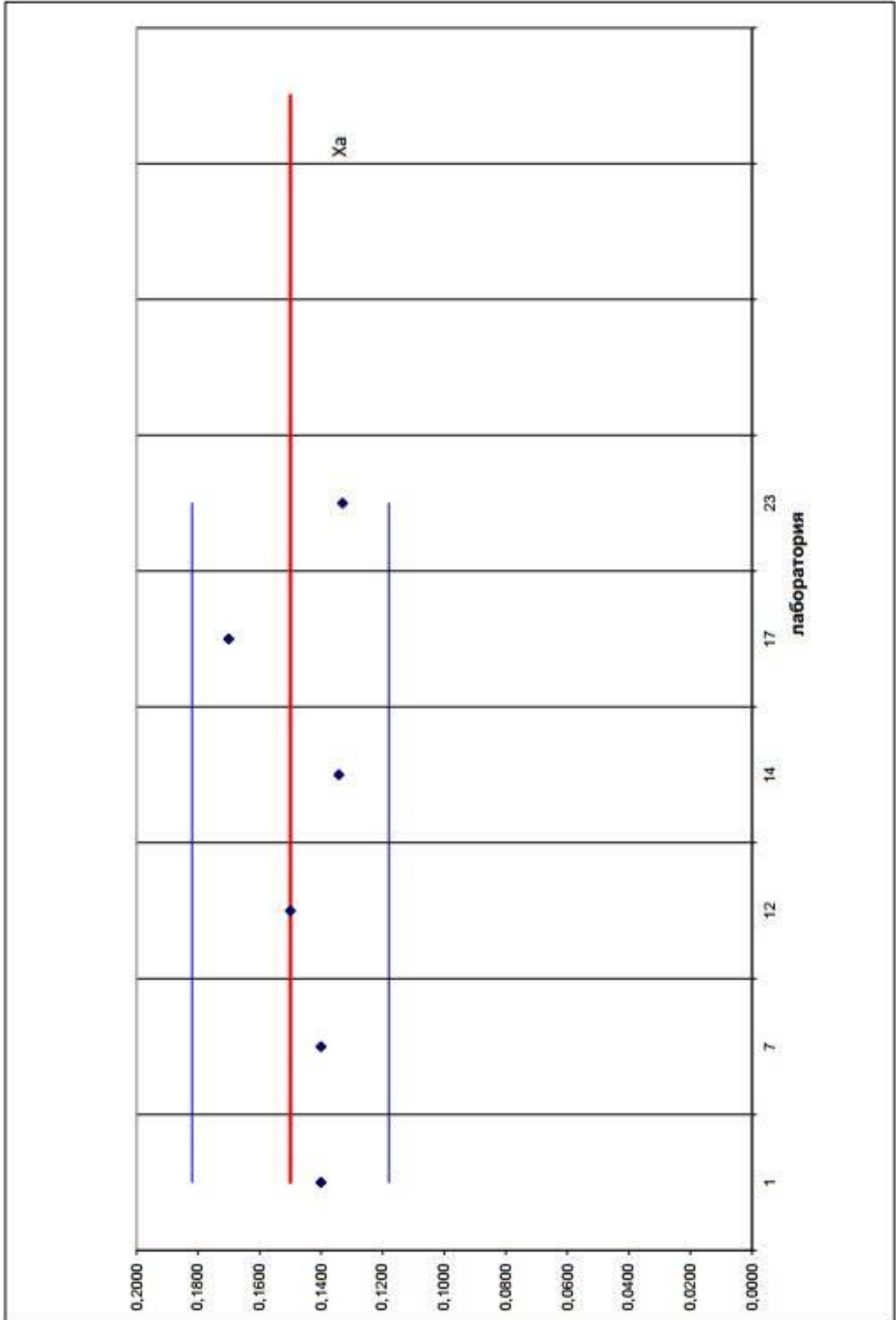


Рис. 3

МГ/ДМ³

Цинк

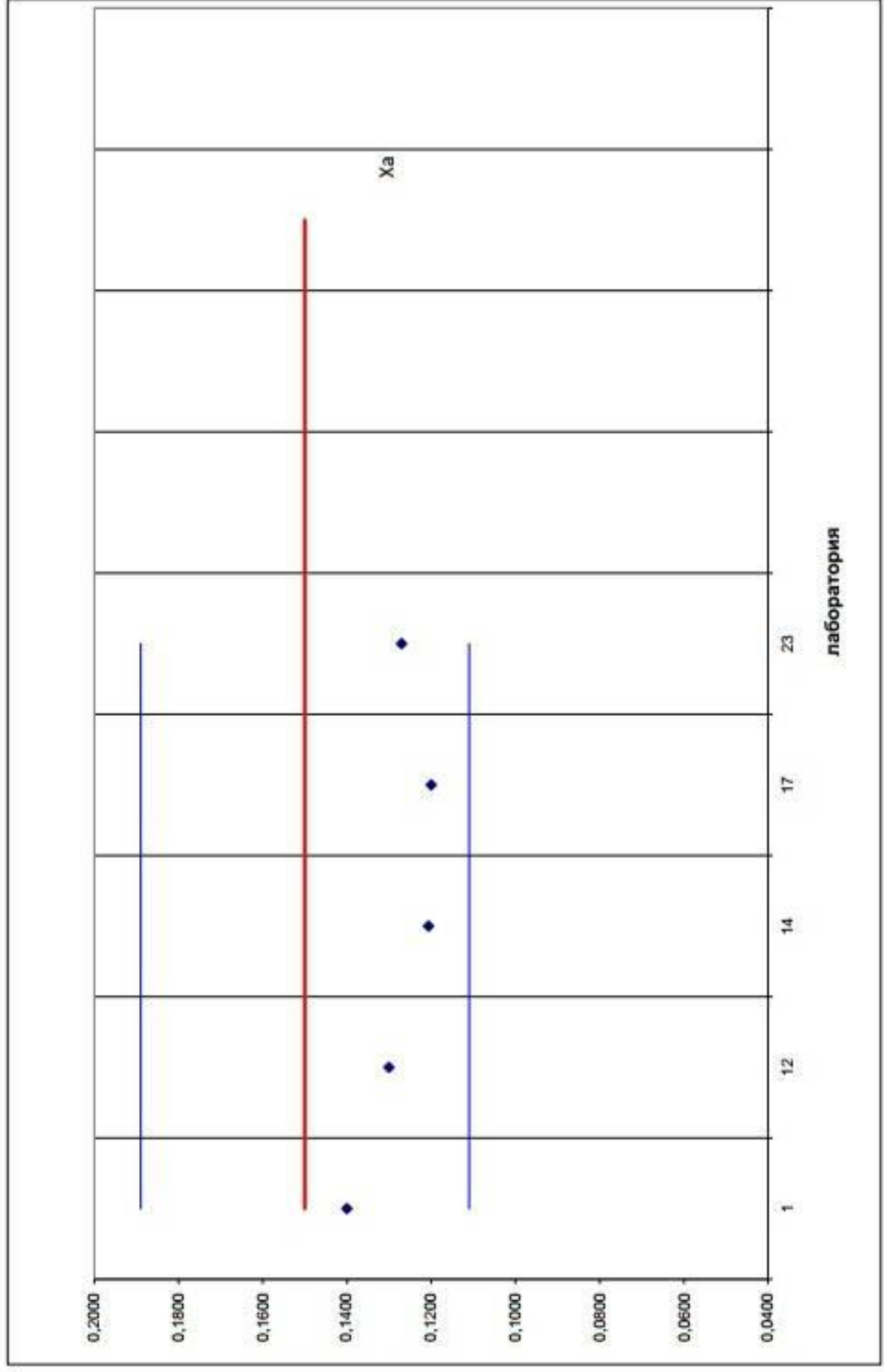
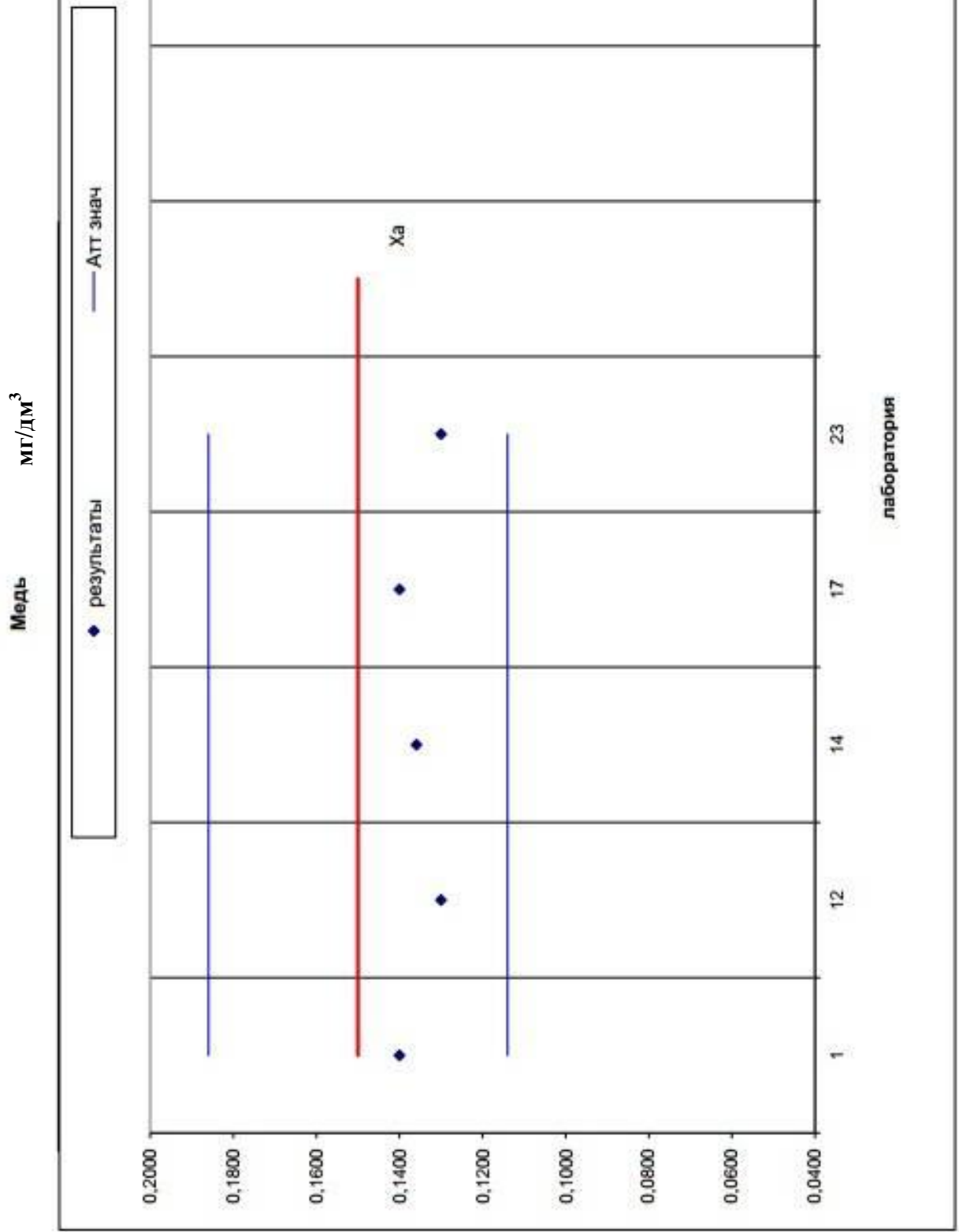


Рис. 4



ПРИЛОЖЕНИЕ 5

ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ
ПО Z-ИНДЕКСАМ

Кадмий

Таблица 7

Код лаборатории	Результат мг/дм ³	Расхождение по аттест. знач.	Z-индекс с учетом допуска
1	0,140	0,01	0,80
7	0,150	0,00	0,00
12	0,160	-0,01	-0,80
14	0,1353	0,01	1,17
17	0,160	-0,01	-0,80
23	0,131	0,02	1,52

Свинец

Таблица 8

Код лаборатории	Результат мг/дм ³	Расхождение по аттест. знач.	Z-индекс с учетом допуска
1	0,140	0,01	0,72
7	0,140	0,01	0,72
12	0,150	0,00	0,00
14	0,1342	0,02	1,14
17	0,170	-0,02	-1,14
23	0,130	0,02	1,23

Цинк

Таблица 9

Код лаборатории	Результат мг/дм ³	Расхождение по аттест. знач.	Z-индекс с учетом допуска
1	0,140	0,01	1,22
12	0,130	0,02	1,44
14	0,1206	0,0294	2,12
17	0,120	0,0300	2,17
23	0,127	0,0230	1,66

Медь

Таблица 10

Код лаборатории	Результат мг/дм ³	Расхождение по усред. знач.	Z-индекс с учетом допуска
1	0,140	-0,0041	-0,82
12	0,130	0,0059	1,18
14	0,1359	0,000	0,000
17	0,140	-0,0041	-0,82
23	0,130	0,0059	1,18

ПРИЛОЖЕНИЕ 6

ДИАГРАММА Z-ИНДЕКСОВ

Рис. 5

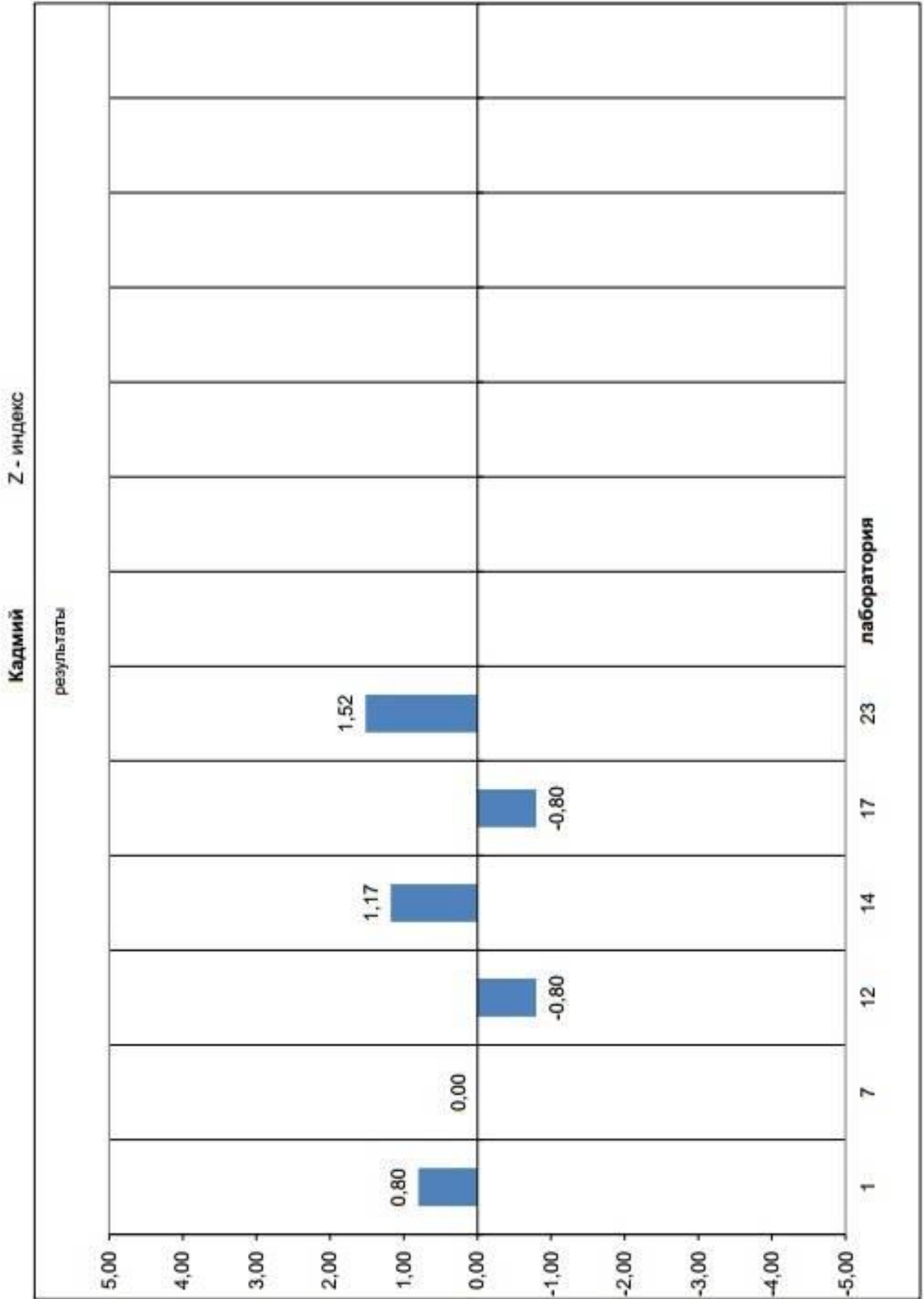


Рис. 6

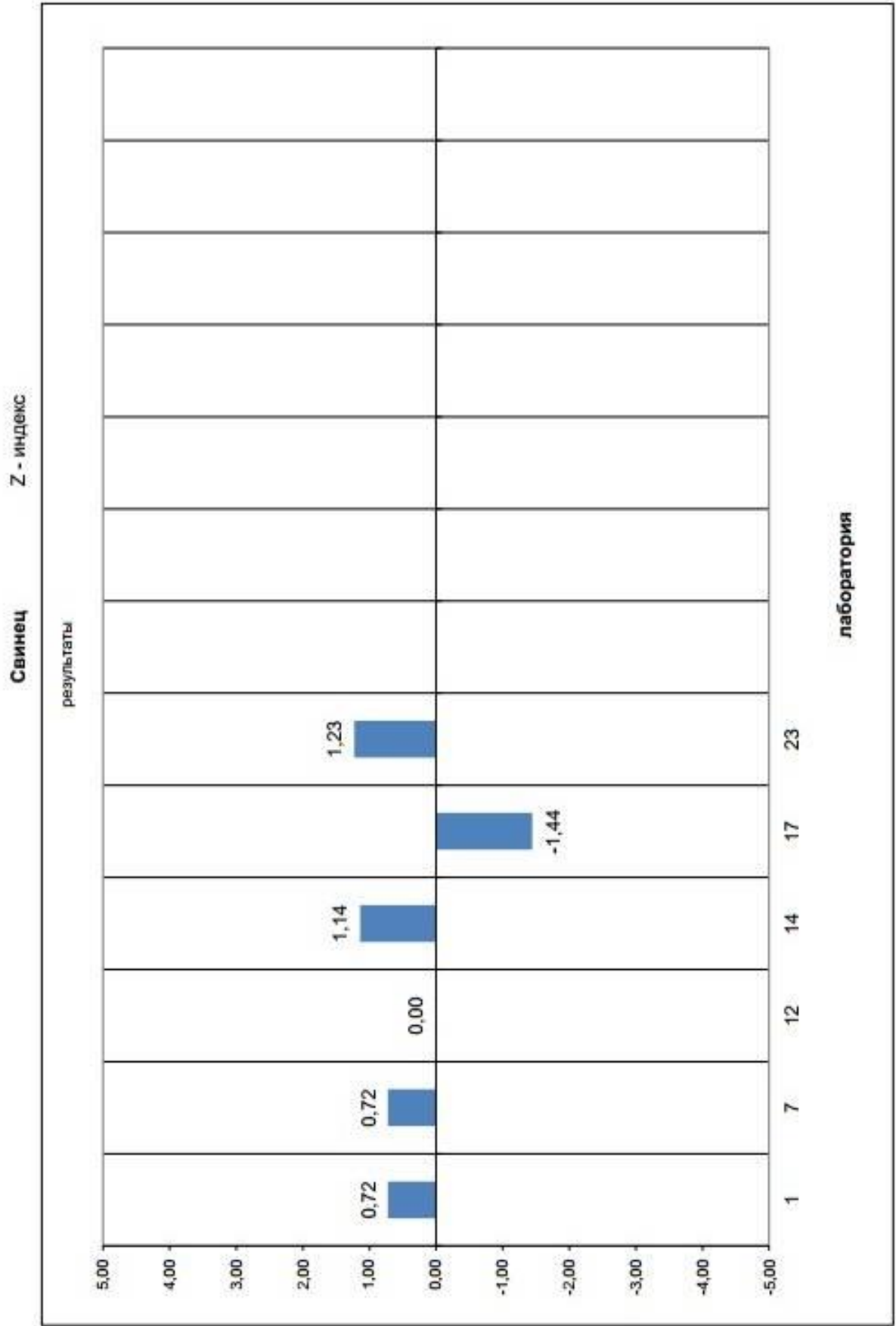


Рис. 7

Цинк Z - индекс

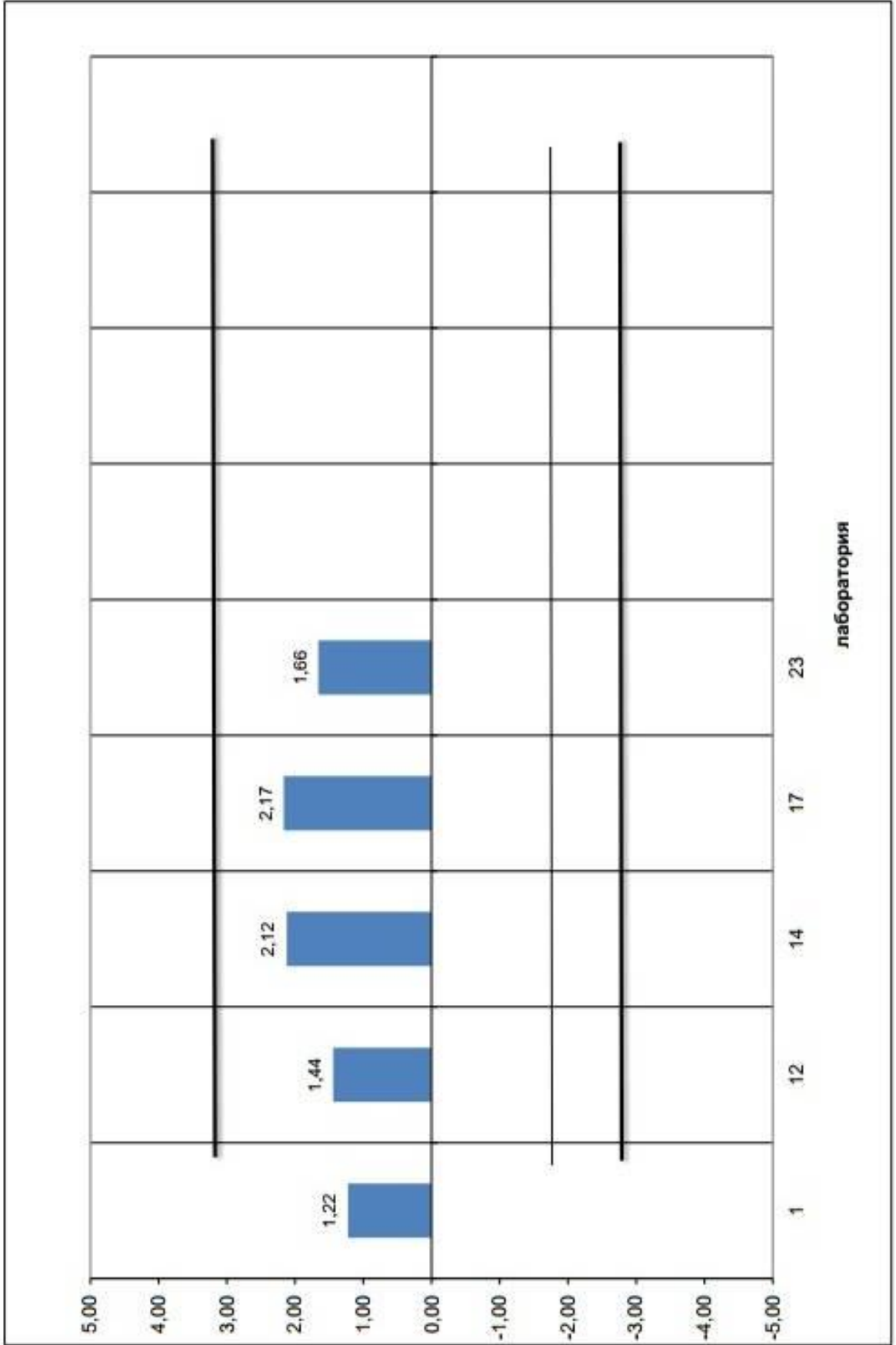


Рис. 8

Медь

Z - индекс

