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 нитратов в соках

МЛСИ- 04-С-15

(окончательный)

КоординаторМЛСИ-04-С-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)……..…….....11
Приложение 3 ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ ПО ДОПУСТИМЫМ ПОГРЕШНОСТЯМ (Табл.3) …..……..12
Приложение 4 ДИАГРАММА ОЦЕНКИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ ПО ДОПУСТИМЫМ ПОГРЕШНОСТЯМ (Рис.1) …….……13-14
Приложение 5 ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ ПО Z-ИНДЕКСАМ (Табл.4)…….……...….15
Приложение 6 ДИАГРАММА ПО Z-ИНДЕКСАМ (Рис.2) ……..……16-17

ВВЕДЕНИЕ

Настоящая проверка квалификации лабораторий, выполняющих испытания по определению нитратов в продукции переработки плодов и овощей, 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 17043-2013, ISO 13528:2005, ГОСТ 29270-95.

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 этом профтестировании принимали участие **7** лабораторий Кыргызской Республики

Участие испытательных лабораторий в МЛСИ по определению нитратов 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 квалификацию лабораторий, выполняющих испытания продукции переработки плодов и овощей, 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 продукции переработки плодов и овощей.

3. Контролируемый объект

Образец для контроля – сок яблочный с внесенным аттестованным раствором нитратов (ГСО нитрат-ион).

4. Провайдер проверок квалификации посредством 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 проводится в соответствии с используемыми в лаборатории НД.

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 сок яблочный с внесенным аттестованным раствором нитрата-иона (ГСО).

Оценка однородности образцов контроля не проводилась, в связи с тем, что жидкие 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.

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.	Департамент профилактики заболеваний и госсонэпиднадзора (ОХАИ)
2.	Жайылский РЦПЗ и ГСЭН (Санитарно-гигиеническая лаборатория)
3.	Кара-Суйский РЦПЗ и ГСЭН с ФКДС по Ошской области (Лаборатория токсикологических и физико-химических исследований)
4.	ОсОО «Сертификат Плюс» (Испытательная лаборатория)
5.	Центр государственного санитарно-эпидемиологического надзора г.Бишкек (Санитарно-гигиеническая лаборатория)
6.	Центр профилактики заболеваний и государственного санитарно-эпидемиологического надзора г.Ош (Отдел санитарно-гигиенических лабораторных испытаний)
7.	Ноокатский РЦПЗ и ГСЭН (Санитарно-гигиеническая лаборатория)

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

Методики определения запланированного показателя выбирали сами лаборатории-участницы из тех методик, которые постоянно используются в этих лабораториях.

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

По окончании выполненных аналитических работ, полученные результаты были проанализированы и обработаны в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО/МЭК 17043-2013, ISO 13528:2005, ГОСТ 29270.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

1. Критерии оценки качества результатов измерений лабораторий

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.

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

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

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. Данные по нормам погрешности даны в Приложении 3 (Таблица 3)

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

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

где x – результат участника,

X_o – приписанное значение содержания ингредиента в образце.

При $D\% > \delta_н$ – 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 (Таблица 3) даны сведения по оценке качества результатов испытаний по допустимым погрешностям.

При определении нитратов 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.

$$Z = | x\text{-}X | / S,$$

где x – результат лаборатории,
X – является *для* Zреф 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 (Таблица 4).

При определении нитратов по **Z-критерию** неудовлетворительных и сомнительных результатов **не выявлено.**

2. Графическое представление результатов испытаний

1) В Приложении 4 (Рис. 1) имеется точечная диаграмма «Оценка результатов испытаний 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 все результаты **считаются приемлемыми**.

2) Графически Z – индексы указаны в Приложении 6 (Рис. 2).

Графически Z – индексы представлены в виде столбцевой гистограммы с учетом знака погрешности результатов испытаний (по усредненным значениям).

На гистограмме наглядно видно, что результаты всех лабораторий укладываются в **приемлемые интервалы.**

ВЫВОДЫ И РЕКОМЕНДАЦИИ.

1 Выводы

1. Результаты межлабораторных сравнительных испытаний по лабораториям, проводящим исследование по определению нитратов в соке, в целом можно признать удовлетворительными.
2. При оценке выявлено, что все результаты испытаний укладываются в интервал нормированных допустимых погрешностей.

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

- нарушены сроки представления результатов испытаний провайдеру;
-

2 Рекомендации:

При участии в профтестировании необходимо:

- Соблюдать сроки выполнения испытаний.
- Соблюдать сроки представления результатов испытаний провайдеру.
- Указывать всю информацию, запрашиваемую координатором.
- Проверять присылаемые данные.

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 29270-95 Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения нитратов

5. 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	Нитраты Мг/дм^3
1.	202,5
6.	225,0
7.	222,5
12	225,0
14	222,5
15.	227,5
17.	225,0

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
нитраты	7	-	-	-		-	-

НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ

Показатель	Допустимая погрешность	
	% отн	Δ мг/дм^3
Нитраты	25	37,5

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ ПО ДОПУСТИМЫМ ПОГРЕШНОСТЯМ

Таблица 3

КОД ЛАБОРАТОРИИ	Результат	Расхождение		Выбросы
	мг/дм^3	D	Do	по атт. знач
1	202,50	***-2,500***	37,50	-
6	225,00	20,000	37,50	-
7	222,50	17,500	37,50	-
12	225,00	20,000	37,50	-
14	222,50	17,500	37,50	-
15	227,50	22,500	37,50	-
17	225,00	20,00	37,50	-

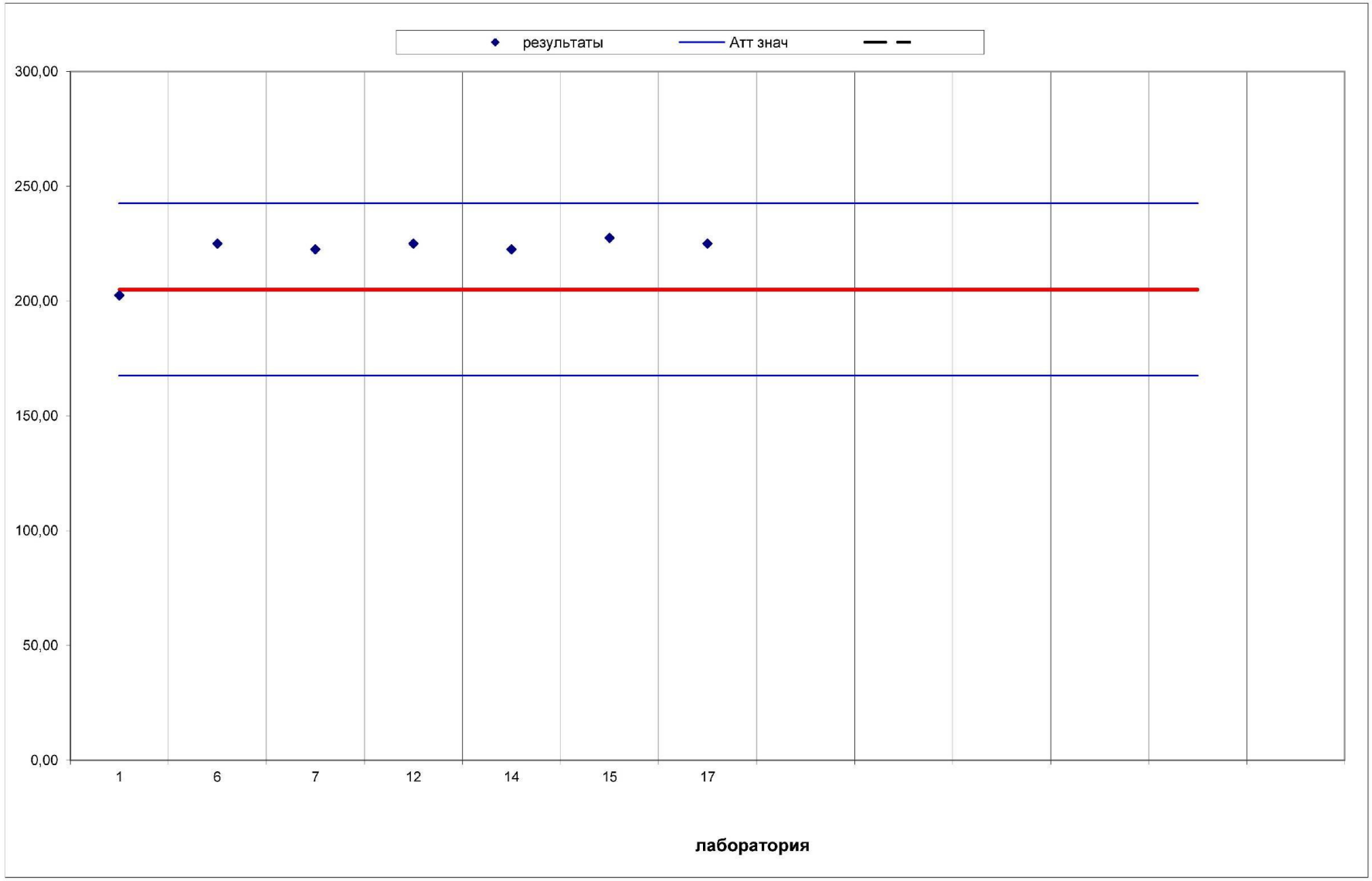
Показатель	Единицы измерения мг/дм^3	Аттестованное значение
Нитраты	**мг/дм^3**	**205**

ПРИЛОЖЕНИЕ 4

ДИАГРАММА
ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ
ПО ДОПУСТИМЫМ ЗНАЧЕНИЯМ

Рис.1

Нитраты **мг/дм^3**



ПРИЛОЖЕНИЕ 5

ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ ПО Z-ИНДЕКСАМ

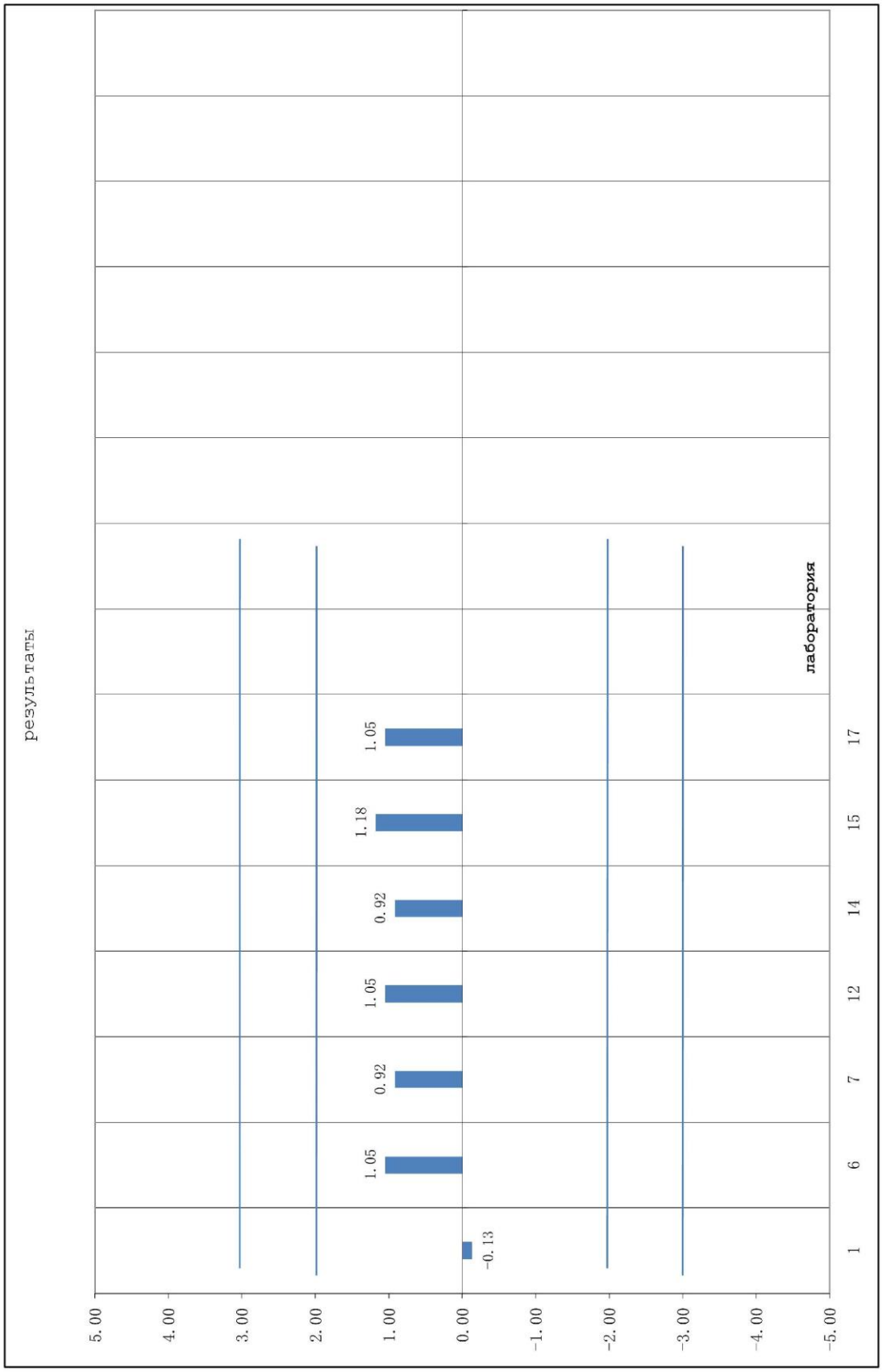
Таблица 4

Код лаборатории	Результат мг/дм^3	Расхождение по усред. знач.	Z с учетом допуска
1	202,50	-1,22	-0,13
6	225,00	9,76	1,05
7	222,50	8,54	0,92
12	225,00	9,76	1,05
14	222,50	8,54	0,92
15	227,50	10,98	1,18
17	225,00	9,76	1,05

Показатель	ед изм	Аттестованное значение
нитраты	мг/дм^3	205

ПРИЛОЖЕНИЕ 6

ДИАГРАММА Z-ИНДЕКСОВ

Рис. 2

Нитраты Z - индекс