

**ПЕРЕВІРКА КВАЛІФІКАЦІЇ РТ.УА.2.3.2017
КОРМИ, КОМБІКОРМИ, КОМБІКОРМОВА
СИРОВИНА - МІКРОБІОЛОГІЯ
ЗВІТ З ПЕРЕВІРКИ КВАЛІФІКАЦІЇ –
РАУНД 1ГРУДЕНЬ 2017 (УКР)**

Звіт підготував:	Володимир Новіков
Дата:	12.12.2017
Контакти:	vovan.novikov@gmail.com
Звіт затвердив:	Наталія Божко
Дата:	12.12.2017
Контакти:	smetrology@gmail.com
Статус:	Остаточний

Київ-2017

1. ЗМІСТ

1. ЗМІСТ	2
2. РЕЗЮМЕ	3
3. ЗАГАЛЬНІ ПОЛОЖЕННЯ ЩОДО ПЕРЕВІРКИ КВАЛІФІКАЦІЇ.....	3
3.1. СИСТЕМА УПРАВЛІННЯ ЯКІСТЮ	3
3.2. ВИГОТОВЛЕННЯ ЗРАЗКУ, ГОМОГЕННІСТЬ ТА СТАБІЛЬНІСТЬ	3
3.3. ВІДПРАВКА ТА ОТРИМАННЯ ЗРАЗКІВ.....	3
3.4. ДОСЛІДЖЕННЯ (ВИПРОБУВАННЯ) ЗРАЗКІВ ТА РЕЗУЛЬТАТИ ВІД УЧАСНИКІВ (ЗВІТУВАННЯ)	4
3.5. ДОДАТКОВІ ПОСЛУГИ	4
3.6. ОЦІНЮВАННЯ ХАРАКТЕРИСТИК ФУНКЦІОНУВАННЯ УЧАСНИКІВ.....	4
4. ОЦІНКА ГОМОГЕННОСТІ ТА СТАБІЛЬНОСТІ.....	5
5.ЗВЕДЕНІ ДАНІ ВІД УЧАСНИКІВ ЗГІДНО ЗВІТІВ.....	8
6.ЗВЕДЕНІ ДАНІ ПО МЕТОДАМ ВИЯВЛЕННЯ(ЯКІСНИМ МЕТОДАМ).....	8
7. ЗВЕДЕНІ ДАНІ ПО КІЛЬКІСНОМУ ВИНАЧЕННЮ(КІЛЬКІСНИМ МЕТОДАМ)	8
8. ЗВЕДЕНІ ДАНІ ПО ФУНКЦІОНУВАННЮ ЛАБОРАТОРІЙ ТА Z-ІНДЕКСИ.....	9
9. ГРАФІКИ РОЗПОДІЛІВ Z-ІНДЕСІВ ТА ГРАФІКИ РЕЗУЛЬТАТІВ ПО КІЛЬКІСНІЙ МІКРОБІОЛОГІЇ(КІЛЬКІСНИМ МЕТОДАМ)	10
9.1. ЗМЧ при 22°C	10
9.2. ЗМЧ при 37°C	11
10. НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ.....	12

2. РЕЗЮМЕ

2.1. Метою перевірки кваліфікації в мікробіології є визначення характеристик функціонування (як наведено в ISO/IEC 17043[1]) та підвищення достовірності результатів випробувань

2.2. Дана перевірка кваліфікації включає використання міжлабораторних порівнянь для підтвердження здатності лабораторій проводити випробування та/або ідентифікації напрямків покращення діяльності.

2.3. Цей звіт з перевірки кваліфікації PT.UA.2.3.2017 Раунд 1, що відбувся в грудні 2017 є остаточним. Звіт складений згідно вимог ISO/IEC 17043 [1] та Програми PT.UA.2.3.2017 Раунд 1. Звіт оформлений двома мовами – українською та англійською. Обидві версії звіту можуть бути знайдені в мережі Інтернет за адресою <http://www.metrologyservice.com.ua>

2.4. 8 учасників відзвітували про результати випробування зразків згідно цього раунду. Їх результати представлені в подальших розділах.

2.5. Перелік технічних експертів та/або підрядників цього раунду можуть бути надані Учаснику за вимогою.

2.6. Будь-які обчислення, формули, первинні та проміжні дані, що використані в даному раунді можуть бути надані Учаснику за вимогою, за виключенням конфіденційної інформації щодо інших учасників та інформації, що містить комерційну таємницю.

3. ЗАГАЛЬНІ ПОЛОЖЕННЯ ЩОДО ПЕРЕВІРКИ КВАЛІФІКАЦІЇ

3.1. СИСТЕМА УПРАВЛІННЯ ЯКІСТЮ

Функціонуюча система якості ТОВ «Метролоджі сервіс»(далі – Провайдера) відповідає вимогам ISO/IEC 17043:2010[1] та охоплює весь процес перевірки кваліфікації(далі – ПК) для всіх перевірок кваліфікації.

3.2. ВИГОТОВЛЕННЯ ЗРАЗКУ, ГОМОГЕННІСТЬ ТА СТАБІЛЬНІСТЬ

3.2.1. Провайдер використовував валідовану процедуру та відповідних технічних експертів і підрядників для відбору, виготовлення, гомогенізації та розділення зразків, що відповідають вимогам Програми перевірки кваліфікації PT.UA.2.3.2017 Раунд 1. Детальна інформація щодо приготування зразку та гомогенізації не публікується в даному звіті, але може бути надана Учаснику за вимогою. Випробування, що необхідні для доведення(верифікації) гомогенності та стабільності зразків виконуються компетентними підрядними лабораторіями у відповідності до [2-9]. Дані результати з статистичною обробкою публікуються в звіті.

3.2.2. Учасники можуть зв'язуватись з Провайдером для запиту детальної інформації щодо відбору, виготовлення, гомогенізації та розділення зразків, для тих зразків, по яким вони приймали участь. Така інформація може бути надана Учаснику виключно з дотриманням вимог конфіденційності Учасником та якщо дана інформація не може компрометувати інших Учасників та/або поставити під загрозу виконання вимог конфіденційності щодо інших Учасників та/або є комерційною таємницею.

3.3. ВІДПРАВКА ТА ОТРИМАННЯ ЗРАЗКІВ

3.3.1. Зразки для випробування – **комбікорм розсипний (гомогенізований)** були приготовлені та відправлені 20.11.2017 згідно графіку проведення Програми перевірки кваліфікації PT.UA.2.3.2017 Раунд 1.

3.3.2. Кожен виготовлений та ідентифікований зразок був герметично упакований у поліетиленовий пакет.

3.3.3. Всього 8 учасників з різних регіонів України отримали по одному зразку.

3.4. ДОСЛІДЖЕННЯ (ВИПРОБУВАННЯ) ЗРАЗКІВ ТА РЕЗУЛЬТАТИ ВІД УЧАСНИКІВ (ЗВІТУВАННЯ)

3.4.1. Кожний учасник несе відповідальність за підтвердження отримання технічного завдання по електронній пошті та ознайомлення з ним **до початку дослідження та розпакування зразку.**

3.4.2. Кожний учасник несе відповідальність за ознайомлення з Паспортом безпеки, що розповсюджується разом із зразком **до початку дослідження та розпакування зразку.**

3.4.3. Провайдер не несе ніякої відповідальності за будь-які наслідки, що можуть виникнути у випадку не виконання вимог Технічного завдання та/або Паспорту безпеки, в т.ч. такі, що можуть вплинути на результати Учасника.

3.5. ДОДАТКОВІ ПОСЛУГИ

3.5.1. Якщо Учасник хоче поради/консультації з приводу функціонування/власних результатів, він має зв'язатися з Провайдером. Провайдер може звернутися (за згодою Учасника) до технічного експерта або до підрядної лабораторії з питаннями Учасника.

3.5.2. Зразки, що залишились після закінчення раунду, є доступними для продажу, як сертифікований референтний матеріал (CRM) з сертифікатом якості та невизначеністю. За детальною інформацією звертайтеся до Провайдера

3.6. ОЦІНЮВАННЯ ХАРАКТЕРИСТИК ФУНКЦІОНУВАННЯ УЧАСНИКІВ

3.6.1 Провайдер в даній ПК для методів виявлення (якісних методів) виражав результати учасників як «Задовільно (S)» (позначено зеленим в таблицях) та «Незадовільні (NS)» (позначено червоним в таблицях) у порівнянні з значенням, наявним (відсутнім) у зразку. Оцінювання проводиться за виділення чи не виділення для всіх зразків, що досліджувались Учасником згідно з загальною практикою [1]. В даному раунді немає результатів, що визначені як «Незадовільні(NS)».

3.6.2. Для кількісної мікробіології (кількісних методів) результати Учасника виражаються у вигляді традиційного z-індексу відповідно до [1]. Приписане значення для кожного показника було взято як робастне середнє значення результатів випробувань (після – log-перетворення) з використанням методу Хьюбера H15 [2,3]. Формула для z-індексу модифікована для отримання нормального розподілу результатів учасників шляхом log-перетворення (в одиниці $\log_{10}$ КУО/г):

$$z_i = \frac{\log_{10} x_i - \log_{10} x_a}{\sigma_p}, \text{ де}$$

z_i – z – індексі – того учасника

x_i – результаті – того учасника

x_a – приписане значення

σ_p – стандартне відхилення перевірки кваліфікації

3.6.3. Оскільки даний раунд проводився вперше, то, згідно з загальною практикою [9], беручи до уваги попередні раунди по мікробіології, що проводилися Провайдером, та, за рекомендацією технічних експертів даного раунду, стандартне відхилення перевірки

кваліфікації для кількісної мікробіології було взятим 0.43 log₁₀ КУО/г. В наступних раундах планується регулярний перегляд стандартного відхилення ПК згідно з [9].

3.6.4. z-індекси визнані задовільними, якщо $|z| \leq 2$. z-індекси визнані сумнівними, якщо $2 < |z| \leq 3$ (позначено жовтим в таблицях). Якщо $|z| \geq 3$, результати розглядаються як незадовільні (позначені червоним в таблицях). Розрахунки були зроблені згідно [1,3,5]. В даному раунді відсутні незадовільні чи сумнівні результати.

3.6.5. Учасник №6 виконав типізацію виділеної E.Coli. Даний результат не оцінювався Провайдером, оскільки метою даного раунду не була типізація організму.

4. ОЦІНКА ГОМОГЕННОСТІ ТА СТАБІЛЬНОСТІ

4.1. Методи виділення (якісні методи).

4.1.1. Зразки досліджувались на гомогенність та стабільність після змішування, пакування та ідентифікації шляхом відбирання шести зразків матеріалу випадковим чином з усіх приготованих. Всі ці зразки були випробувані за умов повторюваності, оскільки тільки 30 зразків було виготовлено згідно [7]. Всі зразки для випробувань стабільності і для випробування гомогенності зберігалися у відповідних умовах в період підготовки та звітування по цьому раунду, імітуючи умови транспортування до учасників не більше двох діб.

4.1.2. Гомогенність та стабільність вважаються прийнятними, якщо 100% результатів співпадають, тобто з результатом «Задовільно» (S).

4.1.3. Гомогенність та стабільність для E.Coli

Номер зразку	Мікроорганізми наявні у зразку	Отриманий результат	Задовільно/ Не задовільно
	(Природна контамінація)		
	E.Coli		
1	E.Coli	Виділенов 1г.	«Задовільно (S)»
2	E.Coli	Виділенов 1г.	«Задовільно (S)»
3	E.Coli	Виділенов 1г.	«Задовільно (S)»
4	E.Coli	Виділенов 1г.	«Задовільно (S)»
5	E.Coli	Виділенов 1г.	«Задовільно (S)»
6	E.Coli	Виділенов 1г.	«Задовільно (S)»

У зразках підтверджена гомогенність та стабільність по 100% задовільних результатів.

4.1.4. Гомогенність та стабільність для Salmonellaspp.

Номер зразку	Мікроорганізми наявні у зразку	Отриманий результат	Задовільно/ Не задовільно
	(Природна контамінація)		
	Відсутня		
1	Відсутня	Не виділено в 50г.	«Задовільно (S)»
2	Відсутня	Не виділено в 50г.	«Задовільно (S)»
3	Відсутня	Не виділено в 50г.	«Задовільно (S)»
4	Відсутня	Не виділено в 50г.	«Задовільно (S)»
5	Відсутня	Не виділено в 50г.	«Задовільно (S)»
6.	Відсутня	Не виділено в 50г.	«Задовільно (S)»

У зразках підтверджена гомогенність та стабільність по 100% задовільних результатів.

4.2. Кількісна мікробіологія

4.2.1. Зразки оцінювалися на гомогенність та стабільність після змішування, пакування та ідентифікації шляхом відбирання десяти зразків матеріалу випадковим чином з усіх приготованих. Для кількісної мікробіології всі з цих зразків були випробувані за умов повторюваності, оскільки тільки 30 зразків було виготовлено згідно [7]. Всі зразки для випробувань стабільності та гомогенності зберігалися у відповідних умовах в період підготовки та звітування по цьому раунду, імітуючи умови транспортування до учасників не більше двох діб. Таким чином, зважаючи на специфіку зразку, стабільність була доведена тільки в момент дослідження всіма учасниками.

4.2.2. Статистичний аналіз отриманих даних про гомогенність та стабільність проводився з використанням критерію Кохрена 'C' та тесту аналітичної дисперсії (analytical variance test) для 'достатньої гомогенності' ('sufficient homogeneity') згідно [3,4].

4.2.3. Достатня гомогенність була підтверджена по кожному кількісному показнику згідно Програми у виготовлених зразках.

4.2.4.1. Гомогенність та стабільність – МАФАнМ, КУО/г

МАФАнМ, КУО/г Colony count, cfu/g						
Дослідження гомогенності/Homogeneity test						
Аналіз викидів за тестом Кохрана(C -тест)/Cohran's C test for outliers						
Номер зразку/ Sample number	Результат/ Result A	Результат/ Result B	Результат/ Result A log10	Результат/ Result B log	Average	SD²
1	8,00E+05	2,00E+05	5,90	5,30	5,60	0,1812
2	3,00E+05	6,00E+05	5,48	5,78	5,63	0,0453
3	7,00E+05	5,00E+05	5,85	5,70	5,77	0,0107
4	3,00E+05	4,00E+05	5,48	5,60	5,54	0,0078
5	8,00E+05	1,00E+05	5,90	5,00	5,45	0,4078
6	8,00E+05	2,00E+05	5,90	5,30	5,60	0,1812
7	3,00E+05	6,00E+05	5,48	5,78	5,63	0,0453
8	7,00E+05	5,00E+05	5,85	5,70	5,77	0,0107
9	3,00E+05	4,00E+05	5,48	5,60	5,54	0,0078
10	8,00E+05	1,00E+05	5,90	5,00	5,45	0,4078
Mean			5,599		Worst pair	0,407785762
Max			5,90		SUM of SD²	1,305629907
Min			5,00		C	0,3123
					Ccr, 5%	0,602
					Ccr, 1%	0,718
					Conclusion	
					5% PASS	
					1% PASS	
Remarks						
1. Cohran's C test is described in ISO 5727-2 and FAPAS protocol, sixth edition, 2002						
2. Test for 'sufficient homogeneity' is performed according to FAPAS protocol, sixth edition, 2002						
Аналіз на 'достатню однорідність'/Test for 'sufficient homogeneity'						
Номер зразку/ Sample number	Результат/ Result A log 10	Результат/ Result B log 10	SUM	Difference²	Source of ap value to use	
1	5,90	5,30	11,20	0,3625	Use(write '1')	Source ap
2	5,48	5,78	11,26	0,0906		C>13.8%, HORWITZ 0,2366
3	5,85	5,70	11,54	0,0214		120ppb<C<13.8%, HORWITZ 0,1728
4	5,48	5,60	11,08	0,0156		C<120 ppb 0,0332
5	5,90	5,00	10,90	0,8156	MASS NEGATIVE POWER FOR HORWITZ EQUATION(%=2, 2	
6	5,90	5,30	11,20	0,3625	1 SD	0,4300
7	5,48	5,78	11,26	0,0906	Method based SD	
8	5,85	5,70	11,54	0,0214		
9	5,48	5,60	11,08	0,0156		
10	5,90	5,00	10,90	0,8156		
				2,6113		
Mean	5,599				Target SD chosen	0,4300
Max	5,90				σ²all	0,016641
Min	5,00				Replicates	10
					F1	1,88
Analytical variance S²an	0,1306 SD		0,2838		F2	1,01
Sanal	0,3613 RSDR		5,0683		Critical value	0,1632
Ssums	0,0498				Between sample variance S²sam	0,0000
MSb	0,0249				Sufficient homogeneity test	PASS
Between sample variance S²sam	0,0000					

4.2.4.1. Гомогенність та стабільність – Плісняві гриби, КУО/г.

Плісняві гриби, КУО/г

Mold, cfu/g

Дослідження гомогенності/Homogeneity test

Аналіз викидів за тестом Кохрана(C -тест)/Cohran's C test for outliers

Номер зразку/ Sample number	Результат/ Result A	Результат/ Result B	Результат/ Result A log10	Результат/ Result B log 10	Average	SD²
1	9,30E+02	1,50E+03	2,97	3,18	3,07	0,0216
2	2,00E+03	1,60E+03	3,30	3,20	3,25	0,0047
3	9,90E+02	1,00E+03	3,00	3,00	3,00	0,0000
4	2,90E+03	2,20E+03	3,46	3,34	3,40	0,0072
5	1,30E+03	1,80E+03	3,11	3,26	3,18	0,0100
6	9,30E+02	1,50E+03	2,97	3,18	3,07	0,0216
7	2,00E+03	1,60E+03	3,30	3,20	3,25	0,0047
8	9,90E+02	1,00E+03	3,00	3,00	3,00	0,0000
9	2,90E+03	2,20E+03	3,46	3,34	3,40	0,0072
10	1,30E+03	1,80E+03	3,11	3,26	3,18	0,0100
Mean			3,182		Worst pair	0,021550605
Max			3,46		SUM of SD²	0,086879819
Min			2,97		C	0,2481
					Ccr, 5%	0,602
					Ccr, 1%	0,718
					Conclusion	
					5% PASS	
					1% PASS	

Remarks

1. Cohran's C test is described in ISO 5727-2 and FAPAS protocol, sixth edition, 2002

2. Test for 'sufficient homogeneity' is performed according to FAPAS protocol, sixth edition, 2002

Аналіз на 'достатню однорідність'/Test for 'sufficient homogeneity'							
Номер зразку/ Sample number	Результат/ Result A log 10	Результат/ Result B log 10	SUM	Difference²	Source of op value to use		σp
1	2,97	3,18	6,14	0,0431	Use(write '1')	Source	
2	3,30	3,20	6,51	0,0094		C>13.8%, HORWITZ	0,1784
3	3,00	3,00	6,00	0,0000		120ppb<C<13.8%, HORWITZ	0,1069
4	3,46	3,34	6,80	0,0144		C<120 ppb	0,0188
5	3,11	3,26	6,37	0,0200		MASS NEGATIVE POWER FOR HORWITZ EQUATION(%=2,	2
6	2,97	3,18	6,14	0,0431		1 SD	0,4300
7	3,30	3,20	6,51	0,0094		Method based SD	
8	3,00	3,00	6,00	0,0000			
9	3,46	3,34	6,80	0,0144			
10	3,11	3,26	6,37	0,0200			
				0,1738			
Mean	3,182					Target SD chosen	0,4300
Max	3,46					σ²all	0,016641
Min	2,97					Replicates	10
						F1	1,88
Analytical variance S²an	0,0087	SD	0,1598			F2	1,01
Sanal	0,0932	RSDR	5,0211			Critical value	0,0401
Ssums	0,0885					Between sample variance S²sam	0,0178
MSb	0,0442					Sufficient homogeneity test	PASS
Between sample variance S²sam	0,0178						

5.ЗВЕДЕНІ ДАНІ ВІД УЧАСНИКІВ ЗГІДНО ЗВІТІВ

Номер лабораторії	E. coli	Salmonella spp	МАФАНМ, КУО/г	Плісняві гриби, КУО/г
1	Виділено	Не виділено	1,20E+05	4,70E+03
2	Виділено	Не виділено	4,70E+04	8,70E+03
3	Наявна	Відсутня	3,80E+05	2,50E+04
4	Виявлено	Не виявлено	1,00E+05	3,00E+03
5	Виявлено	Не виявлено	4,30E+05	2,00E+04
6	Виділено O142:K86	Не виділено	8,20E+04	2,40E+04
7	Виявлено	Не виявлено	4,10E+05	3,20E+03
8	Виділено в 1 г	Не виділено в 25г	1,40E+06	2,80E+04

6.ЗВЕДЕНІ ДАНІ ПО МЕТОДАМ ВИЯВЛЕННЯ(ЯКІСНИМ МЕТОДАМ)

	E. coli	Salmonella spp
К-ть результатів	8	8
К-ть результатів NS	0	0
К-ть результатів NS, %	0,0	0,0

7. ЗВЕДЕНІ ДАНІ ПО КІЛЬКІСНОМУ ВИНАЧЕННЮ(КІЛЬКІСНИМ МЕТОДАМ)

	МАФАНМ, log 10 КУО/г	Плісняві гриби, log 10 КУО/г
К-ть результатів	8	8
Кількість z >3	0	0
Кількість z >3, %	0,000	0,000
Середнє	5,330	4,015
Min	4,672	3,477
Max	6,146	4,447
SD(Стандартне відхилення)	0,490	0,418
Median(Медіана)	5,329	4,120
Robust mean(Робастне середнє)	5,315	4,015
Robust SD(Робастне SD)	0,462	0,418
Цільове SD(відхилення перевірки кваліфікації)	0,430	0,430
Джерело цільового SD	Trial SD	Trial SD

8. ЗВЕДЕНІ ДАНІ ПО ФУНКЦІОНУВАННЮ ЛАБОРАТОРІЙ ТА Z-ІНДЕКСИ

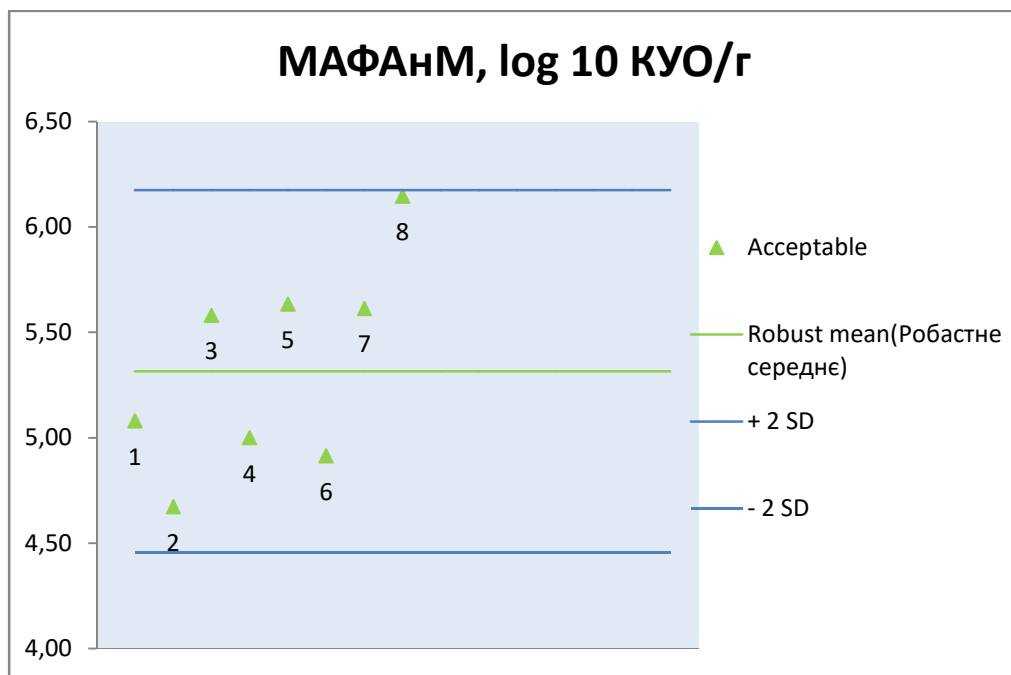
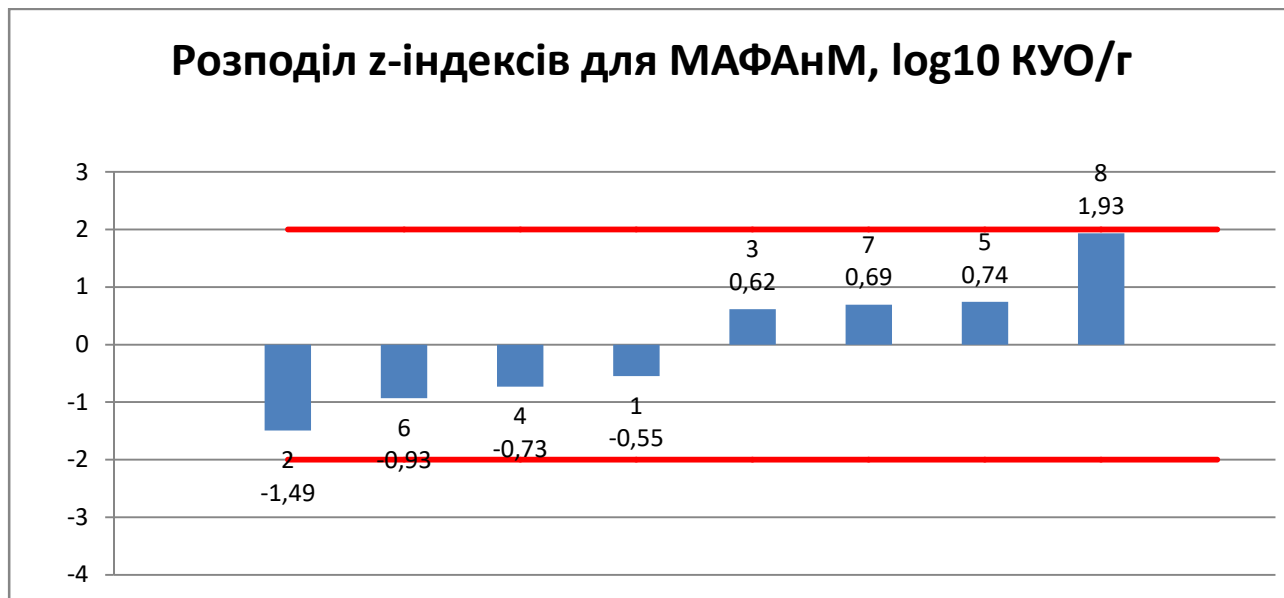
Номер лабораторії	E. coli	Salmonella spp	МАФАНМ, log 10 КУО/г	Плісняві гриби, log 10 КУО/г
1	S	S	-0,55	-0,80
2	S	S	-1,49	-0,18
3	S	S	0,62	0,89
4	S	S	-0,73	-1,25
5	S	S	0,74	0,67
6	S	S	-0,93	0,85
7	S	S	0,69	-1,19
8	S	S	1,93	1,00

Примітка.

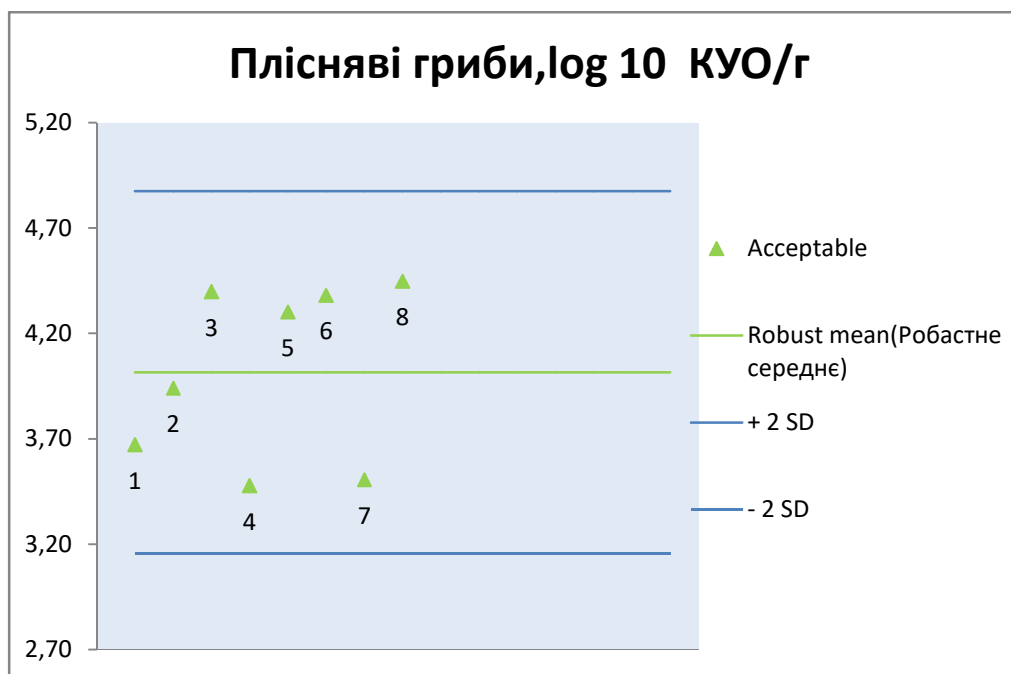
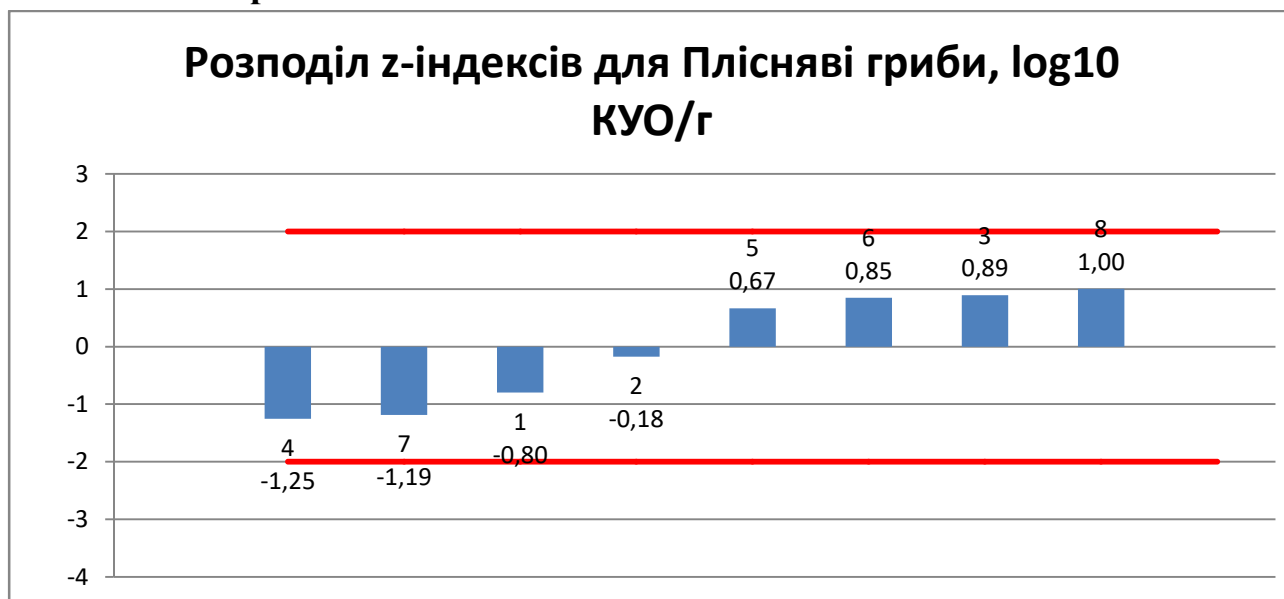
1. Зеленим в таблиці позначені результати, які Провайдер вважає задовільними.

9. ГРАФІКИ РОЗПОДІЛІВ Z-ІНДЕСІВ ТА ГРАФІКИ РЕЗУЛЬТАТІВ ПО КІЛЬКІСНІЙ МІКРОБІОЛОГІЇ(КІЛЬКІСНИМ МЕТОДАМ)

9.1. МАФАНМ



9.2. Плісняві гриби



10. НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

1. ISO/IEC 17043:2010 Conformity assessment -- General requirements for proficiency testing
2. Analytical Methods Committee, Robust Statistics – How not to reject outliers Part 1. Basic Concepts, Analyst, 1989, 114, 1693-1697
3. FOOD ANALYSIS PERFORMANCE ASSESSMENT SCHEME (FAPAS). Protocol for the organization and analysis of data, sixth edition, 2002.
4. Fearn, T. and Thompson, M, A new test for ‘sufficient homogeneity’, Analyst, 2001, 126, 1414-1417
5. ISO 13528:2015 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons
6. ISO Guide 35:2006 Reference materials -- General and statistical principles for certification
7. ILAC Discussion Paper on Homogeneity and Stability Testing, April 2008.
8. ISO 17034:2016 General requirements for the competence of reference material producers
9. FOOD ANALYSIS PERFORMANCE ASSESSMENT SCHEME (FAPAS). Protocol for proficiency testing schemes. version 4. September 2016. Part 3. FAPAS Food microbiology scheme (FEPAS)