



Божко Наталія
"04" квітня 2018

ПЕРЕВІРКА КВАЛІФІКАЦІЇ РТ.УА.2.4.2017
ФІЗИКО-ХІМІЧНІ ПОКАЗНИКИ М'ЯСНОЇ ПРОДУКЦІЇ
ЗВІТ З ПЕРЕВІРКИ КВАЛІФІКАЦІЇ –
РАУНД 1 БЕРЕЗЕНЬ 2018 (УКР)

Звіт підготував:	Володимир Новіков
Дата:	04.04.2018
Контакти:	vovan.novikov@gmail.com
Звіт затвердив:	Наталія Божко
Дата:	04.04.2018
Контакти:	smetrology@gmail.com
Статус:	Остаточний

Київ-2018

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.....	4
3.4. ДОДАТКОВІ ПОСЛУГИ.....	4
3.5.ОЦІНЮВАННЯ ХАРАКТЕРИСТИК ФУНКЦІОНУВАННЯ УЧАСНИКІВ.....	4
4. ОЦІНКА ГОМОГЕННОСТІ ТА СТАБІЛЬНОСТІ.....	5
6. РЕЗУЛЬТАТИ ВИПРОБУВАНЬ ЛАБОРАТОРІЙ.....	8
7. Z-ІНДЕКСИ.....	9
8. ГРАФІКИ РОЗПОДІЛІВ Z-ІНДЕСІВ ТА ГРАФІКИ РЕЗУЛЬТАТІВ.	10
8.1. Масова частка вологи, %	10
8.2. Масова частка білку,%, (коефіцієнт перерахунку вмісту азоту до вмісту білка – 6,25)	11
8.3. Масова частка жиру,%	12
8.4. Масова частка хлориду натрію,%	13
8.5. Масова частка кісткового залишку,%	14
9. МЕТОДИ, ЗАЗНАЧЕНІ УЧАСНИКАМИ.	15
10. НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ	16

2. РЕЗЮМЕ

2.1. Метою перевірки кваліфікації по визначенню фізико-хімічних показників в м'ясній продукції є оцінювання 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.2.4.2017 Раунд 1, що відбувся в березні 2018 є остаточним. Звіт складений згідно вимог ISO\IEC 17043 [1] та Програми PT.UA.2.4.2017 Раунд 1. Звіт оформлений українською мовою. Обидві версії звіту можуть бути знайдені в мережі Інтернет за адресою <http://www.metrologyservice.com.ua>

2.4. 11 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.

2.7. Розділ 9 даного звіту вважається довідковим. Розділ сформований на підставі даних, що наводилися Учасниками в Технічному завданні добровільно, на підставі наведених даних не робилися висновки з приводу оцінювання результатів Учасників.

3. ЗАГАЛЬНІ ПОЛОЖЕННЯ ЩОДО ПЕРЕВІРКИ КВАЛІФІКАЦІЇ

3.1. СИСТЕМА УПРАВЛІННЯ ЯКІСТЮ

3.1.1. 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.2.4.2017 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 [2-8]. 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 – м'ясо куряче механічного обвалювання охолоджене гомогенізоване масою 500 ± 5 г були відправлені 12.03.2018 згідно графіку проведення Програми перевірки кваліфікації РТ.УА.2.4.2017 Раунд 1.

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

3.3.3. Всього 12 учасників з різних регіонів України отримали по одному зразку кожен. 11 учасників відзвітували про результати випробування зразків.

3.4. ДОДАТКОВІ ПОСЛУГИ

3.4.1. 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.

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

3.5. ОЦІНЮВАННЯ ХАРАКТЕРИСТИК ФУНКЦІОНУВАННЯ УЧАСНИКІВ

3.5.1. Провайдер виражав результати Учасників у вигляді традиційних z-індексів відповідно до [1].

3.5.2. Приписане значення для кожного показника було розраховане як робастне середнє значення результатів випробувань з використанням методу Хьюбера H15 [2,3]

3.5.3. Цільове стандартне відхилення (Стандартне відхилення для оцінки кваліфікації, характеристики функціонування) кожного показника обиралось або згідно характеристичного рівняння Гурвіца, стандартного відхилення міжлабораторних експериментів, що наведені в методі, стандартного відхилення попередніх раундів перевірок кваліфікації, або стандартного відхилення результатів (робастного стандартного відхилення після вилучення викидів). Вибір робився, опираючись на сучасну практику розрахунків, що застосовується для міжлабораторних експериментів та схем перевірки кваліфікації.

3.5.4. 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].

3.5.5. В даному раунді відсутні результати, що визнані незадовільними.

4. ОЦІНКА ГОМОГЕННОСТІ ТА СТАБІЛЬНОСТІ

4.1. Зразки оцінювалися на гомогенність та стабільність після змішування та пакування шляхом відбирання семи зразків матеріалу випадковим чином з усіх приготованих. Зразки були випробувані двічі за умов повторюваності, оскільки тільки 30 зразків було виготовлено згідно[7].

4.2. 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].

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

4.4. Робочий приклад для Масова частка білку, % (коефіцієнт перерахунку вмісту азоту до вмісту білка – 6,25)

Масова частка білку,%, (коефіцієнт перерахунку вмісту азоту до вмісту білка – 6,25)										
Дослідження гомогенності/Homogeneity test										
Аналіз викидів за тестом Кохрана(C -тест)/Cohran's C test for outliers							Аналіз на 'достатню однорідність'/Test for 'sufficient homogeneity'			
Номер зразку/ Sample number	Результат/ Result A	Результат/ Result B	Average	SD ²		Номер зразку/ Sample number	Результат/ Result A	Результат/ Result B	SUM	Difference ²
1	19,89	20,39	20,14	0,1250	0,00	1	19,89	20,39	40,28	0,2500
2	19,57	20,57	20,07	0,5000	0,00	2	19,57	20,57	40,14	1,0000
3	20,21	19,96	20,09	0,0313	0,00	3	20,21	19,96	40,17	0,0625
4	20,09	20,09	20,09	0,0000	0,00	4	20,09	20,09	40,18	0,0000
5	19,89	20,39	20,14	0,1250	0,00	5	19,89	20,39	40,28	0,2500
6	19,57	20,57	20,07	0,5000	0,00	6	19,57	20,57	40,14	1,0000
7	20,21	19,96	20,09	0,0313	0,00	7	20,21	19,96	40,17	0,0625
Mean	20,097		Worst pair	0,5000		Mean	20,097			
Max	20,57		SUM of SD ²	1,3125		Max	20,57			
Min	19,57		C	0,3810		Min	19,57			
			Ccr, 5%	0,7271						
			Ccr, 1%	0,8376						
			Conclusion			Analytical variance S ² an	0,1875	SD		0,3191
						Sanal	0,4330	RSDR		1,5876
						Ssums	0,0037			
						MSb	0,0018			
						Between sample variance S ² sam	-0,0928			
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										

Source of σp value to use	
Use(write '1')	Source
1	C>13.8%, HORWITZ
	120ppb<C<13.8%, HORWITZ
	C<120 ppb
MASS NEGATIVE POWER FOR HORWITZ EQUATION(%=2, ppb=9,ppm=6)	2
SD	0,3075
Trial SD	3,9800
Target SD chosen	0,4483
σ ² all	0,018087
Replicates	7
F1	2,1
F2	1,43
Critical value	0,3061
Between sample variance S ² sam	-0,0928
Sufficient homogeneity test	PASS

4.5. Дані для всіх показників

	Масова частка вологи, %	Масова частка білку,%, (коефіцієнт перерахунку вмісту азоту до вмісту білка – 6,25)	Масова частка жиру, %	Масова частка хлориду натрію, %	Масова частка кісткового залишку, %
Homogeneity and stability(Гомогенність та стабільність)					
Cohran's 'C' test(С-тест "Кохрана")					
Critical value(5%,7pairs)=0,7271	0,3974	0,3810	0,2325	0,3077	0,5000
Mean Result	77,6914	20,0971	2,3614	0,1614	0,0386
Conclusion(Висновок)	PASS	PASS	PASS	PASS	PASS
Analytical variance test(тест аналітичної дисперсії)					
S ² anal	0,0087	0,1875	0,0149	0,0004	0,00001
S _{anal}	0,0933	0,4330	0,1219	0,0193	0,0038
S ² sample	0,0710	0	0,0093	0	0
σ _p	0,2106	0,2106	0,2106	0,2106	0,2106
σ _p source	Horwitz	Horwitz	Horwitz	Horwitz	Horwitz
σ ² all	0,0699	0,0181	0,0006	0,0000	0,000001
Critical value	0,1593	0,3061	0,0226	0,0005	0,000022
Conclusion(Висновок)	PASS	PASS	PASS	PASS	PASS

5. ЗВЕДЕНІ ДАНІ

	Масова частка вологи, %	Масова частка білку,%, (коефіцієнт перерахунку вмісту азоту до вмісту білка – 6,25)	Масова частка жиру, %	Масова частка хлориду натрію, %	Масова частка кісткового залишку, %
К-ть результатів	11	8	10	9	7
Кількість z >3	0	0	0	0	0
Кількість z >3, %	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Середнє	77,303	19,448	2,452	0,181	0,083
Min	76,324	17,520	2,140	0,135	0,040
Max	78,900	20,091	3,000	0,230	0,190
SD(Стандартне відхилення)	0,714	0,830	0,303	0,033	0,049
Median(Медіана)	77,200	19,730	2,410	0,190	0,070
Robust mean(Робастне середнє)	77,234	19,645	2,419	0,180	0,070
Robust SD(Робастне SD)	0,534	0,374	0,254	0,032	0,020
SD з методу(з міжлаб. експ.)	1,640	1,400	0,500	0,200	N/A
SD з рівняння Гурвіца	0,879	0,443	0,085	0,009	0,004
Цільове SD(відхилення перевірки	0,879	1,400	0,303	0,032	0,049
Джерело цільового SD	Horwitz	Method Tr SD	Trial SD	Trial SD	Trial SD

6. РЕЗУЛЬТАТИ ВИПРОБУВАНЬ ЛАБОРАТОРІЙ

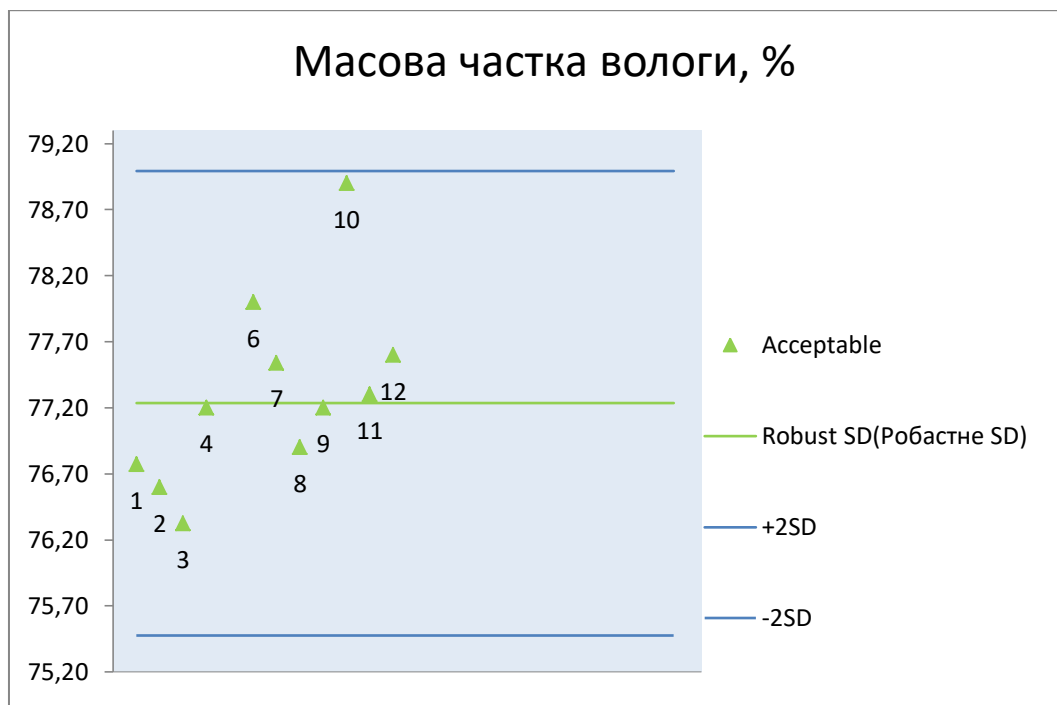
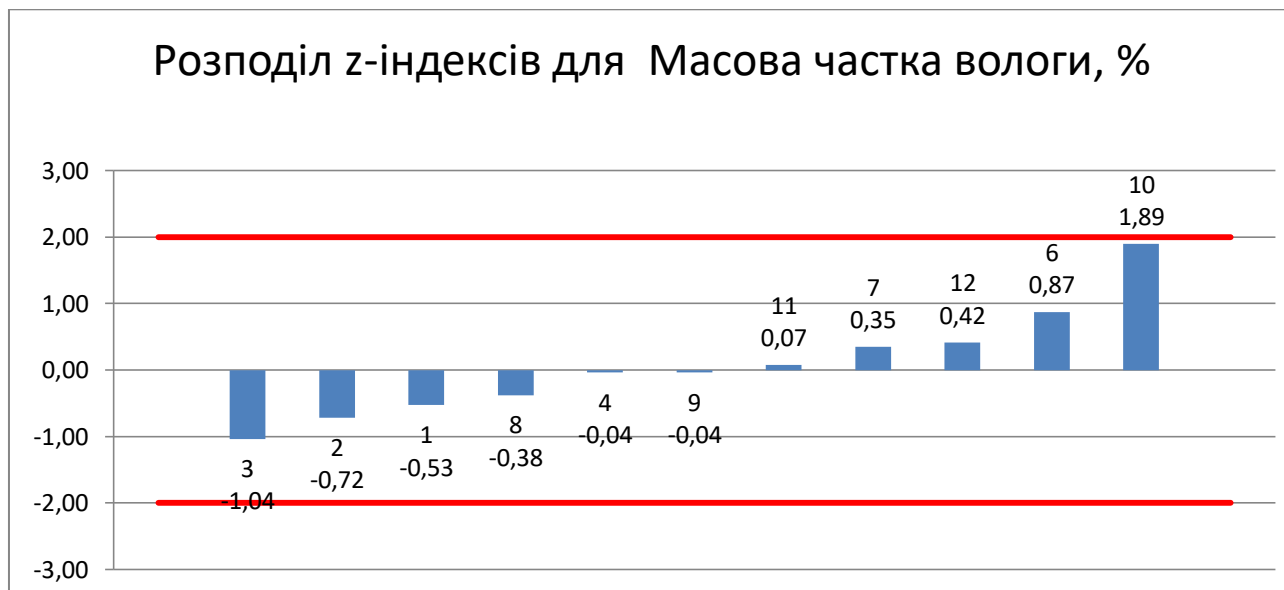
Номер лабораторії	Масова частка вологи, %	Масова частка білку,%, (коефіцієнт перерахунку вмісту азоту до вмісту білка – 6,25)	Масова частка жиру, %	Масова частка хлориду натрію, %	Масова частка кісткового залишку, %
1	76,77	20,09	2,48		0,06
2	76,60		2,42		0,08
3	76,32		2,20	0,14	
4	77,20	19,94	2,40	0,20	0,08
6	78,00	17,52	2,20	0,23	0,19
7	77,54	19,50	2,14	0,15	0,04
8	76,90	19,90	2,90	0,19	
9	77,20	19,17	3,00	0,21	0,07
10	78,90			0,19	
11	77,30	19,80	2,60	0,18	
12	77,60	19,66	2,18	0,14	0,06

7. Z-ІНДЕКСИ

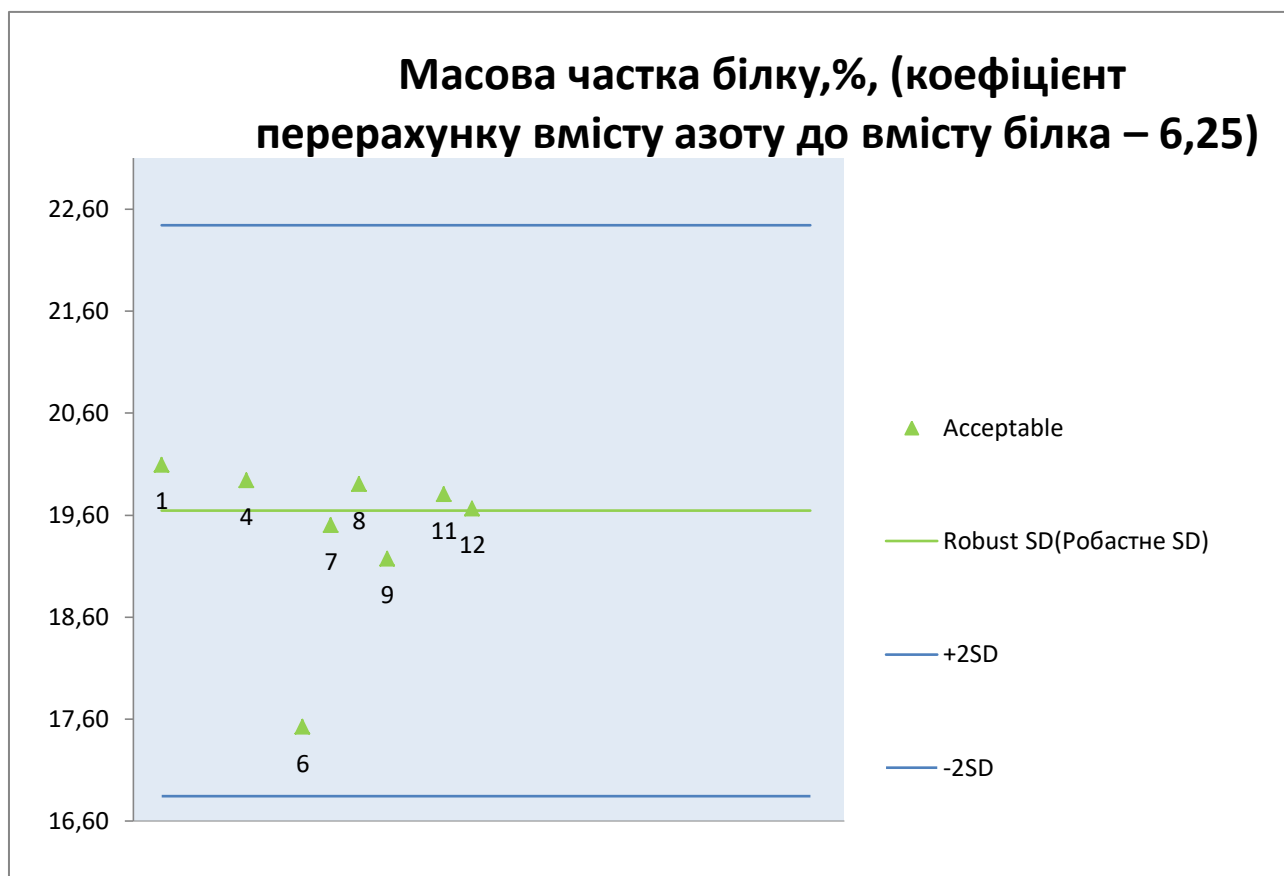
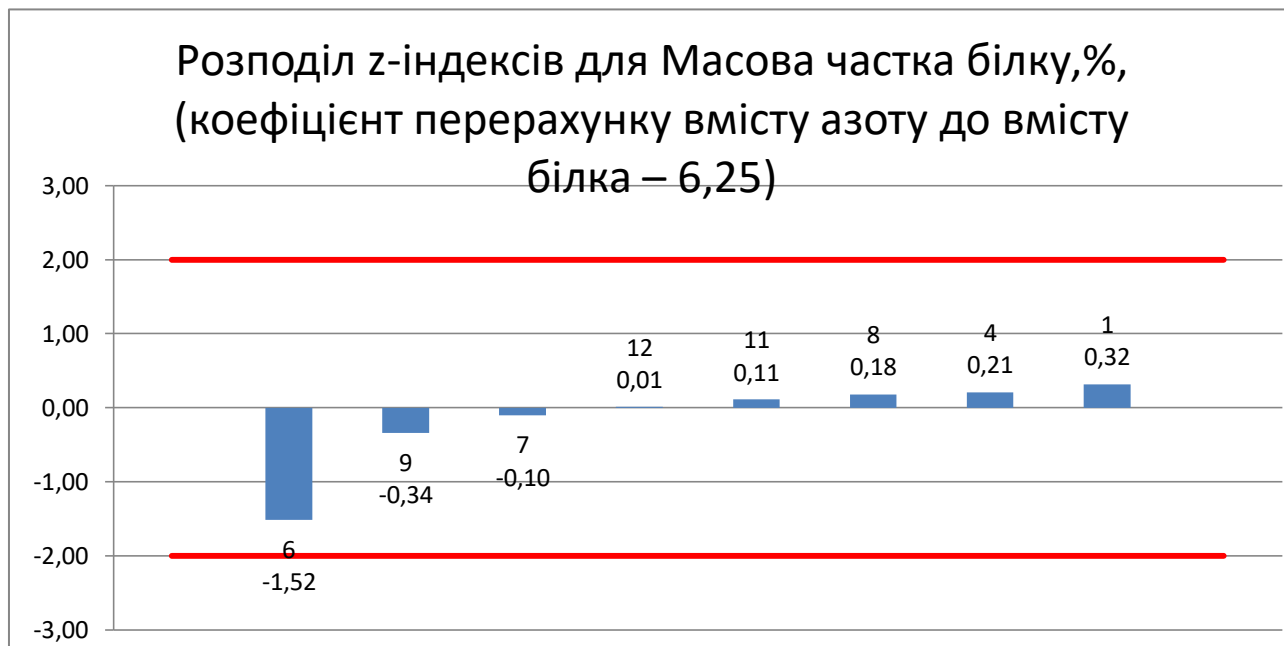
Номер лабораторії	Масова частка вологи, %	Масова частка білку, %, (коефіцієнт перерахунку вмісту азоту до вмісту білка – 6,25)	Масова частка жиру, %	Масова частка хлориду натрію, %	Масова частка кісткового залишку, %
1	-0,53	0,32	0,20		-0,20
2	-0,72		0,00		0,20
3	-1,04		-0,73	-1,42	
4	-0,04	0,21	-0,06	0,61	0,20
6	0,87	-1,52	-0,72	1,55	2,45
7	0,35	-0,10	-0,92	-0,95	-0,61
8	-0,38	0,18	1,59	0,30	
9	-0,04	-0,34	1,92	0,92	0,00
10	1,89			0,30	
11	0,07	0,11	0,60	-0,01	
12	0,42	0,01	-0,79	-1,26	-0,20

8. ГРАФІКИ РОЗПОДІЛІВ Z-ІНДЕСІВ ТА ГРАФІКИ РЕЗУЛЬТАТІВ.

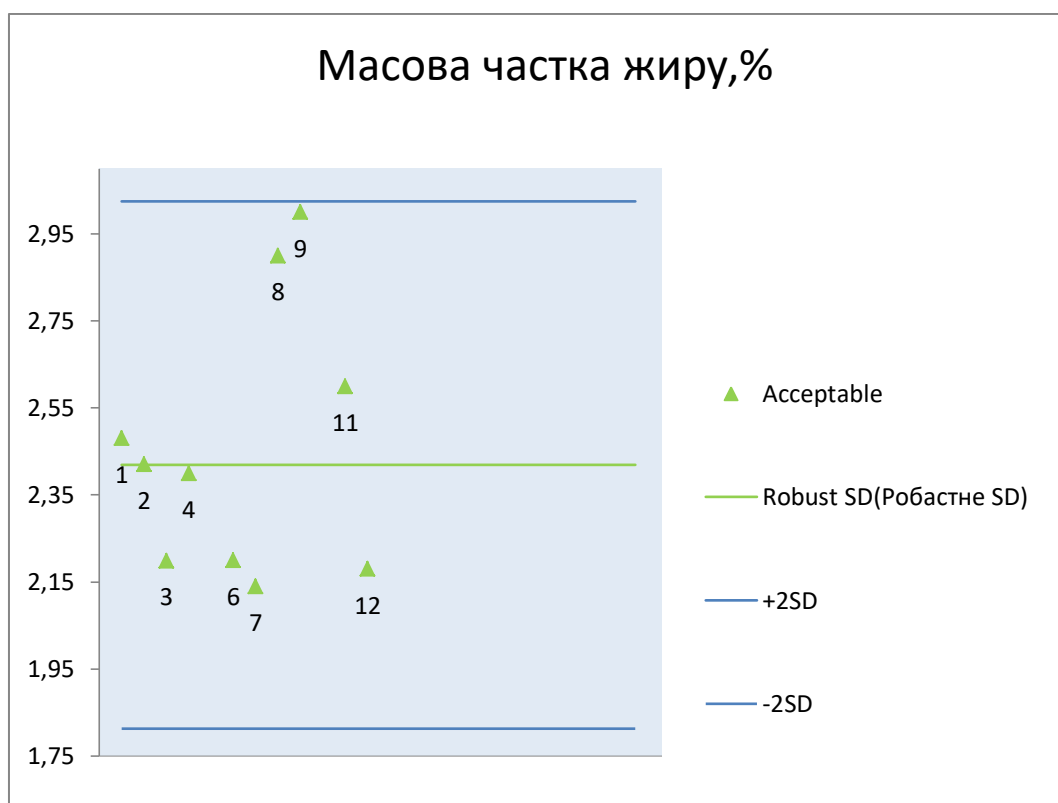
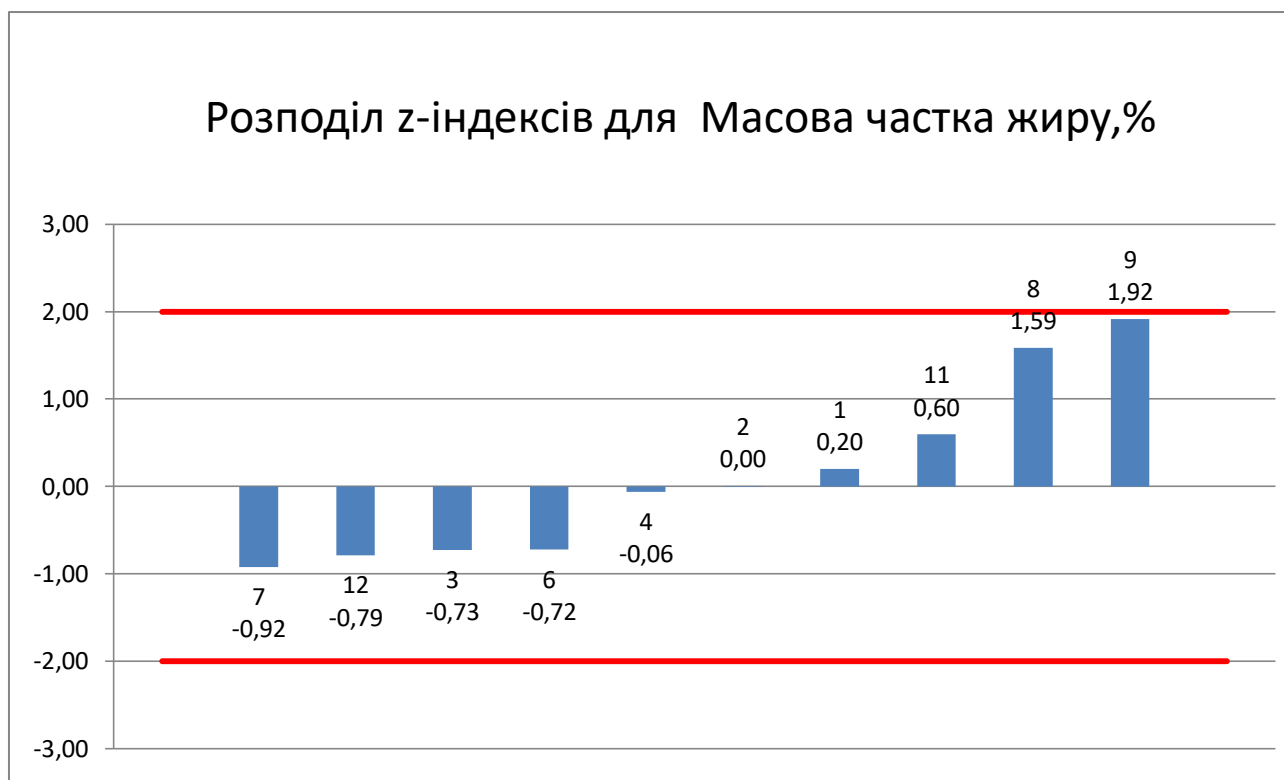
8.1. Масова частка вологи, %



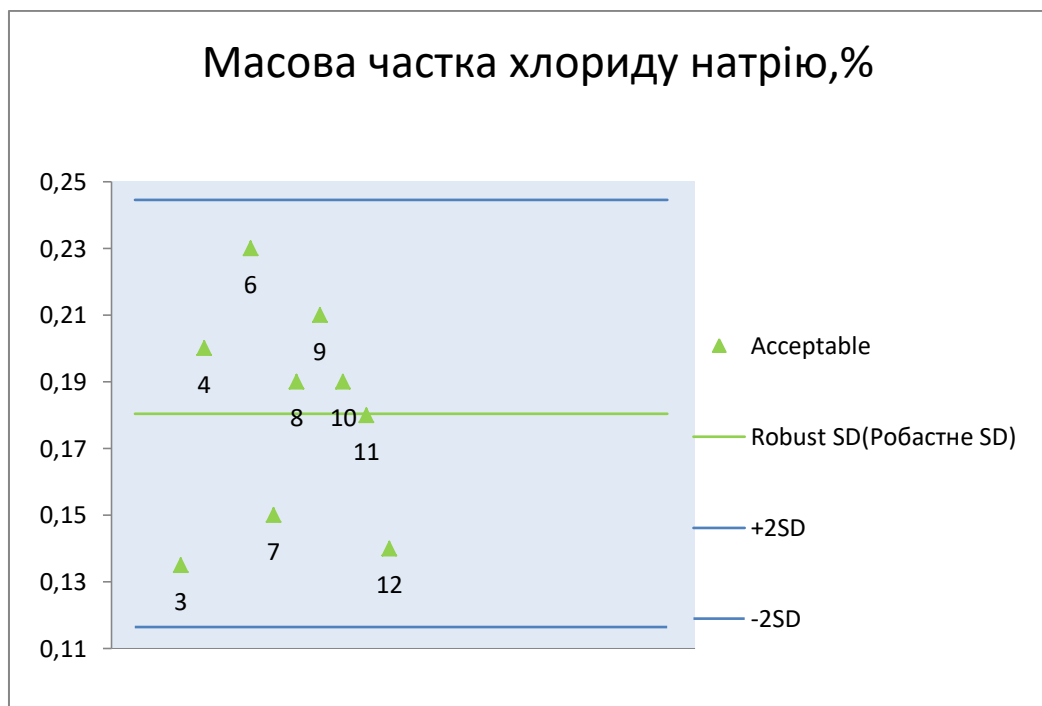
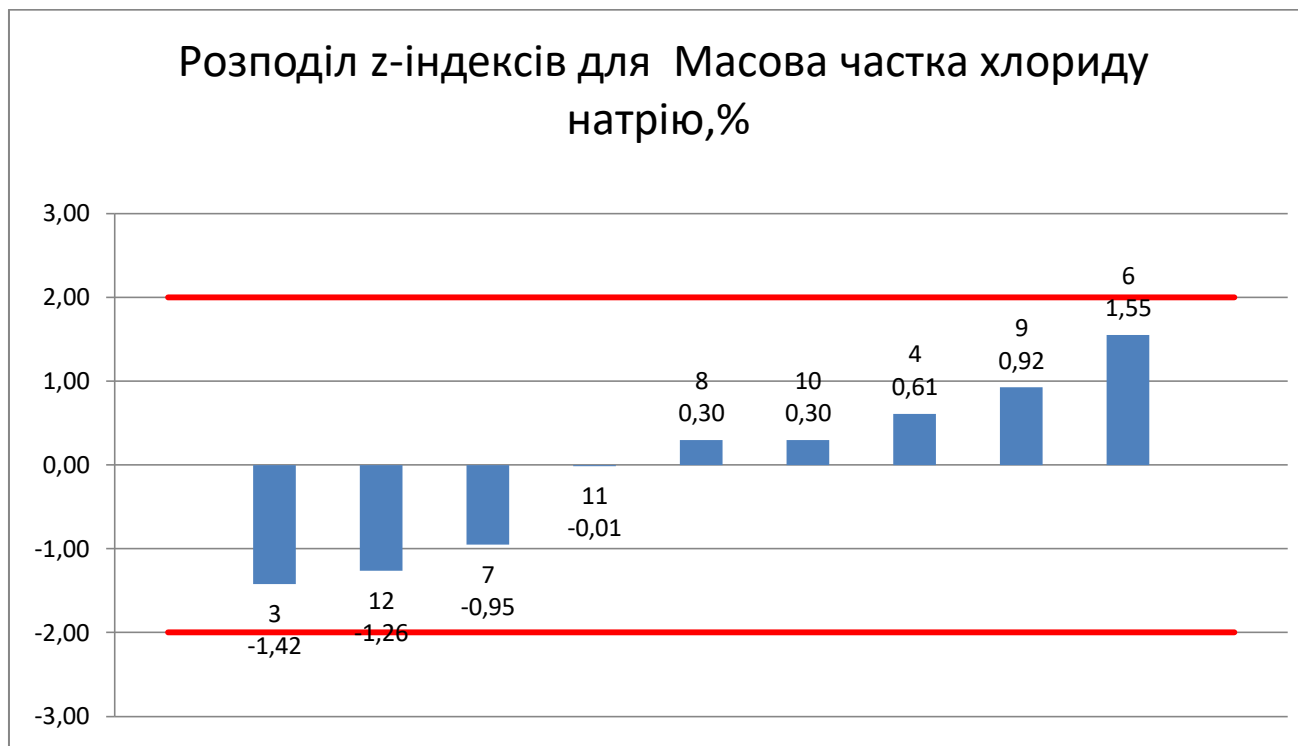
8.2. Масова частка білку,%, (коефіцієнт перерахунку вмісту азоту до вмісту білка – 6,25)



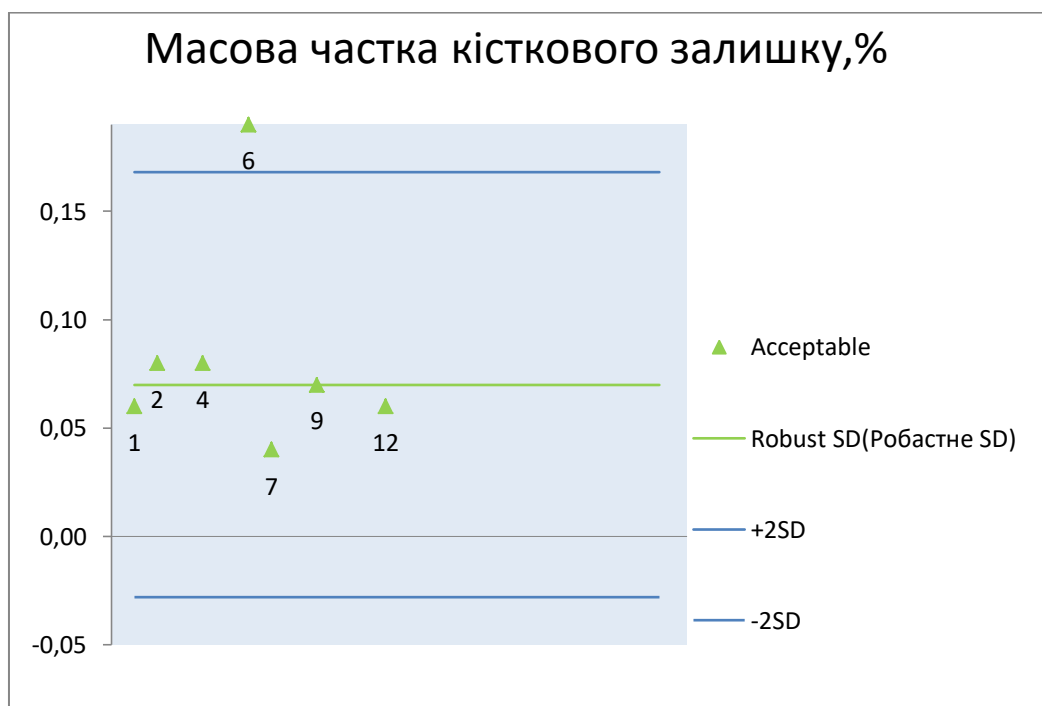
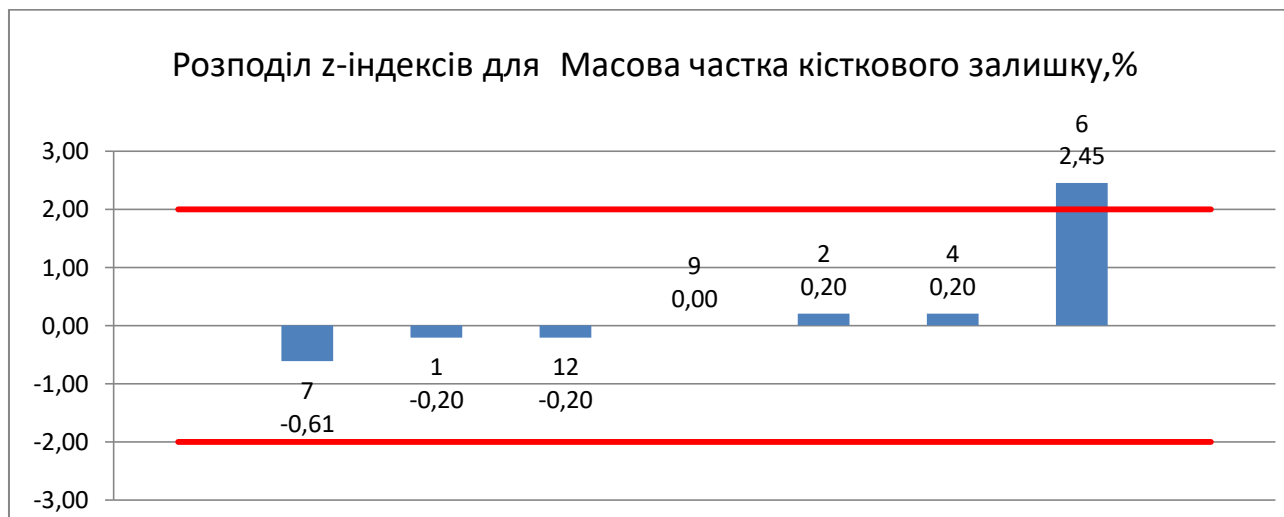
8.3. Масова частка жиру, %



8.4. Масова частка хлориду натрію, %



8.5. Масова частка кісткового залишку,%



9. МЕТОДИ, ЗАЗНАЧЕНІ УЧАСНИКАМИ.

Номер лабораторії	Масова частка води, %	Масова частка білку,%, (коефіцієнт перерахунку вмісту азоту до вмісту білка – 6,25)	Масова частка жиру,%	Масова частка хлориду натрію, %	Масова частка кісткового залишку, %
1	ДСТУ ISO 1442:2005	ДСТУ ISO 937:2005 (Інструкція до приладу Дигістор «Тесатор™ 8100» Дистиляційний блок «Kjeltec™ 8100»)	ДСТУ ISO 1443:2005 (Інструкція до приладу аналізатор жиру «Soxtec™ 8000» «Hydrotec™ 8000»)		ГСТУ 46.070-2003, Додаток В
2	ДСТУ ISO 1442:2005		ДСТУ ISO 1443:2005, Інструкція з експлуатації SOXTHERM / MULTISTAT.		ГСТУ 46.070-2003, Додаток В
3	ДСТУ ISO 1442:2005		ДСТУ ISO 1443:2005	ДСТУ ISO 1841-1:2004	
4	ДСТУ ISO 1442:2005	ДСТУ ISO 937:2005	ДСТУ ISO 1443:2005	ДСТУ ISO 1841-1:2004	ГСТУ 46.070-2003
6	ГОСТ 9793-74	ГОСТ 25011-81	ДСТУ 8380:2015	ГОСТ 9957-73	ГСТУ 46.070-2003,
7	ДСТУ ISO 1442:2005	ДСТУ ISO 937:2005	ДСТУ ISO 1443:2005	ДСТУ ISO 1841-1:2004	ГСТУ 46.070-2003
8	ДСТУ ISO 1442:2005, ГОСТ 9893-74	ДСТУ ISO 937:2005, ГОСТ 25011-81	ДСТУ ISO 1443:2005, ДСТУ 8380:2015	ДСТУ ISO 1841-1:2004	
9	ДСТУ ISO 1442:2005	ДСТУ ISO 937:2005	ДСТУ ISO 1443:2005	ДСТУ ISO 1841-1:2004	ГСТУ 46.070-2003
10	ДСТУ ISO 1442:2005			ДСТУ ISO 1841-1:2004	
11	ГОСТ 9793-74; ДСТУ ISO 1442:2005	ГОСТ 25011-81; ДСТУ ISO 937:2005	ДСТУ 8380:2015; ДСТУ ISO 1443:2005	ДСТУ ISO 1841-1:2004	
12	ДСТУ ISO 1442:2005	ДСТУ ISO 937:2005	ДСТУ ISO 1443:2005	ДСТУ ISO 1841-1:2004	ГСТУ 46.070-2003

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