



**ПЕРЕВІРКА КВАЛІФІКАЦІЇ РТ.УА.2.10.2019
КОРМИ, КОМБІКОРМИ, КОМБІКОРМОВА
СИРОВИНА (МІКРОЕЛЕМЕНТИ)
ЗВІТ З ПЕРЕВІРКИ КВАЛІФІКАЦІЇ –
РАУНД 1 ЛИСТОПАД 2019**

Звіт підготував:	Володимир Новіков
Дата:	21.11.2019
Контакти:	vovan.novikov@gmail.com

Звіт затвердив:	Наталія Божко
Дата:	21.11.2019
Контакти:	smetrology@gmail.com
Статус:	Остаточний

Київ-2019

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
5. ЗВЕДЕНІ ДАНІ.....	6
6. РЕЗУЛЬТАТИ ВИПРОБУВАНЬ ЛАБОРАТОРІЙ	7
7. Z-ІНДЕКСИ	7
8. ГРАФІКИ РОЗПОДІЛІВ Z-ІНДЕКСІВ ТА ГРАФІКИ РЕЗУЛЬТАТІВ.....	8
8.1. Цинк (Zn), мг/кг	8
8.2. Залізо (Fe), мг/кг	9
8.3. Свинець (Pb), мг/кг	10
8.4. Кадмій (Cd), мг/кг	11
8.5. Мідь (Cu), мг/кг	12
9. ДОВІДКОВА ІНФОРМАЦІЯ.....	13
9.1. Методи	13
9.2. Інструментальний метод аналізу.....	13
9.3. Спосіб розкладання зразків	14
10. НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ	15

2. РЕЗЮМЕ

2.1. Метою перевірки кваліфікації в випробуванні мікроелементів в комбікормах є визначення характеристик функціонування (як наведено в ДСТУ EN ISO/IEC 17043:2017[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. Дана програма перевірки кваліфікації являє собою паралельну програму згідно з розділом А.3 додатку А ДСТУ EN ISO/IEC 17043[1].

2.3. Цей звіт з перевірки кваліфікації РТ.UA.2.10.2019 РАУНД 1, що відбувся в жовтні-листопаді 2019 є остаточним. Звіт складений згідно вимог ДСТУ EN ISO/IEC 17043[1] та Програми РТ.UA.2.10.2019 РАУНД 1. Звіт оформлений двома мовами – українською та англійською. Англійська версія цього звіту має розглядатися як основна. 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 Звіті добровільно, на підставі наведених даних не робилися висновки з приводу оцінки результату Учасника.

3. ЗАГАЛЬНІ ПОЛОЖЕННЯ ЩОДО ПЕРЕВІРКИ КВАЛІФІКАЦІЇ

3.1. СИСТЕМА УПРАВЛІННЯ ЯКІСТЮ

3.1.1. Функціонуюча система якості ТОВ «Метролоджі сервіс» (далі – Провайдер) відповідає вимогам ДСТУ EN ISO/IEC 17043[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 РТ.UA.2.10.2019 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 [2-7]. 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 відправлені 11.11.2019 згідно графіку проведення Програми перевірки кваліфікації РТ.UA.2.10.2019 РАУНД 1.

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

3.3.3. Всього 11 учасників із двох країн 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 залишились після закінчення раунду, є доступними для продажу, як сертифікований референтний матеріал (CRM) з сертифікатом якості та невизначеністю. За детальною інформацією звертайтеся до Провайдера.

3.5. 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 згідно:

- характеристичного рівняння Гурвіца (якщо застосовно);
- стандартного відхилення міжлабораторних експериментів, що наведені в методі (якщо застосовно);
- стандартного відхилення попередніх раундів перевірок кваліфікації;
- 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 в переліченому вище пріоритеті, якщо характеристичне рівняння Гурвіца можна обчислити.

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]. Провайдер радить впроваджувати коригувальні дії при $|z| \geq 3$ та запобіжні дії при $2 < |z| \leq 3$.

3.5.5. В даному раунді всього 11,76% (6 результатів) всіх результатів визнані незадовільними.

4.5. Дані для всіх показників

	Цинк (Zn), мг/кг	Залізо (Fe), мг/кг	Свинець (Pb), мг/кг	Кадмій (Cd), мг/кг	Мідь (Cu), мг/кг
Homogeneity and stability (Гомогенність та стабільність)					
Cohran's 'C' test (С-тест "Кохрана")					
Critical value (5%,7pairs)=0,7271	0,3460	0,6857	0,30596	0,263053	0,4867
Mean Result	2209,0714	216,9264	0,39919	0,046350	164,5679
Conclusion (Висновок)	PASS	PASS	PASS	PASS	PASS
Analytical variance test (тест аналітичної дисперсії)					
S ² anal	2452,9286	72,7093	0,00014	0,000001	44,9452
Sanal	49,5270	8,5270	0,01184	0,001199	6,7041
S ² sample	6598,571	350,1363	0,00003	0,000004	104,7402
σ _p	278,5880	54,0790	0,07300	0,013000	19,7320
σ _p source	Trial SD	Trial SD	Trial SD	Trial SD	Trial SD
σ ² all	6985,0146	263,2084	0,00048	0,000015	35,0417
Critical value	18176,2186	656,7120	0,00121	0,000034	137,8591
Conclusion (Висновок)	PASS	PASS	PASS	PASS	PASS

5. ЗВЕДЕНІ ДАНІ

	Цинк (Zn), мг/кг	Залізо (Fe), мг/кг	Свинець (Pb), мг/кг	Кадмій (Cd), мг/кг	Мідь (Cu), мг/кг
К-ть результатів	11	10	10	9	11
Кількість z > 3	2	0	2	1	1
Кількість z > 3, %	18,182	0,000	20,000	11,111	9,091
Середнє	2014,128	215,589	0,517	0,051	181,650
Min	81,000	86,500	0,001	0,000	11,000
Max	2936,900	301,000	2,190	0,290	243,600
SD (Стандартне відхилення)	785,240	67,255	0,738	0,091	60,223
Median (Медіана)	2085,010	231,000	0,187	0,020	192,600
Robust mean (Робастне середнє)	2250,826	222,734	0,188	0,024	197,319
Robust SD (Робастне SD)	278,588	54,079	0,073	0,013	15,400
SD з методу (з міжлаб. експ.)	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
SD з рівняння Гурвіца	112,679	15,793	0,039	0,005	14,249
Цільове SD (Відхилення ПК)	278,588	54,079	0,073	0,013	19,732
Джерело цільового SD	Trial SD	Trial SD	Trial SD	Trial SD	Trial SD

6. РЕЗУЛЬТАТИ ВИПРОБУВАНЬ ЛАБОРАТОРІЙ

Номер лабораторії	Цинк (Zn), мг/кг	Залізо (Fe), мг/кг	Свинець (Pb), мг/кг	Кадмій (Cd), мг/кг	Мідь (Cu), мг/кг
1	1985,00		1,560	0,007	212,50
2	2350,00	260,00			178,00
3	1130,90	282,97	0,149	0,029	213,93
4	2530,27	204,45	0,268	0,016	204,30
6	2398,00	226,00	0,399	0,046	165,00
7	2523,33	190,26	2,190	0,290	192,04
8	2070,00	236,00	0,182		187,90
9	2065,00	243,50	0,191	0,020	192,60
10	2085,01	125,21	0,089	0,036	197,28
11	81,0	86,5	0,14	0,014	11,0
12	2936,90	301,00	<0,001	<0,0001	243,60

7. Z-ІНДЕКСИ

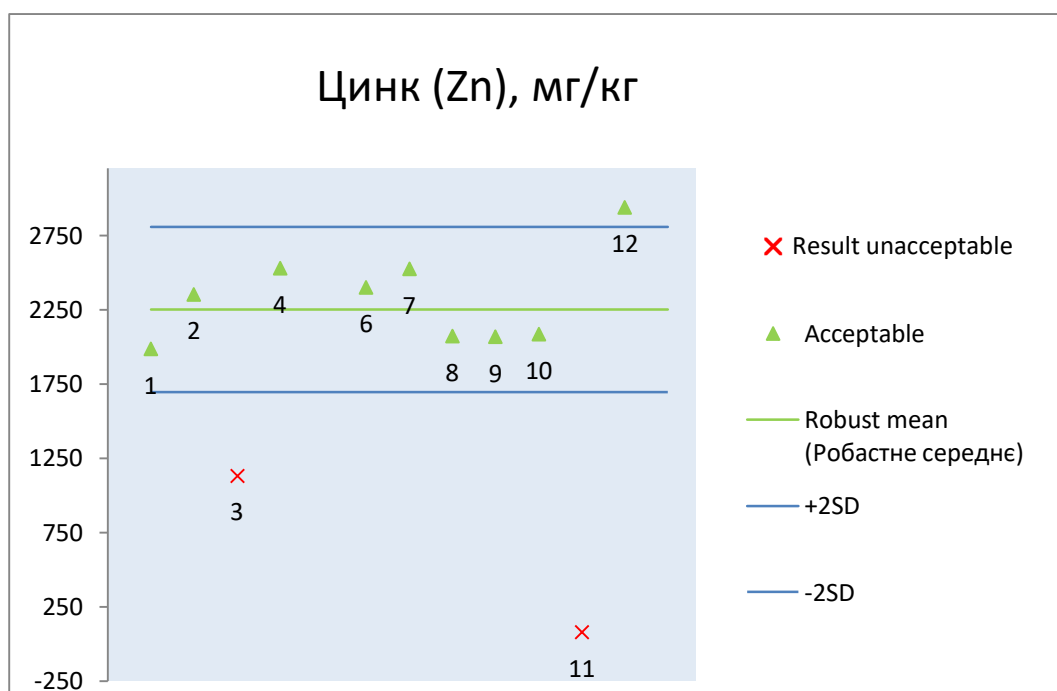
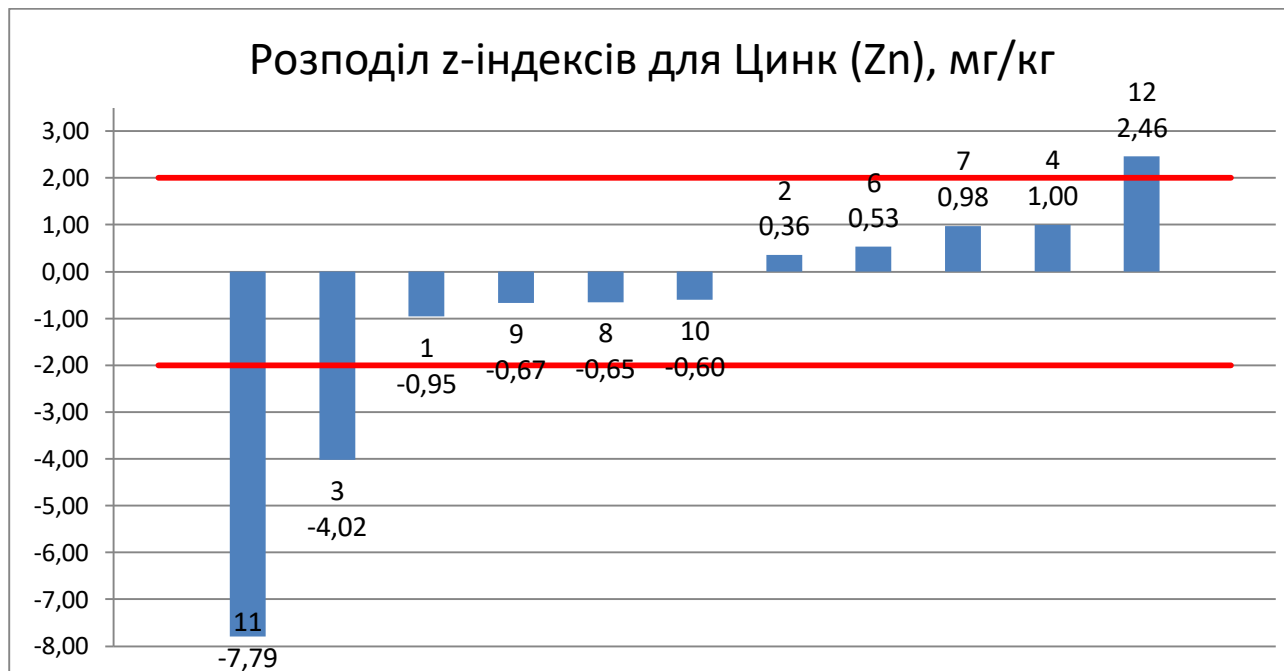
Номер лабораторії	Цинк (Zn), мг/кг	Залізо (Fe), мг/кг	Свинець (Pb), мг/кг	Кадмій (Cd), мг/кг	Мідь (Cu), мг/кг
1	-0,95		18,72	-1,26	0,77
2	0,36	0,69			-0,98
3	-4,02	1,11	-0,53	0,45	0,84
4	1,00	-0,34	1,09	-0,63	0,35
6	0,53	0,06	2,88	1,74	-1,64
7	0,98	-0,60	27,32	20,69	-0,27
8	-0,65	0,25	-0,08		-0,48
9	-0,67	0,38	0,04	-0,28	-0,24
10	-0,60	-1,80	-1,35	0,96	0,00
11	-7,79	-2,52	-0,66	-0,75	-9,44
12	2,46	1,45	-2,55	-1,82	2,35

Примітка.

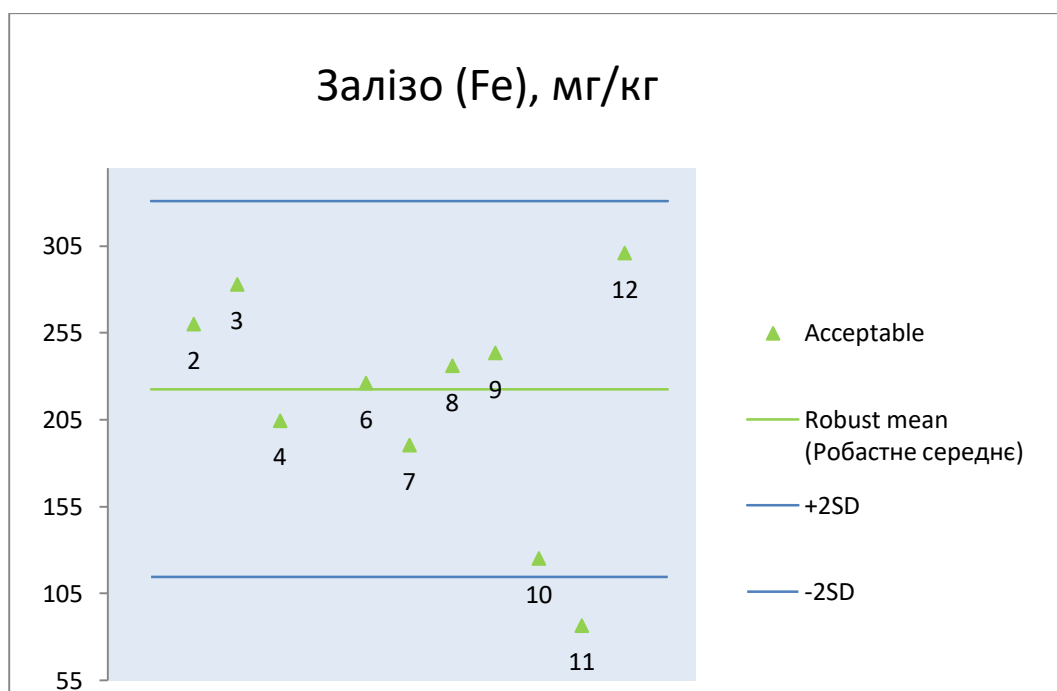
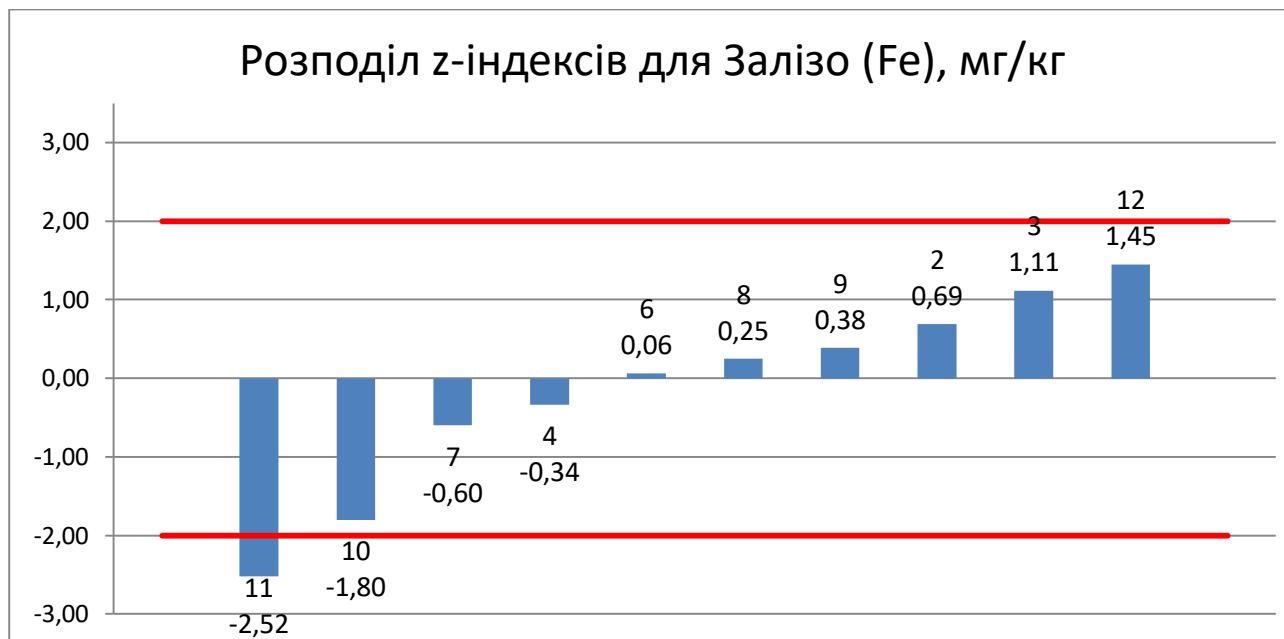
- 1. Зеленим в таблиці позначені результати, які Провайдер вважає задовільними.
- 2. Червоним в таблиці позначені результати, які Провайдер вважає незадовільними.
- 3. Результати, які вважаються сумнівними, позначені в таблиці жовтим.
- 4. Пусте поле – результат був наданий лабораторією як «не досліджувався».

8. ГРАФІКИ РОЗПОДІЛІВ Z-ІНДЕКСІВ ТА ГРАФІКИ РЕЗУЛЬТАТІВ.

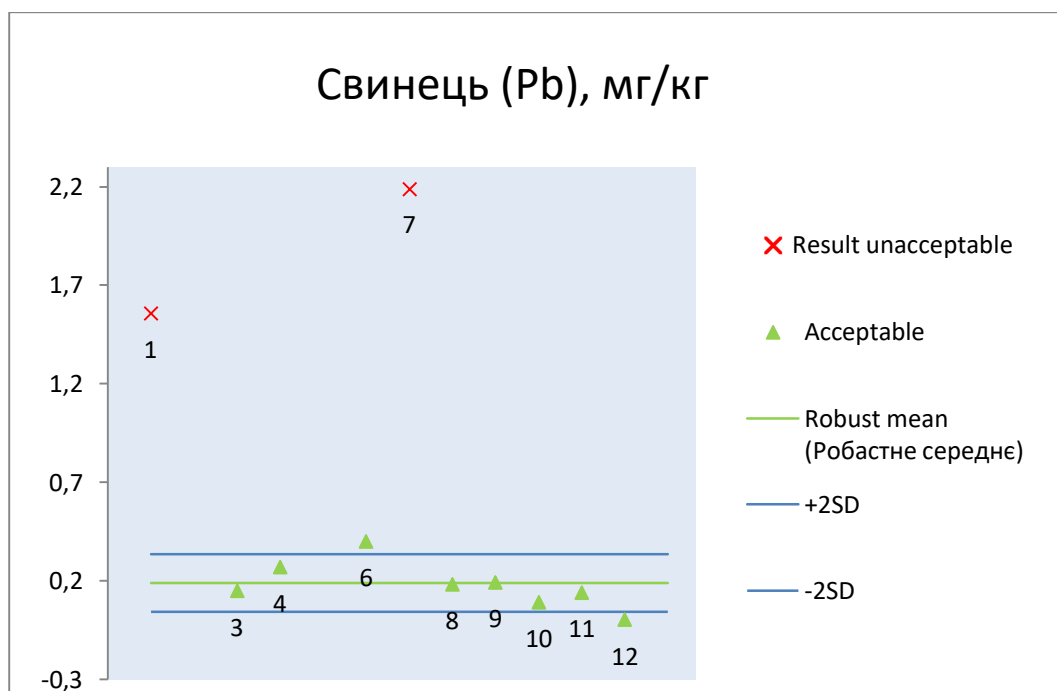
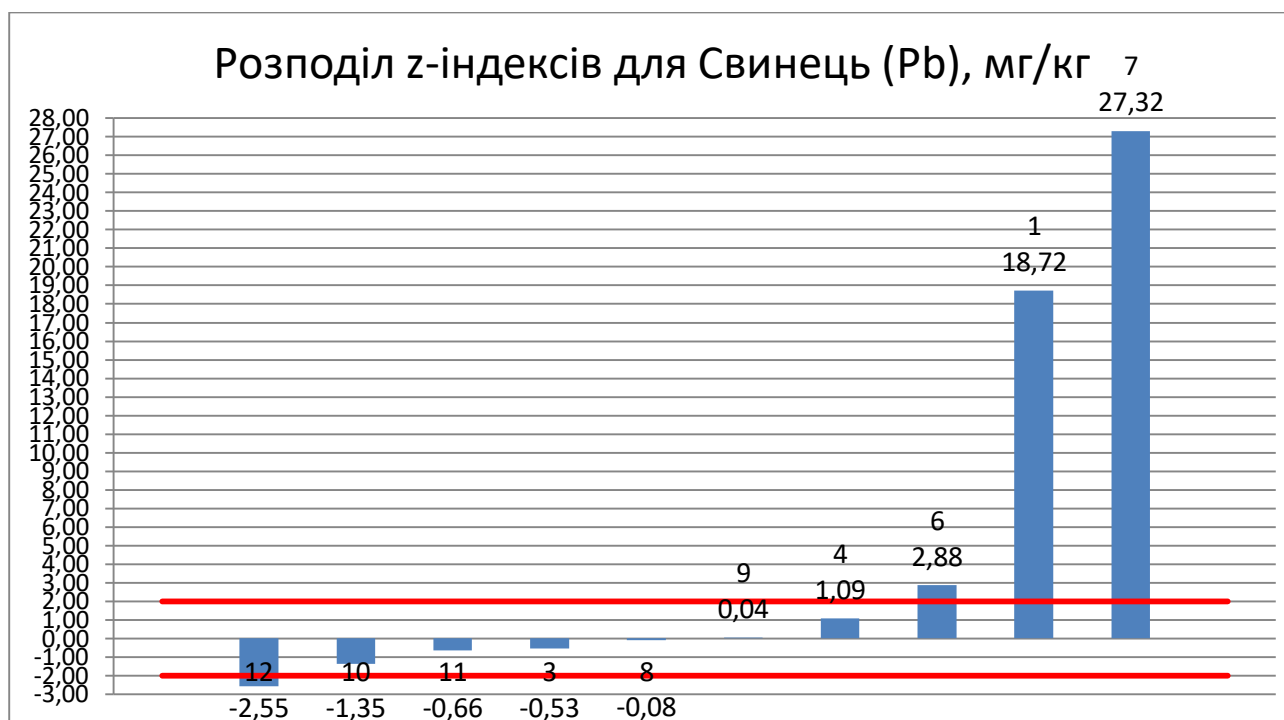
8.1. Цинк (Zn), мг/кг



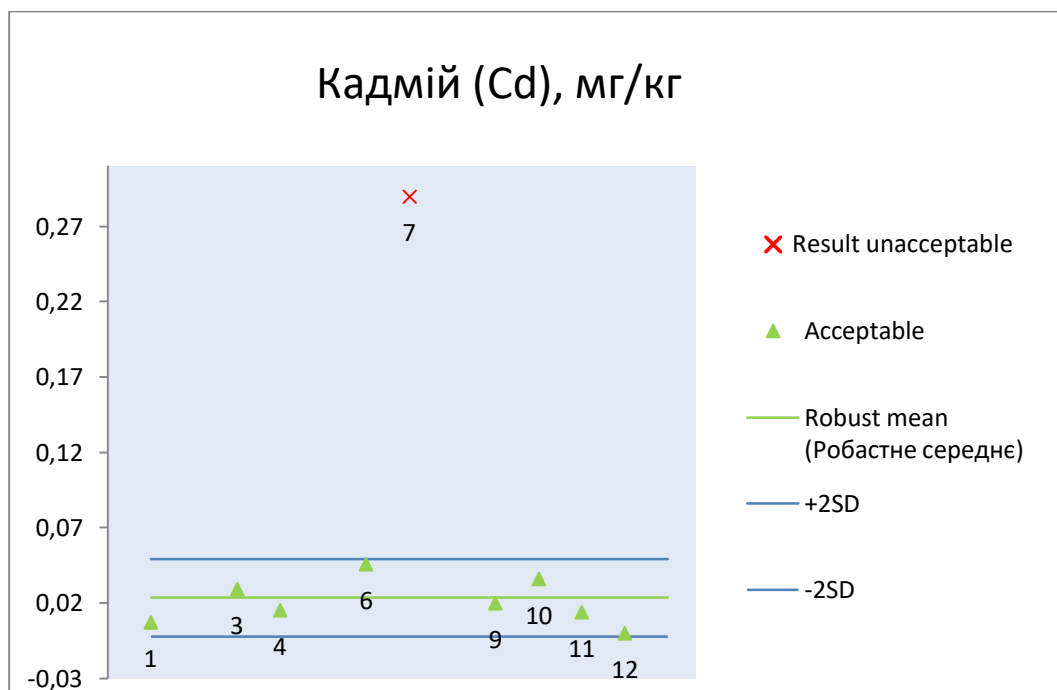
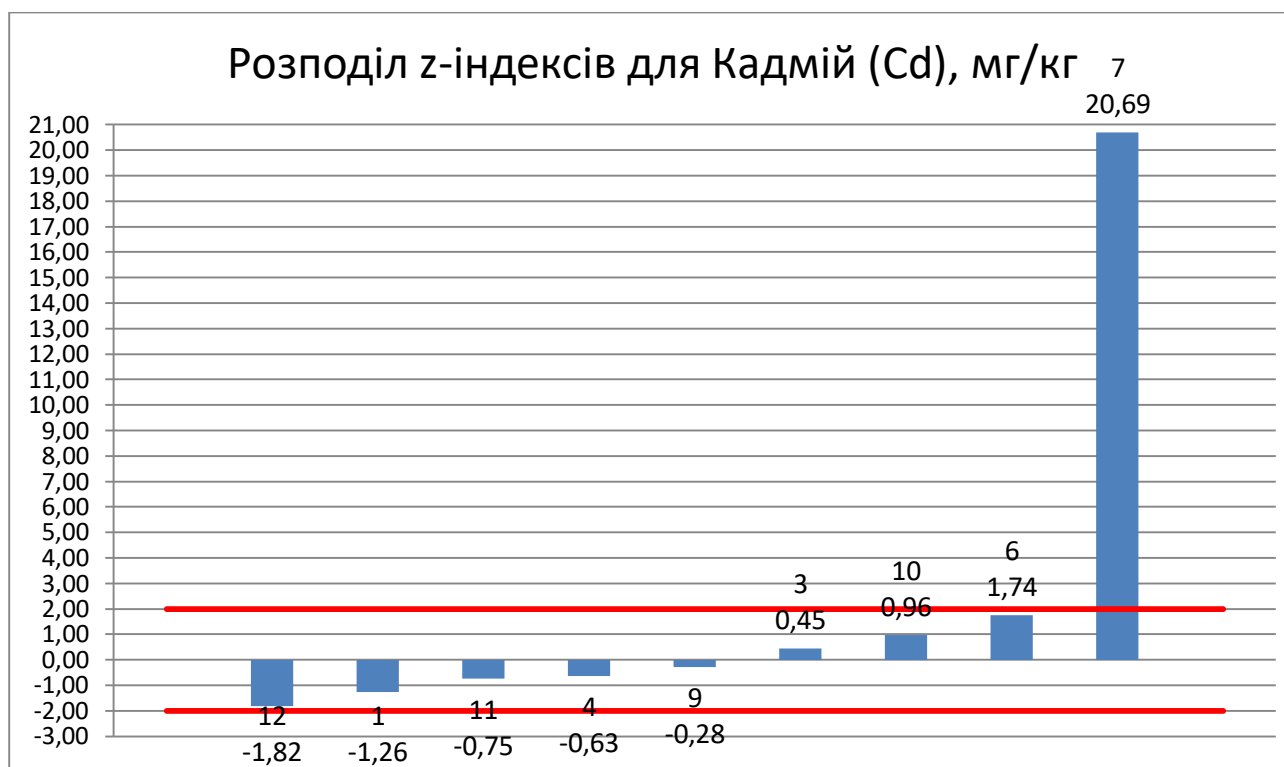
8.2. Залізо (Fe), мг/кг



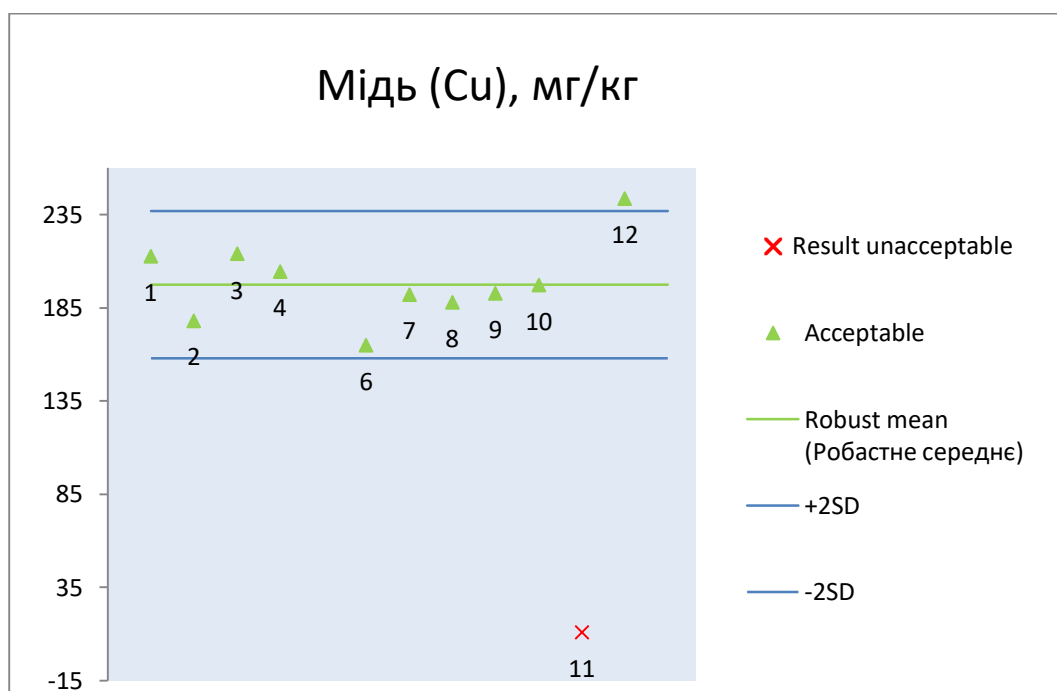
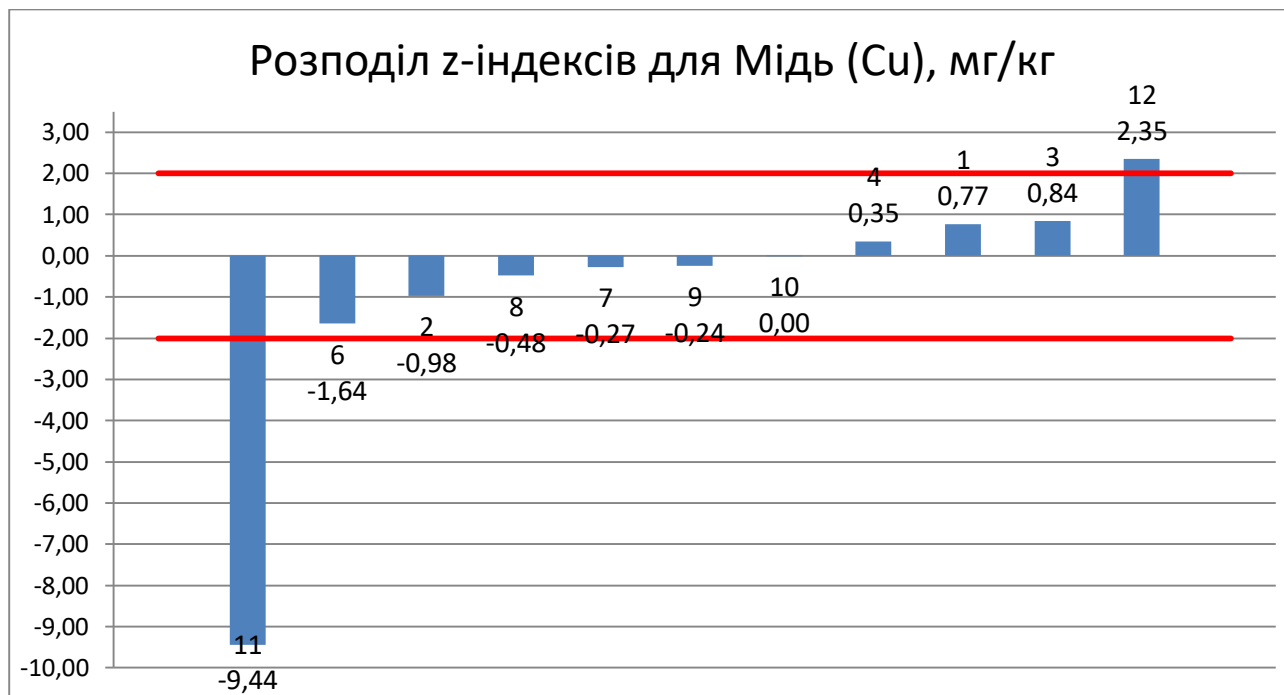
8.3. Свинець (Pb), мг/кг



8.4. Кадмій (Cd), мг/кг



8.5. Мідь (Cu), мг/кг



9. ДОВІДКОВА ІНФОРМАЦІЯ

9.1. Методи

Номер лабораторії	Цинк (Zn), мг/кг	Залізо (Fe), мг/кг	Свинець (Pb), мг/кг	Кадмій (Cd), мг/кг	Мідь (Cu), мг/кг
1	MBB 081-12/04-98		MBB 081-12/04-98		
2	ДСТУ 8123:2015/ИСО 6869:200				ДСТУ 8123:2015/ИСО 6869:200
3	ГОСТ 30178-96		ПВ ВЛ -5.4/06		ГОСТ 30178-96
4	EN 14084:2003		EN 15550:2017		EN 14084:2003
6	ПВ.БЛС 7.2-04/09				
7	ДСТУ 8123:2015		ГОСТ 30178-96/ДСТУ 7670:2014		ДСТУ 8123:2015
8	DIN EN 15621:2017		DIN EN 14083:2003		DIN EN 15621:2017
9	ПВ. ЧРДЛ ДПСС 7.2-92				
10	MBB № 01-15				
11	GOST 33824-2016	GOST 30178-96	GOST 33824-2016		
12	МВ-ВЛ/ТЕ-5.8-01/ДСТУ ISO 11885:2005				

9.2. Інструментальний метод аналізу

Номер лабораторії	Цинк (Zn), мг/кг	Залізо (Fe), мг/кг	Свинець (Pb), мг/кг	Кадмій (Cd), мг/кг	Мідь (Cu), мг/кг
1	Метод інверсійної вольтамперометрії		Метод інверсійної вольтамперометрії		
2	Полуменева атомно-абсорбційна спектрометрія Flame - AAS				Полуменева атомно-абсорбційна спектрометрія Flame - AAS
3	Полуменева атомно-абсорбційна спектрометрія Flame - AAS		Атомно-абсорбційна спектрометрія з електротермічною атомізацією (AAS-ETA)		Полуменева атомно-абсорбційна спектрометрія Flame - AAS
4	Полуменева атомно-абсорбційна спектрометрія Flame - AAS		Атомно-абсорбційна спектрометрія з електротермічною атомізацією (AAS-ETA)		Полуменева атомно-абсорбційна спектрометрія Flame - AAS
6	Атомно-емісійна спектрометрія з індуктивно зв'язаною плазмою (ICP-OAES)				
7	Полуменева атомно-абсорбційна спектрометрія Flame - AAS				
8	Атомно-емісійна спектрометрія з індуктивно зв'язаною плазмою (ICP-OAES)		Атомно-абсорбційна спектрометрія з електротермічною атомізацією (AAS-ETA)		Атомно-емісійна спектрометрія з індуктивно зв'язаною плазмою (ICP-OAES)
9	АЕС-ІЗП				
10	Атомно-емісійна спектрометрія з індуктивно зв'язаною плазмою (ICP-OAES)				
11	Voltamperometria	AAS	Voltamperometria		
12	Оптико-емісійний спектрометр з індуктивно зв'язаною плазмою (ICP-OES) (PerkenElmer Avio 500)				

9.3. Спосіб розкладання зразків

Номер лабораторії	Спосіб розкладання зразків
1	ДСТУ 7670:2014 Сировина і продукти харчові. Готування проб. Мінералізація для визначення вмісту токсичних елементів.
2	Сухе озолання в муфелі при 550 С. 4-5 годин. Потім оброблення соляною кислотою.
3	Мікрохвильовий метод мінералізації
4	Мокрое озоление
6	Розкладання у мікрохвильовій печі під тиском
7	Суша мінералізація
8	Мікрохвильове перетравлення згідно DIN EN 13805:2014
9	Метод мікрохвильової мінералізації
10	Кислотна мінералізація
11	Wet ashing
12	DIN EN 13805-2014 (Система мікрохвильового розкладання зразків MARS-6)

10. НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

1. ДСТУ EN ISO/IEC 17043:2017 Оцінка відповідності. Загальні вимоги до перевірки професійного рівня.
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. ДСТУ ISO/IEC 13528:2016 Статистичні методи для застосування під час перевірки професійного рівня за допомогою міжлабораторних порівнянь.
6. ISO Guide 35:2017 Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.
7. ILAC Discussion Paper on Homogeneity and Stability Testing, April 2008.