



Божко Наталія
"05" березня 2021р.

ПЕРЕВІРКА КВАЛІФІКАЦІЇ РТ.UA.4.1.2017
ФІЗИКО-ХІМІЧНІ ПОКАЗНИКИ СТІЧНОЇ ВОДИ
ЗВІТ З ПЕРЕВІРКИ КВАЛІФІКАЦІЇ –
РАУНД 5 ЛЮТИЙ 2021

Звіт підготував:	Володимир Новіков
Дата:	05.03.2021
Контакти:	vovan.novikov@gmail.com
Звіт затвердив:	Наталія Божко
Дата:	05.03.2021
Контакти:	smetrology@gmail.com
Статус:	Остаточний

Київ-2021

ЗМІСТ

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.....	4
5. ЗВЕДЕНІ ДАНІ.....	6
6. РЕЗУЛЬТАТИ ВИПРОБУВАНЬ ЛАБОРАТОРІЙ.....	7
7. Z-ІНДЕКСИ.....	7
8. ГРАФІКИ РОЗПОДІЛІВ Z-ІНДЕКСІВ ТА ГРАФІКИ РЕЗУЛЬТАТІВ.	8
8.1. Нітрити, мг/дм ³	8
8.2. Нітрати, мг/дм ³	9
8.3. Сульфати, мг/дм ³	10
8.4. Фосфати, мг/дм ³	11
8.5. Сухий залишок, мг/дм ³	12
9. ЗАЗНАЧЕНІ УЧАСНИКАМИ МЕТОДИ (ДОВІДКОВО)	13
10. НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ	14

2. РЕЗЮМЕ

2.1. Метою перевірки кваліфікації по визначенню фізико-хімічних показників стічної води 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 A.3 додатку А ДСТУ EN ISO/IEC 17043[1] та зареєстрована в міжнародній інформаційній системі EPTIS.

2.3. Цей звіт з перевірки кваліфікації PT.UA.4.1.2017 Раунд 5, що відбувся в лютому 2021 року є остаточним. Звіт складений згідно вимог ДСТУ EN ISO/IEC 17043[1] та Програми PT.UA.4.1.2017 Раунд 5. Звіт оформлений українською мовою та може бути знайдений в мережі Інтернет за адресою <http://www.metrologyservice.com.ua>

2.4. 18 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 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 PT.UA.4.1.2017 Раунд 5. 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 – **вода стічна** були відправлені 09.02.2021р. згідно графіку проведення Програми перевірки кваліфікації РТ.УА.4.1.2017 Раунд 5.

3.3.2. Кожен виготовлений та ідентифікований зразок був герметично упакований у PET-пляшку.

3.3.3. Всього 18 учасників з різних регіонів України отримали по одному зразку кожен. 18 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.

3.5. 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 $2 < |z| \leq 3$. Якщо $|z| \geq 3$, результати розглядаються як незадовільні. Розрахунки були зроблені згідно [1,3,5]. Провайдер радить впроваджувати коригувальні дії при $|z| \geq 3$ та запобіжні дії при $2 < |z| \leq 3$.

3.5.6. В даному раунді 2,4% (2 результата) від всіх результатів визнані незадовільними. В раунді 4 незадовільних результатів було 5% (4 результата).

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

4.5. Дані для всіх показників

	Нітрити, мг/дм ³	Нітрати, мг/дм ³	Сульфати, мг/дм ³	Фосфати, мг/дм ³	Сухий залишок, мг/дм ³
Homogeneity and stability(Гомогенність та стабільність)					
Cohran's 'C' test(С-тест "Кохрана")					
Critical value(5%,7pairs)=0,7271	0,3728	0,3380	0,6876	0,4932	0,7016
Mean Result	9,2564	54,9571	60,8271	9,6493	690,2571
Conclusion(Висновок)	PASS	PASS	PASS	PASS	PASS
Analytical variance test(тест аналітичної дисперсії)					
S ² anal	0,0110	0,2557	5,0904	0,0130	13429,1543
S _{anal}	0,1051	0,5057	2,2562	0,1142	115,8842
S ² sample	0,0119	2,0025	9,6806	0,0195	0
σ _p	0,7010	5,7710	8,5650	1,3990	52,0000
σ _p source	Trial SD	Trial SD	Trial SD	Trial SD	Trial SD
σ ² all	0,0442	2,9974	6,6023	0,1761	243,3600
Critical value	0,1087	6,6602	21,1441	0,3886	19714,7466
Conclusion(Висновок)	PASS	PASS	PASS	PASS	PASS

5. ЗВЕДЕНІ ДАНІ

	Нітрити, мг/дм ³	Нітрати, мг/дм ³	Сульфати, мг/дм ³	Фосфати, мг/дм ³	Сухий залишок, мг/дм ³
К-ть результатів	16	16	17	16	18
Кількість z > 3	1	1	0	0	0
Кількість z > 3, %	6,250	6,250	0,000	0,000	0,000
Середнє	10,594	60,585	63,052	11,398	626,944
Min	8,500	49,970	39,200	8,150	562,000
Max	11,850	80,100	78,630	13,200	667,000
SD(Стандартне відхилення)	0,876	6,777	10,527	1,302	24,267
Median (Медіана)	10,650	59,500	62,120	11,535	629,500
Robust mean (Робастне середнє)	10,644	59,417	63,933	11,581	628,312
Robust SD (Робастне SD)	0,701	2,905	8,450	0,768	16,630
SD з рівняння Гурвіца	1,193	5,140	5,470	1,281	38,114
Цільове SD (відхилення ПК)	0,701	5,771	8,565	1,399	52,000
Source of target SD	Trial SD	Trial SD	Trial SD	Trial SD	Trial SD

6. РЕЗУЛЬТАТИ ВИПРОБУВАНЬ ЛАБОРАТОРІЙ

Номер лабораторії	Нітрити, мг/дм³	Нітрати, мг/дм³	Сульфати, мг/дм³	Фосфати, мг/дм³	Сухий залишок, мг/дм³
1	11,84	60,21	71,61	11,51	619
2	11,22	62,08	70,05	10,70	631,00
3	11,00	80,10	39,20	11,50	640,00
4	11,85	57,34	69,67	11,56	624
5	10,94	58,79	61,48	10,85	628,00
6	10,04	57,66	58,33	12,68	648,00
7	10,458±0,712	56,11±1,04	48,98±1,16	12,95±1,02	601,0±8,9
8			67,00	11,80	635,00
9	8,50	55,80	48,60	12,40	562,00
10	10,84	60,8	61,12	11,57	633,00
11	11,5	70,0	57,0	13,2	640,0
12	9,6	49,97	78,63	8,15	643
13					667,00
14	10,6	59,1	60,7	11,1	625
15	9,62	56,50	62,12	9,10	661,00
16	10,60	65,00	73,60	11,80	601,00
17	10,7	60,0	76	11,5	607
19	10,20	59,90	67,80		620,00

7. Z-ІНДЕКСИ

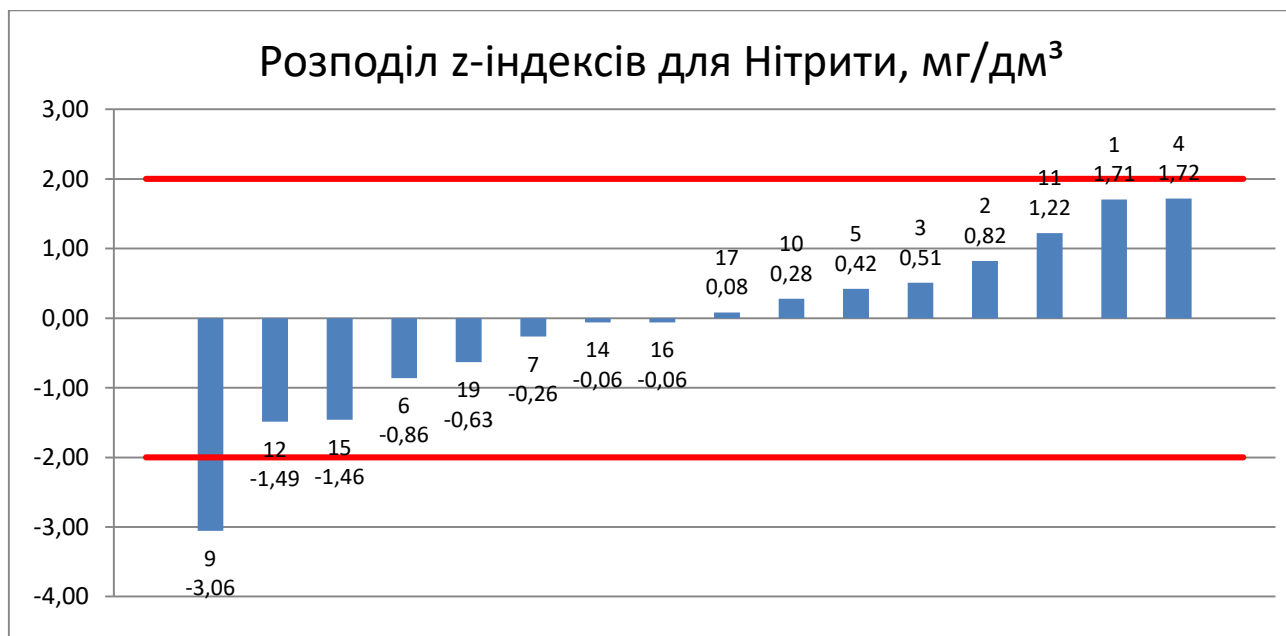
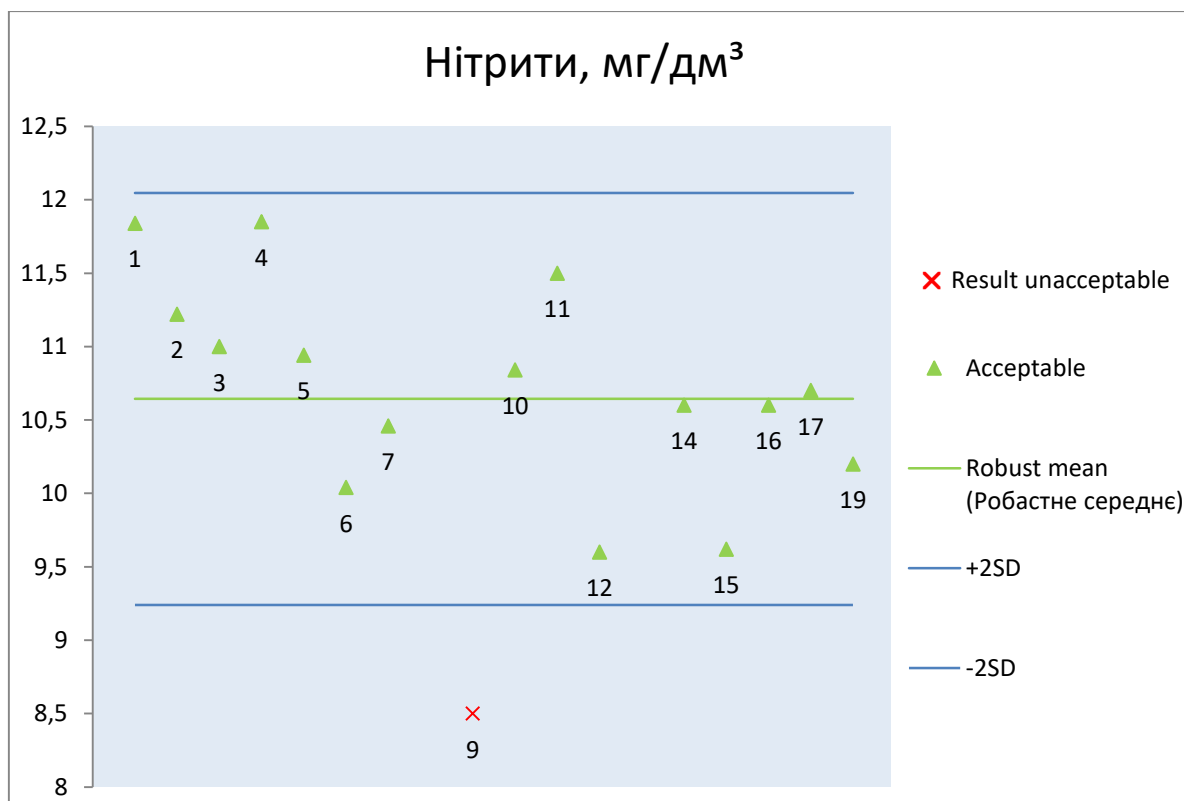
Номер лабораторії	Нітрити, мг/дм³	Нітрати, мг/дм³	Сульфати, мг/дм³	Фосфати, мг/дм³	Сухий залишок, мг/дм³
1	1,71	0,14	0,90	-0,05	-0,18
2	0,82	0,46	0,71	-0,63	0,05
3	0,51	3,58	-2,89	-0,06	0,22
4	1,72	-0,36	0,67	-0,01	-0,08
5	0,42	-0,11	-0,29	-0,52	-0,01
6	-0,86	-0,30	-0,65	0,79	0,38
7	-0,26	-0,57	-1,75	0,98	-0,53
8			0,36	0,16	0,13
9	-3,06	-0,63	-1,79	0,59	-1,28
10	0,28	0,24	-0,33	-0,01	0,09
11	1,22	1,83	-0,81	1,16	0,22
12	-1,49	-1,64	1,72	-2,45	0,28
13					0,74
14	-0,06	-0,05	-0,38	-0,34	-0,06
15	-1,46	-0,51	-0,21	-1,77	0,63
16	-0,06	0,97	1,13	0,16	-0,53
17	0,08	0,10	1,41	-0,06	-0,41
19	-0,63	0,08	0,45		-0,16

Примітка.

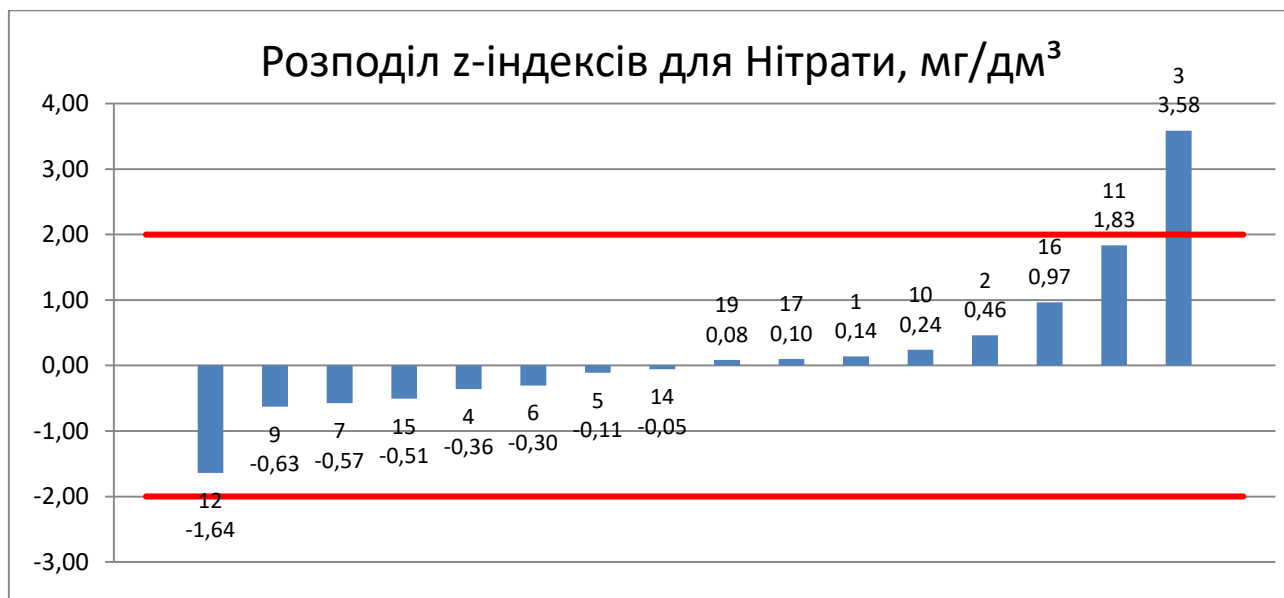
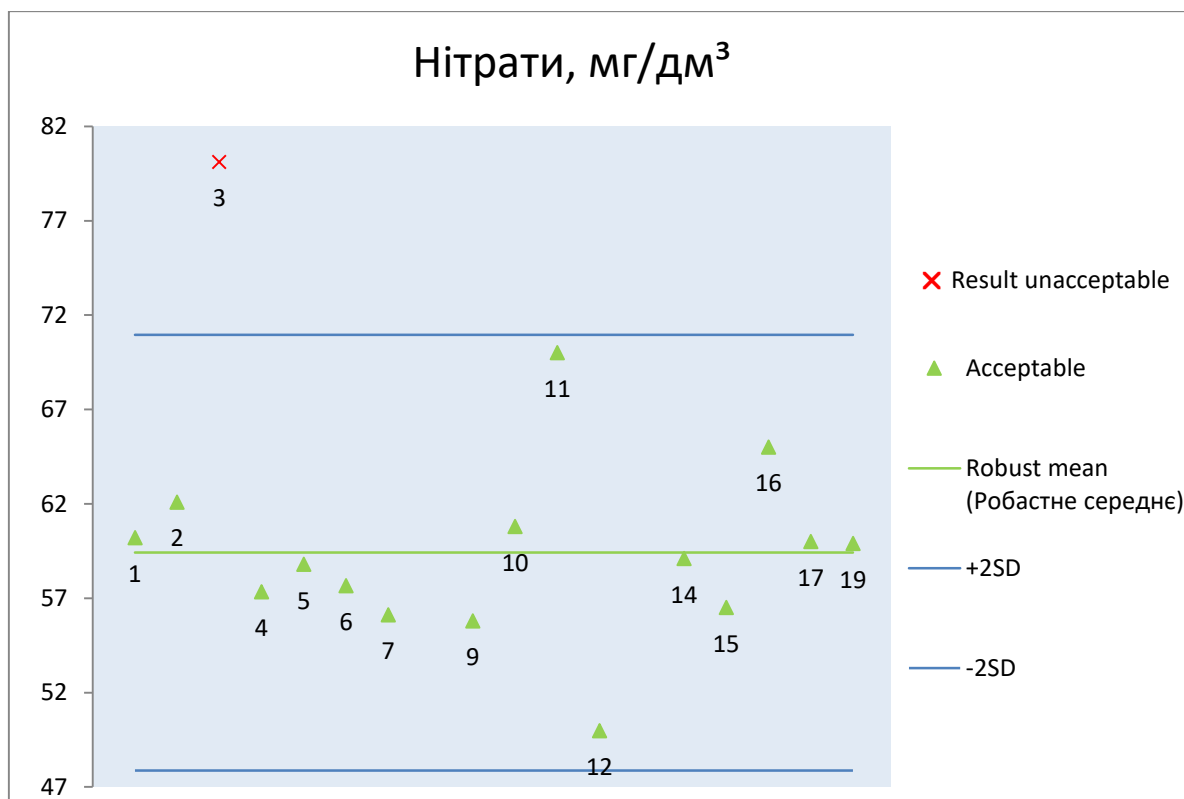
1. Зеленим в таблиці позначені результати, які Провайдер вважає задовільними.
2. Червоним в таблиці позначені результати, які Провайдер вважає незадовільними.
3. Результати, які вважаються сумнівними, позначені в таблиці жовтим.
4. Пусте поле – Учасник не надав результату по даному показнику, Провайдер оцінювання не проводив.

8. ГРАФІКИ РОЗПОДІЛІВ Z-ІНДЕКСІВ ТА ГРАФІКИ РЕЗУЛЬТАТІВ.

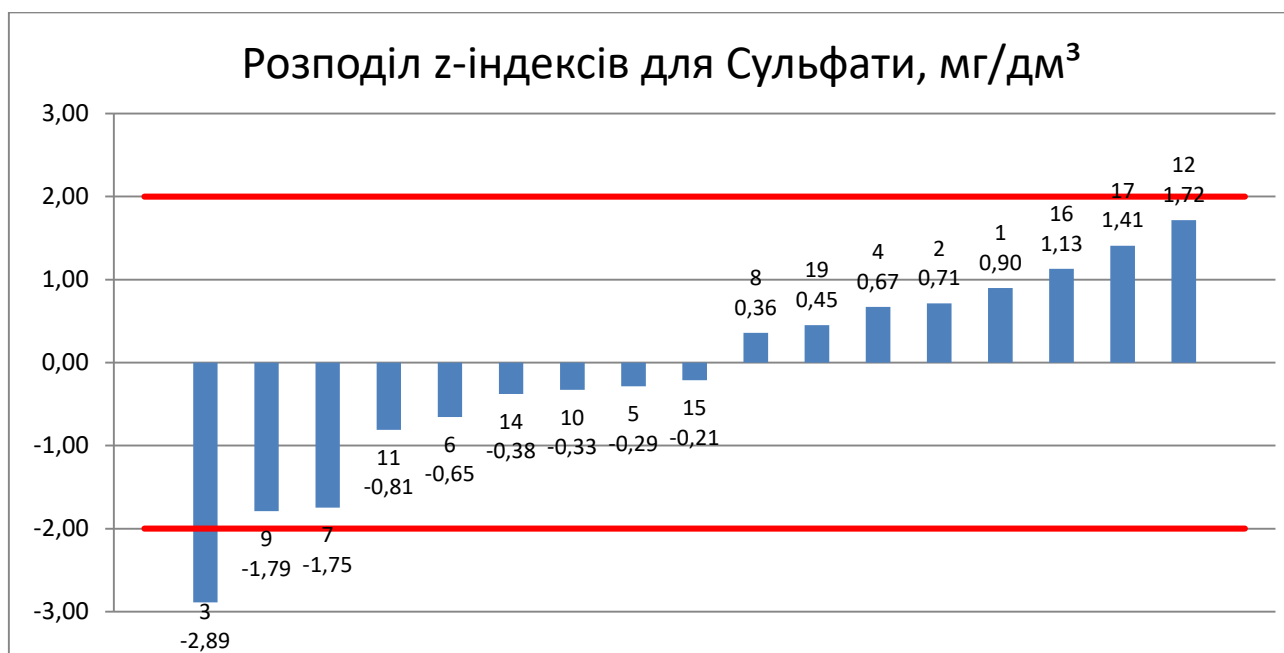
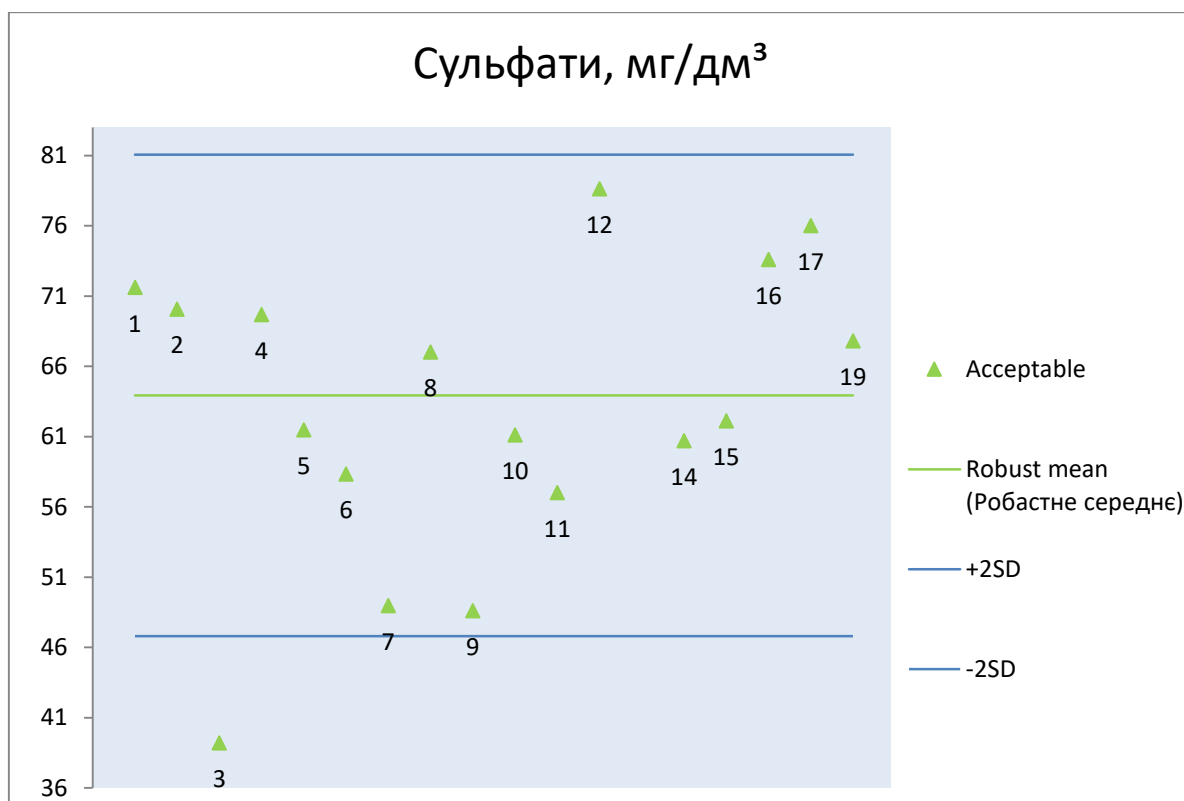
8.1. Нітрити, мг/дм³



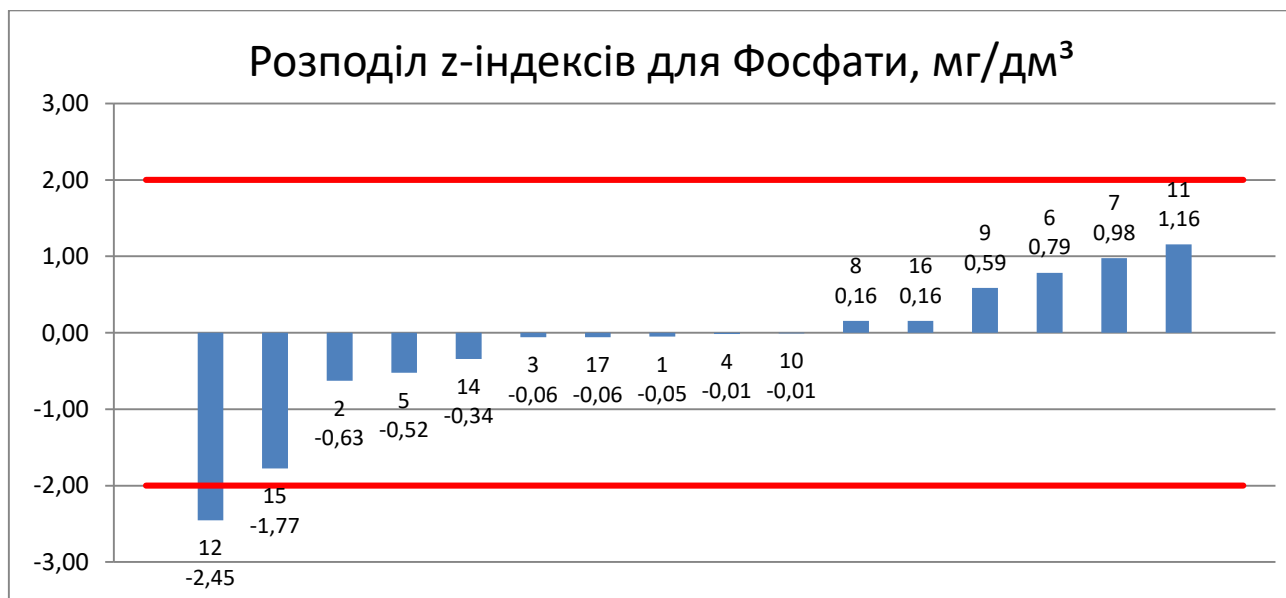
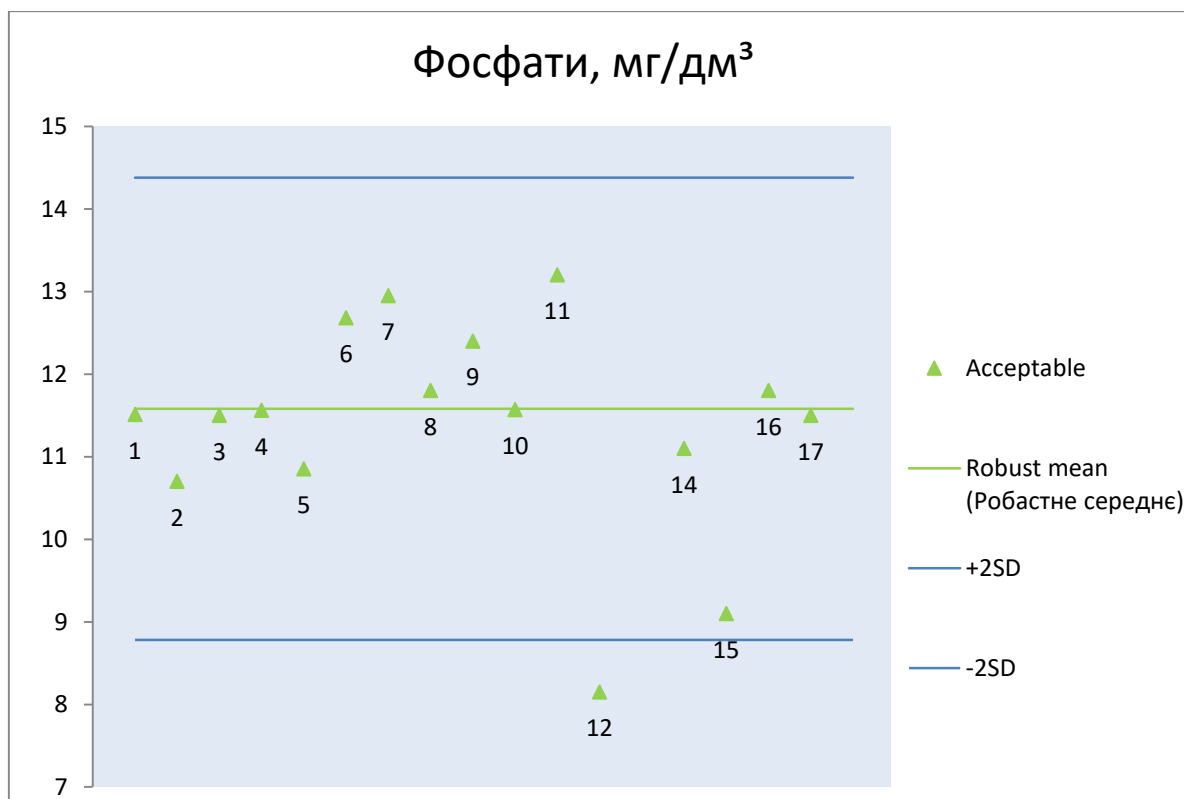
8.2. Нітрати, мг/дм³



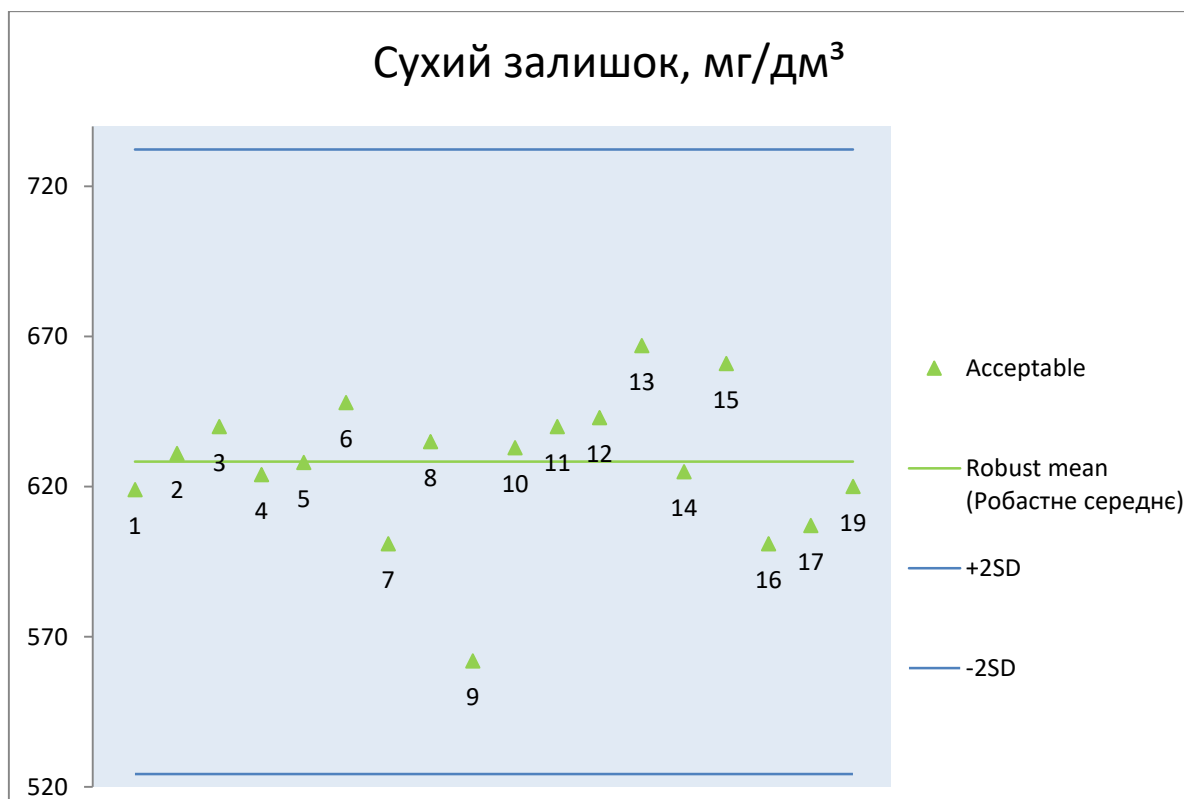
8.3. Сульфати, мг/дм³



8.4. Фосфати, мг/дм³



8.5. Сухий залишок, мг/дм³



9. ЗАЗНАЧЕНІ УЧАСНИКАМИ МЕТОДИ (ДОВІДКОВО)

Номер лабораторії	Нітриди, мг/дм³	Нітрати, мг/дм³	Сульфати, мг/дм³	Фосфати, мг/дм³	Сухий залишок, мг/дм³
1	КНД 211.1.4.023-95	МВВ №081/12-0651-09	КНД 211.1.4.026-95	МВВ № 081/12-0005-01	МВВ №081/12-0109-03
2	КНД 211.1.4.023-95	МВВ 081/12-0651-09	КНД 211.1.4.026-95	МВВ 081/12-0005-01	МВВ 081/12-0109-03
3	грісса	кнд 211.1.4.027-95	осадження в кислому середовищі хлоридом барію	спектрофотометрично з молібдатом	випарювання
4	"Методика фотометричного визначення нітриг-іонів з реактивом Гріса в поверхневих та очищених стічних водах" КНД 211.1.4.023-95	"Води зворотні, поверхневі, підземні. Методика виконання вимірювань масової концентрації нітрат-іонів фотоколориметричним методом" МВВ №081/12-0651-09	"Поверхневі, підземні та зворотні води. Методика виконання вимірювань масової концентрації сульфатів титриметричним методом" КНД 211.1.4.026-95	"Поверхневі та очищені стічні води. Методика виконання вимірювань масової концентрації розчинених ортофосфатів фотометричним методом" МВВ №081/12-0005-01	"Поверхневі, підземні та зворотні води. Методика визначення масової концентрації сухого залишку (розчинених речовин) гравіметричним методом" МВВ №081/12-0109-03
5	КНД 211.1.4.023-95	МВВ № 081/12-0651-09	КНД 211.1.4.026-95	МВВ № 081/12-0879-13	МВВ № 081/12-0109-03
6	КНД 211.1.4.023-95	МВВ 081/12-0651-09	МВВ 081/12-0007-01	МВВ 081/12-0005-01	МВВ 081/12-0109-03
7	КНД 211.1.4.023-95	РНД 06-05-2002	МВВ 081/12-0177-05	РНД 09-05-2002	КНД 211.1.4.042-95
8			МВВ 081/12-0177-05 Поверхневі, підземні та зворотні води. Методика виконання вимірювань масової концентрації сульфатів титриметричним методом.	МВВ 081/12-0005-01 Поверхневі та очищені стічні води. Методика виконання вимірювань масової концентрації розчинених ортофосфатів фотометричним методом.	МВВ 081/12-0109-03 Поверхневі, підземні та зворотні води. Методика визначення масової концентрації сухого залишку (розчинених речовин) гравіметричним методом.
9	ГОСТ 33045-2014	ГОСТ 33045-2014	ГОСТ 4389-72	ДСТУ ISO 6878:2008	ГОСТ 18164-72
10	КНД 211.1.4.023-95 Методика фотометричного визначення нітриг-іонів з реактивом Грісса в поверхневих та очищених стічних водах	МВВ №081/12-0651-09 Води зворотні, поверхневі, підземні. Методика виконання вимірювань масової концентрації нітрат-іонів фотоколориметричним методом	МВВ №081/12-0007-01 Поверхневі та очищені стічні води. Методика виконання вимірювань масової концентрації сульфатів гравіметричним методом.	КНД 211.1.4.043-95 Методика фотометричного визначення фосфатів у стічних водах.	МВВ №081/12-0109-03 Поверхневі, підземні та зворотні води. Методика визначення масової концентрації сухого залишку гравіметричним методом.
11	МВВ 081/37-0699-10	МВВ 081/37-0699-10	МВВ 081/37-0700-10	ДСТУ ISO 6878: 2008	ГОСТ 18164-72
12	КНД 211.1.4.023-95 "Методика фотометричного визначення нітриг-іонів з реактивом Грісса в поверхневих та очищених стічних водах"	КНД 211.1.4.027-95 "Методика фотометричного визначення нітратів з саліциловою кислотою в поверхневих та біологічно-очищених водах"	КНД 211.1.4.026-95 "Методика турбідиметричного визначення сульфат-іонів в очищених стічних водах"	МВВ №081/12-0005-01. Поверхневі та очищені стічні води. Методика виконання вимірювань масової концентрації розчинених ортофосфатів фотометричним методом.	МВВ №081/12-0109-03. Поверхневі, підземні та зворотні води. Методика визначення масової концентрації сухого залишку (розчинених речовин) гравіметричним методом.
13					КНД 211.4.042-95
14	КНД 211.1.4.023-95	МВВ 081/12-0651-09	КНД 211.1.4.026-95	МВВ 081/12-0879-13	МВВ 081/12-0109-03
15	Фотометричне вимірювання з реактивом Грісса	РНД 06-05-2002 з саліциловою кислотою	Осадження в кислому середовищі хлоридом барію	Спектрофотометричне визначення з молібдатом в кислому середовищі	Випарювання 250 мл профільтрованої через паперовий фільтр стічної води та висушування остатку при 105 С
16	КНД 211.1.4.023-95	КНД 211.1.4.027-95	КНД 211.1.4.026-95	МВВ081/12-0005-01	кондуктометричний
17	КНД 211.1.4.023-95	КНД 211.1.4.027-95	МВВ 081/12-0007-01	МВВ 081/12-0879-13	МВВ 081/12-0109-03
19	КНД 211.1.4.023-95	МВВ 081/12-0651-09	МВВ 081/12-0177-05		МВВ 081/12-0109-03

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.