

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ВЕТЕРИНАРНОМУ И ФИТОСАНИТАРНОМУ НАДЗОРУ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЦЕНТР ОЦЕНКИ БЕЗОПАСНОСТИ И КАЧЕСТВА ЗЕРНА
И ПРОДУКТОВ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ»

Провайдер межлабораторных сличительных испытаний

Дата внесения сведений в реестр аккредитованных лиц 16 января 2017 г. Аттестат аккредитации № RA.RU.430188
140100, г. Раменское, Московской обл., ул. Нефтегазосъемки, 11/41, тел./факс +7 496 463 09 52, e-mail: msi.fczerma@mail.ru

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Провайдера
ФГБУ «Центр оценки качества зерна»

В.Л.Сухова



«10» декабря 2020 г.

ОТЧЁТ № 3-КК-2020-2
по результатам межлабораторных сравнительных испытаний
образца для контроля ОК-3-КК-2020-2 «Комбикорм».
Объект испытаний: корма, комбикорма: комбикорм на зерновой основе.
(сентябрь – декабрь 2020)

Издание № 1.

ФГБУ «Центр оценки качества зерна»	Лист: 2
Провайдер проверок квалификации посредством МСИ	Листов: 8
Отчёт по результатам МСИ ОК-3-КК-2020-2 (сентябрь – декабрь 2020)	Издание: 1

1. Введение

1.1. Организатор: Федеральное государственное бюджетное учреждение «Федеральный центр оценки безопасности и качества зерна и продуктов его переработки» (ФГБУ «Центр оценки качества зерна»), Провайдер проверок квалификации посредством проведения межлабораторных сравнительных испытаний (Аттестат аккредитации № RA.RU.430188. Дата внесения сведений в реестр аккредитованных лиц 16 января 2017 г.).

1.2. Адрес: 123308 г. Москва, ул. пр-т Маршала Жукова, д. 1.

Телефон/факс: (496)463-09-52; e-mail: msi.fczerma@mail.ru.

1.3. Цель программы проверок квалификации:

Проверка уровня квалификации лабораторий посредством проведения межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ) образца для контроля с последующей оценкой полученных результатов.

1.4. В МСИ приняло участие 8 лабораторий.

2. Образцы для контроля.

2.1. Описание образцов для контроля, которые были направлены участникам МСИ, приведено в таблице 1.

Таблица 1.

Маркировка образца для контроля	Объект испытаний	Определяемые показатели
1	2	3
ОК-3-КК-2020-2-XXX*	Комбикорм для КРС	органолептические показатели: запах
		массовая доля сырого протеина
		массовая доля сырого жира
		массовая доля сырой клетчатки
		массовая доля кальция
		массовая доля фосфора
		массовая доля золы, не растворимой в соляной кислоте
		массовая доля золы
		массовая доля нитратов
		массовая доля нитритов
		массовая доля меди
		массовая доля цинка
		массовая доля магния
массовая доля марганца		
массовая доля железа		

*порядковый номер экземпляра ОК.

В качестве образца для контроля использован натуральный образец комбикорма ОК-3-КК-1-2018-1-XXX (для кур) на зерновой основе с аттестованными вышеуказанными показателями.

2.2. Сроки.

Образцы для контроля были отсланы участникам в период с 28.09.2020 по 30.09.2020.

Срок предоставления результатов был установлен до 16.11.2020 года.

2.3. Оценка однородности и стабильности образцов для контроля проводилась при аттестации ОК согласно Приложения В ГОСТ Р 50779.60-2017 «Статистические методы. Применение при проверке квалификации посредством межлабораторных испытаний» (далее - ГОСТ Р 50779.60-2017).

3. Статистическая обработка.

Статистическая обработка проводилась в соответствии с ГОСТ Р 50779.60-2017.

3.1. Приписанное значение (X).

Для аттестованных показателей:

органолептические показатели: запах	Не свойственный
массовая доля сырого протеина, %	15,16
массовая доля сырого жира, %	3,43
массовая доля сырой клетчатки, %	7,82
массовая доля кальция, %	3,75
массовая доля фосфора, %	0,81
массовая доля золы, не растворимой в соляной кислоте, %	0,33
массовая доля золы, %	13,77
массовая доля нитратов, мг/кг	102
массовая доля нитритов, мг/кг	1,87
массовая доля меди, мг/лг	11,6
массовая доля цинка, мг/кг	134
массовая доля железа, мг/кг	662

Для качественных показателей цвет, запах на основании консенсуса не менее 85% участников МСИ.

3.2. Стандартная неопределённость приписанного значения (u_x).

Для аттестованных значений:

массовая доля сырого протеина, %	0,18
массовая доля сырого жира, %	0,13
массовая доля сырой клетчатки, %	0,32
массовая доля кальция, мг/кг	0,29
массовая доля фосфора, мг/кг	0,05
массовая доля золы не растворимой в HCL, %	0,01
массовая доля сырой золы, %	0,15
массовая доля нитратов, мг/кг	2,0
массовая доля нитритов, мг/кг	0,19
массовая доля меди, мг/кг	0,32
массовая доля цинка, мг/кг	0,18
массовая доля марганца, мг/кг	4,4
массовая доля железа, мг/кг	33

3.3. Стандартное отклонение оценки компетентности (σ).

Стандартное отклонение оценки компетентности σ рассчитывалось по пп.8.1, 8.6 ГОСТ Р 50779.60-2017 либо с использованием алгоритма А в соответствии с Приложением С.3 ГОСТ Р 50779.60-2017.

Для качественного показателя качества комбикорма «запах» оценка компетентности принята соответствует/не соответствует на основании экспертной оценки Провайдера согласно пункту 11.3 ГОСТ Р 50779.60 - 2017.

ФГБУ «Центр оценки качества зерна»	Лист: 4
Провайдер проверок квалификации посредством МСИ	Листов: 8
Отчёт по результатам МСИ ОК-3-КК-2020-2 (сентябрь – декабрь 2020)	Издание: 1

3.4. Оценка компетентности.

Для количественных показателей z-индекс:

z-индекс рассчитывают по формуле:

$$z = \frac{x-X}{\sigma}, \text{ где}$$

- x – результат измерений, предоставленный участником;
- X – приписанное значение;
- σ – стандартное отклонение оценки компетентности.

Интерпретация z-индекса следующая:

$|Z| \leq 2$ – результаты принимаются как удовлетворительные и выделяются зеленым цветом (Уд.);

$2 < |Z| < 3$ – результаты принимаются как требующие предупреждающих действий - «сигнал предупреждения» и выделяются желтым цветом (СП);

$|Z| \geq 3$ – результаты принимаются как требующие корректирующих действий «сигнал действий» и выделяются красным цветом (СД).

Для качественных показателей:

Не свойственный - результаты принимаются как удовлетворительные и выделяются зеленым цветом (Уд.);

Свойственный - результаты принимаются как неудовлетворительные, требующие корректирующих действий «сигнал действий» и выделяются красным цветом (СД).

4. Результаты МСИ.

Массовая доля сырого протеина				Массовая доля сырого жира			
Ед.измерения		%		Ед.измерения		%	
Х		15,16		Х		3,43	
u _x		0,18		u _x		0,12	
σ ¹		0,63		σ ²		0,39	
р		8		р		6	
НД на метод испытания		ГОСТ 32044.1-2012 ГОСТ 13496.4-2019 (рекомендуемые)		НД на метод испытания		ГОСТ 13496.15-2016 ГОСТ 32905-2014 (рекомендуемые)	
Результаты				Результаты			
Код ИЛ	РИ	z-индекс	Заключение	Код ИЛ	РИ	z-индекс	Заключение
20125	15,71	0,9	Уд.	20137	3,27	-0,4	Уд.
20137	18,2	4,8	СД.	20139	2,82	-1,6	Уд.
20139	16,25	1,7	Уд.	20140	2,35	-2,8	СП.
20140	15,07	-0,1	Уд.	20162	2,96	-1,2	Уд.
20143	14,5	-1,0	Уд.	20167	3,35	-0,2	Уд.
20162	14,77	-0,6	Уд.	20176	2,42	-2,6	СП.
20167	15,08	-0,1	Уд.				
20176	14,87	-0,5	Уд.				

Массовая доля сырой клетчатки				Массовая доля кальция			
Ед.измерения		%		Ед.измерения		%	
Х		7,82		Х		3,75	
u _x		0,32		u _x		0,29	
σ ³		0,69		σ ⁴		0,29	
р		4		р		5	
НД на метод испытания		ГОСТ 31675-2012 (рекомендуемый)		НД на метод испытания		ГОСТ 26570-95, ГОСТ 32904-2014 (рекомендуемый)	
Результаты				Результаты			
Код ИЛ	РИ	z-индекс	Заключение	Код ИЛ	РИ	z-индекс	Заключение
20139	8,26	0,6	Уд.	20125	3,87	0,4	Уд.
20140	7,58	-0,3	Уд.	20137	3,57	-0,6	Уд.
20162	7,51	-0,4	Уд.	20147	3,83	0,3	Уд.
20167	7,74	-0,1	Уд.	20167	3,79	0,1	Уд.
				20176	2,61	-3,9	СД.

¹ σ соответствует ст. отклонению воспроизводимости метода, норма которого установлена в ГОСТ 32044.1-2012

² σ соответствует робастному ст. отклонению результатов, представленных всеми участниками, полученному согласно Приложению С.3 ГОСТ Р 50779.60 – 2017.

³ σ соответствует половине абсолютной погрешности метода, норма которого установлена в ГОСТ 31675-2012.

⁴ σ соответствует половине абсолютной погрешности метода, норма которого установлена в ГОСТ 26570-95.

массовая доля фосфора				массовая доля золы, не растворимой в соляной кислоте			
Ед.измерения		%		Ед.измерения		%	
Х		0,81		Х		0,33	
u _x		0,05		u _x		0,01	
σ ⁵		0,11		σ ⁶ = S*		0,32	
р		3		р		4	
НД на метод испытания		ГОСТ 26657-97 (рекомендуемый)		НД на метод испытания		ГОСТ 32045-2012 (рекомендуемый)	
Результаты				Результаты			
Код ИЛ	РИ	z-индекс	Заключение	Код ИЛ	РИ	z-индекс	Заключение
20125	0,88	0,6	Уд.	20125	0,44	0,3	Уд.
20127	1,05	2,0	Уд.	20143	0,2	-0,4	Уд.
20167	0,8	-0,1	Уд.	20162	0,3	-0,1	Уд.
				20167	0,3	-0,1	Уд.

Массовая доля сырой золы			
Ед.измерения	%		
Х	13,77		
u _x	0,15		
σ ⁷	0,25		
р	4		
НД на метод испытания	ГОСТ 32933-2014, ГОСТ 26226-1995 (рекомендуемый)		
Результаты			
Код ИЛ	РИ	z-индекс	Заключение
20125	14,13	1,4	Уд.
20162	13,66	-0,4	Уд.
20167	13,71	-0,2	Уд.
20176	13,74	-0,1	Уд.

Массовая доля нитратов		Массовая доля нитритов	
Ед.измерения	мг/кг	Ед.измерения	мг/кг
Х	102	Х	1,87
u _x	4,79	u _x	0,05
σ ⁸	24,3	σ ⁹	0,13
р	4	р	1
НД на метод испытания	ГОСТ 13496.19-2015 (рекомендуемые)	НД на метод испытания	ГОСТ 13496.19-2015 (рекомендуемые)
Результаты		Результаты	
Код ИЛ	РИ	z-индекс	Заключение
20127	392	11,9	СД.
20137	195	3,8	СД.
20162	113	0,5	Уд.
20167	111,00	0,4	Уд.

⁵ σ соответствует половине абсолютной погрешности метода, норма которого установлена в ГОСТ 26657-97.

⁶ σ соответствует показателю воспроизводимости метода, норма которого установлена в ГОСТ 32045-2012

⁷ σ соответствует половине абсолютной погрешности метода, норма которого установлена в ГОСТ 32933-2014

⁸ σ соответствует робастному стандартному отклонению результатов, вычисленному с использованием алгоритма А в соответствии с Приложением С.3 ГОСТ Р 50779.60-2017.

⁹ σ соответствует робастному стандартному отклонению результатов, вычисленному с использованием алгоритма А в соответствии с Приложением С.3 ГОСТ Р 50779.60-2017.

запах комбикорма			Массовая доля цинка			
Приписанный показатель	Не свойственный набору компонентов, затхлый	Ед.измерения	мг/кг			
		X	134			
		u_x	1,8			
		σ^{10}	28,1			
p	2	p	1			
НД на метод испытания	ГОСТ 13496.13-2018 (рекомендуемый)	НД на метод испытания	ГОСТ 32343-2013, ГОСТ 30692-2000, ГОСТ Р ИСО 27085-2012 и др. (рекомендуемые)			
Результаты			Результаты			
Код ИЛ	Оценка	Заключение	Код ИЛ	РИ	z-индекс	Заключение
20127	Не соответствует	Уд.	20162	146,4	0,4	Уд.
20176	Не соответствует	Уд.				

Массовая доля железа				Массовая доля марганца			
Ед.измерения	мг/кг			Ед.измерения	мг/кг		
X	662			X	188		
u_x	33			u_x	4,4		
σ^{11}	50			σ^{12}	19		
p	1			p	1		
НД на метод испытания	ГОСТ 32343-2013, ГОСТ Р ИСО 27085-2012 и др. (рекомендуемые)			НД на метод испытания	ГОСТ 32343-2013, ГОСТ Р ИСО 27085-2012 и др. (рекомендуемые)		
Результаты				Результаты			
Код ИЛ	РИ	z-индекс	Заключение	Код ИЛ	РИ	z-индекс	Заключение
20162	619	-0,9	Уд.	20162	204,3	0,9	Уд.

¹⁰ σ соответствует робастному стандартному отклонению результатов, вычисленному с использованием алгоритма А в соответствии с Приложением С.3 ГОСТ Р 50779.60-2017.

¹¹ σ соответствует показателю воспроизводимости метода, норма которого установлена в ГОСТ 32343-2013.

¹² σ соответствует показателю воспроизводимости метода, норма которого установлена в ГОСТ 32343-2013.

5. Обозначения.

ИЛ Испытательная лаборатория – участник

РИ Результат испытаний участника

Уд. Удовлетворительно

СП Сигнал предупреждения

СД Сигнал действия

- Оценка компетентности не проводилась

X Приписанное значение.

ц_x Стандартная неопределённость приписанного значения.

x Результат измерений, предоставленный участником.

σ Стандартное отклонение оценки компетентности.

p Количество лабораторий, принявших участие в МСИ.

Технический
руководитель Провайдера
должность


подпись

И.Д.Колесова
расшифровка подписи

Координатор программ
проверок квалификации
должность


подпись

Т.Н.Никонорова
расшифровка подписи

Координатор программ
проверок квалификации



А.Н.Исаев