

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВСЕРОССИЙСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ЦЕНТР КАЧЕСТВА И СТАНДАРТИЗАЦИИ
ЛЕКАРСТВЕННЫХ СРЕДСТВ ДЛЯ ЖИВОТНЫХ И КОРМОВ
(ФГБУ «ВГНКИ»)



Провайдер МСИ
Номер записи в РАЛ: RA.RU.430277

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель провайдера
ФГБУ «ВГНКИ»



А.М. Зайцев

«20» декабря 2022 г

ОТЧЕТ № О01.26.2022
ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОВЕРКИ
КВАЛИФИКАЦИИ
«Стерины в пищевой продукции
(обнаружение)»

IV квартал 2022 года

Статус отчета: окончательный

Москва
2022

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«Стерины в пищевой продукции (обнаружение)»

1. Информационные данные

1 Юридический адрес	Россия, 123002, Москва, Звенигородское шоссе, д.5, стр. 1
Почтовый адрес	Россия, 123002, Москва, Звенигородское шоссе, д.5, стр. 1
2 Телефон	+7 (495) 982-50-84 (канцелярия), +7 (499) 253-14-91 (приемная директора).
3 Факс	+7 (499) 253-14-68, +7 (499) 253-14-91.
4 E-mail	vgnki@fsvps.gov.ru
5 Организация, в структуру которой входит провайдер	Всероссийский государственный центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов (ФГБУ «ВГНКИ»)
6 Фамилия, имя, отчество руководителя организации, телефон	Киш Леонид Карольевич +7 (499) 253-14-91 (приемная директора)
7 Расчетный счет юридического лица и реквизиты банка	УФК по г. Москве (ФГБУ «ВГНКИ») л/с 20736Х58360 р/с 40501810845252000079 ГУ Банка России по ЦФО БИК 044525000 ИНН 7703056867 КПП 770301001
8 Фамилия, имя, отчество руководителя провайдера (координатора), телефон	Зайцев Алексей Михайлович 8(495)982-5165
9 Фамилия, имя, отчество технического руководителя провайдера, телефон	Гергель Мария Александровна +7 (499)941-0151
10 Фамилия, имя, отчество заместителя руководителя (координатора) провайдера	Салахов Антон Андреевич +7 (495)982-5165
11 E-mail	msi@vgnki.ru

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«Стерины в пищевой продукции (обнаружение)»

2. Данные о проведенной программе проверки квалификации

1. Специалисты, задействованные в разработке и реализации программы проверки квалификации.	Технический руководитель Провайдера МСИ – Гергель М.А. Руководитель рабочей группы I Провайдера МСИ - И.В. Батов Профильные специалисты отдела безопасности пищевой и кормовой продукции: А.М. Лебедев, Г.Л. Кожемякин. Специалисты отдела обеспечения единства измерений ФГБУ «ВГНКИ»: Шургина И.К., Салахов А.А.
2. Цель программы проверок квалификации*:	Проверить квалификацию участников по обнаружению стерина в молочных продуктах.
3. Критерии выбора участников	Данная программа проверки квалификации предназначена для участия любых испытательных лабораторий осуществляющих испытания по обнаружению стерина.
4. Количество участников	10
5. Объекты испытаний	образцы пищевой продукции (сухого молока)
6. Контролируемые показатели	Холестерин, брассикастерин, кампестерин, стигмастерин, β -ситостерин
7. Схема проведения МСИ	Параллельная схема. ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 «Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации».
8. Начало и окончание Программы	Рассылка образцов участникам в срок до 07.11.2022 Рассылка результатов в срок до 26.12.2022
9. Степень конфиденциальности	Лаборатории-участники кодируются. Результаты сообщаются только лабораториям-участникам.

3. Обозначения

Аналит – компонент (в клинической химии) или химический вид-это вещество или химический компонент, представляющий интерес для аналитической процедуры.

МСИ – межлабораторные сличительные испытания;

ОПК – образец для проверки квалификации;

ПК – проверка квалификации;

ППК – программа (схема) проверки квалификации;

4. Образцы для контроля

4.1. Описание образца для контроля, который был направлен участнику МСИ, приведено в таблице 1.

Таблица 1.

Описание образцов для контроля.

Маркировка образца для контроля	Объект испытаний	Определяемые показатели
1	2	3
OK-STXXXXXXX	Сухое молоко	Холестерин, брассикастерин, кампестерин, стигмастерин, β -ситостерин

*XXXXXXX - порядковый номер образца для контроля.

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«Стерины в пищевой продукции (обнаружение)»

4.2. Для реализации ПРО2.13.2022 «Стерины в пищевой продукции (обнаружение)» лабораториям – участникам высылались панели из 2 образцов для контроля. Лаборатории выполняли определение показателя в каждом образце.

5. Описание образцов, подготовка образцов.

5.1. Каждый образец состоял из образца пищевой продукции (сухое молоко), к которому добавлены стерины. Приготовленные образцы исследовали на однородность в соответствии с требованиями ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015) «Статистические методы. Применение при проверке квалификации посредством межлабораторных испытаний».

5.2. Условия хранения образцов – при температуре от 15 до 25 °С. Транспортировка - любым способом, гарантирующим целостность упаковки.

5.3. ОПК были расфасованы в пластиковые пакеты, зашифрованы и помещены в сейф-пакет.

5.4. ОПК подготовлены в лабораторных условиях, согласно нормативным документам испытательного центра ФГБУ «ВГНКИ».

6. Проверка стабильности и однородности

6.1. Для проверки стабильности и однородности была сделана случайная выборка среди положительных и отрицательных ОПК. ОПК исследовали на наличие/отсутствие стерин методом ГХ-МС в соответствии с методикой испытаний, регламентированной НД на методы испытаний, допущенных к применению в испытательном центре ФГБУ «ВГНКИ», ГОСТ 33490-2015 «Молоко и молочная продукция. Обнаружение растительных масел и жиров на растительной основе методом газожидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием». Полученные значения анализировались на соответствие подтвержденному приписанному значению. В случае соответствия полученного результата приписанному значению образец признавался однородным/стабильным. По итогам проведенной оценки однородности и стабильности ОПК образцы признаны однородными и стабильными.

6.2. Оценка однородности и стабильности образцов для контроля проводилась согласно Приложения В ГОСТ Р 50779.60—2017 «Статистические методы применение при проверке квалификации посредством межлабораторных испытаний».

6.3. Приписанное значение устанавливалось согласно процедуре «экспертной оценки» (п. 11.3 ГОСТ Р 50779.60-2017) приведена в таблице 2.

7. Результаты участников

7.1. Для реализации ПРО2.13.2022 «Стерины в пищевой продукции (обнаружение)» провайдер ФГБУ «ВГНКИ» использовал «Параллельную схему». Образцы для проверки квалификации рассылались одновременно всем участникам, после завершения испытаний результаты направлялись провайдеру ФГБУ «ВГНКИ».

7.2. Результаты лаборатории – участники оформляли в виде Протокола в соответствии с ПРО2.13.2022 «Стерины в пищевой продукции (обнаружение)»

7.3. Результаты участников и приписанные значения указаны в таблице 2.

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«Стерины в пищевой продукции (обнаружение)»

Таблица 2

Статистическая обработка.

Образец для контроля	холестерин	кампестерин	стигмастерин	β-ситостерин	брассикастерин
1	2	3	4	5	6
OK-ST2022101	Наличие	Наличие	Наличие	Наличие	Отсутствие
OK-ST2022102	Наличие	Наличие	Наличие	Наличие	Отсутствие
OK-ST2022103	Наличие	Наличие	Наличие	Наличие	Отсутствие
OK-ST2022104	Наличие	Наличие	Наличие	Наличие	Отсутствие
OK-ST2022105	Наличие	Наличие	Наличие	Наличие	Отсутствие
OK-ST2022106	Наличие	Наличие	Наличие	Наличие	Отсутствие
OK-ST2022107	Наличие	Наличие	Наличие	Наличие	Отсутствие
OK-ST2022108	Наличие	Наличие	Наличие	Наличие	Отсутствие
OK-ST2022109	Наличие	Наличие	Наличие	Наличие	Отсутствие
OK-ST2022110	Наличие	Наличие	Наличие	Наличие	Отсутствие
OK-ST2022201	Наличие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие
OK-ST2022202	Наличие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие
OK-ST2022203	Наличие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие
OK-ST2022204	Наличие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие
OK-ST2022205	Наличие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие
OK-ST2022206	Наличие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие
OK-ST2022207	Наличие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие
OK-ST2022208	Наличие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие
OK-ST2022209	Наличие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие
OK-ST2022210	Наличие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«Стерины в пищевой продукции (обнаружение)»

Таблица 3

Сводные результаты участников по ППК ПР02.13.2022 «Стерины в пищевой продукции (обнаружение)»

№ п/п	Шифр участника	Результат участника ОПК1	Результат участника ОПК2	Результат участника	Примечание
1	2	3	4	5	6
1	1-ST-22	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - наличие стигмастерин -наличие β-ситостерин - наличие	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - отсутствие стигмастерин - отсутствие β-ситостерин - отсутствие	удовлетворительно	-
2	3-ST-22	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - наличие стигмастерин -наличие β-ситостерин - наличие	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - отсутствие стигмастерин - отсутствие β-ситостерин - отсутствие	удовлетворительно	-
3	4-ST-22	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - наличие стигмастерин -наличие β-ситостерин - наличие	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - отсутствие стигмастерин - отсутствие β-ситостерин - отсутствие	удовлетворительно	-
4	5-ST-22	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - наличие стигмастерин -наличие β-ситостерин - наличие	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - отсутствие стигмастерин - отсутствие β-ситостерин - отсутствие	удовлетворительно	-
5	6-ST-22	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - наличие стигмастерин -наличие β-ситостерин - наличие	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - отсутствие стигмастерин - отсутствие β-ситостерин - отсутствие	удовлетворительно	-

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«Стерины в пищевой продукции (обнаружение)»

1	2	3	4	5	6
6	7-ST-22	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - наличие стигмастерин -наличие β-ситостерин - наличие	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - отсутствие стигмастерин - отсутствие β-ситостерин - отсутствие	удовлетворительно	-
7	8-ST-22	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - наличие стигмастерин -наличие β-ситостерин - наличие	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - отсутствие стигмастерин - отсутствие β-ситостерин - отсутствие	удовлетворительно	-
8	9-ST-22	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - наличие стигмастерин -наличие β-ситостерин - наличие	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - отсутствие стигмастерин - отсутствие β-ситостерин - отсутствие	удовлетворительно	-
9	10-ST-22	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - наличие стигмастерин -наличие β-ситостерин - наличие	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - отсутствие стигмастерин - отсутствие β-ситостерин - отсутствие	удовлетворительно	-
10	11-ST-22	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - наличие стигмастерин -наличие β-ситостерин - наличие	холестерин - наличие брассикастерин - отсутствие кампестерин - отсутствие стигмастерин - отсутствие β-ситостерин - отсутствие	удовлетворительно	-

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«Стерины в пищевой продукции (обнаружение)»

8. Статистические данные и итоговые расчеты

Распределение результатов указано в таблице 4, графическое представление указано на рис.1.

Таблица 4

Распределение результатов ППК ПР02.13.2022 «Стерины в пищевой продукции (обнаружение)»

Лаборатории, получившие удовлетворительный результат	Лаборатории, получившие неудовлетворительный результат
1-ST-22 3-ST-22 4-ST-22 5-ST-22 6-ST-22 7-ST-22 8-ST-22 9-ST-22 10-ST-22 11-ST-22	—

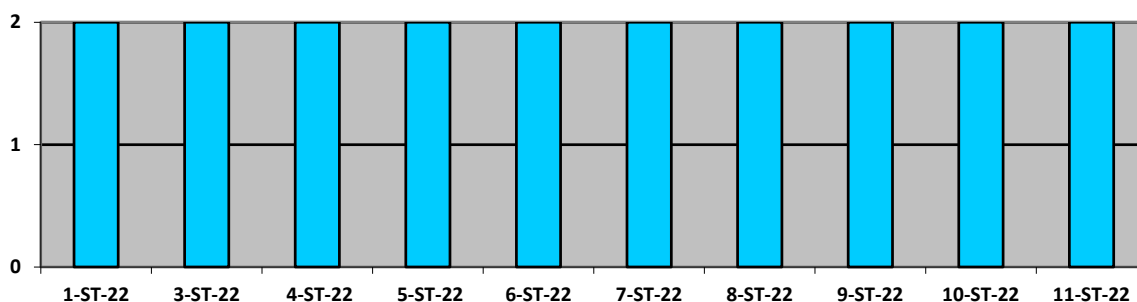


Рис. 1. Диаграмма распределения результатов ППК ПР02.13.2022 «Стерины в пищевой продукции (обнаружение)»

ППК ПР02.13.2022 «Стерины в пищевой продукции (обнаружение)» является качественным испытанием. При качественном определении наличия или отсутствия искомого анализа интерпретация данных не поддается статистическому анализу для получения величины стандартного отклонения S и расчета z – индексов. В связи с этим оценка результатов данной программы проводится следующим образом:

- **Удовлетворительный результат:** правильное определение «наличия» и/или «отсутствия» анализа во всех образцах;
- **Неудовлетворительный результат:** неправильное определение «наличия» и/или «отсутствия» анализа хотя бы в одном образце.

9. Установление приписанного значения

9.1. Для установления приписанных значений провайдер ФГБУ «ВГНКИ» использовал процедуру «известных значений» – определенных с помощью конкретной технологии создания образца для проверки квалификации (изготовление/ разбавление). В программах с «известными значениями» используются приписанные значения, определяемые независимо от участников, и

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«Стерины в пищевой продукции (обнаружение)»

предусмотрено приготовление образцов для проверки квалификации с известными измеряемыми значениями или характеристиками.

9.2. Приписанное значение определялось путем исследования образцов для проверки квалификации на наличие/отсутствие стерина методом ГХ-МС в соответствии с методикой испытаний, регламентированной НД на методы испытаний, допущенных к применению в установленном порядке в испытательном центре ФГБУ «ВГНКИ» – ГОСТ 33490-2015 «Молоко и молочная продукция. Обнаружение растительных масел и жиров на растительной основе методом газожидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием».

10. Описание метрологической прослеживаемости и неопределенности измерений каждого приписанного значения

10.1. Метрологическая прослеживаемость обеспечивалась следующими элементами:

- Оснащенность провайдера ФГБУ «ВГНКИ» стандартными образцами;
- Наличие поверенных и откалиброванных СИ;
- Проведение установленных работ согласно плану ВЛК;
- Использование валидированных и аттестованных методик выполнения измерений.

10.2. Для номинальных свойств (качественный анализ), где используется дихотомическая шкала (обнаружено/не обнаружено), аналитический сигнал закругляется до результата «обнаружено» или «не обнаружено» и по этой причине оценка неопределенности результатов не представляется возможной. Установление приписанного значения для каждой характеристики образца (обнаружено/не обнаружено) основано на установлении значений признака, описывающей заявленную качественную характеристику.

11. Критерии оценивания

11.1. Провайдер ФГБУ «ВГНКИ» сравнивал полученные от лабораторий – участников результаты с приписанным значением.

11.2. Оценка результатов ПР02.13.2022 «Стерины в пищевой продукции (обнаружение)» проводится следующим образом:

- Удовлетворительный результат: правильное определение «наличия» и/или «отсутствия» аналита во всех образцах;
- Неудовлетворительный результат: неправильное определение «наличия» и/или «отсутствия» аналита хотя бы в одном образце.

12. Приписанные значения для методов или методик испытаний, используемых каждой группой участников (если различные методы использовались различными группами участников)

Данный пункт не применим, т.к. согласно присланным отчетам, участники ПР02.13.2022 «Стерины в пищевой продукции (обнаружение)» для получения результатов использовали один метод ГХ-МС.

13. Комментарии провайдера проверки квалификации относительно характеристик функционирования участников

13.1. При ПР02.13.2022 «Стерины в пищевой продукции (обнаружение)» в 2022 г. все участники получили удовлетворительные результаты исследований.

13.2. Распределение результатов ПР02.13.2022 «Стерины в пищевой продукции (обнаружение)» указано в таблице 2.

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«Стерины в пищевой продукции (обнаружение)»

13.3. Распределение результатов лабораторий наглядно представлены на диаграмме (рис.1)

14. Рекомендации по интерпретации статистического анализа

Указаны в разделе «Критерии оценивания».

15. Рекомендации, основанные на результатах программы проверки квалификации

Вне зависимости от полученного результата, участникам рекомендуется периодически проводить процедуры по обеспечению достоверности результатов для подтверждения соответствия требованиям ГОСТов и НД, повышать квалификацию персонала, проводящего исследования.

16. Процедуры, используемые для статистического анализа данных

ГОСТ Р 50779.60-2017 «Статистические методы. Применение при проверке квалификации посредством межлабораторных испытаний».

Руководитель рабочей группы
Батов И.В.


ФИО



подпись

Технический руководитель
Гергель М.А.

ФИО



подпись

Заместитель технического
руководителя (координатор)
Салахов А.А.

ФИО



подпись

Менеджер по качеству
Шургина И.К.

ФИО



подпись