

Pilot Round of Proficiency Testing Scheme for Determination of Main Quality Characteristics of Oil Cake

O.M. Chechet[†], O.S. Haidei[†], M.V. Ischenko^{*‡}, A.V. Masluk[†], S.V. Shulyak[†]

[†] State Scientific Research Institute of Laboratory Diagnostics and Veterinary and Sanitary expertise, Donetska str., 30, Kyiv, 03151, Ukraine;

[‡] Taras Shevchenko National University of Kyiv, Volodymyrska str. 64/13, Kyiv, 01601, Ukraine;

*e-mail: ischenko_mv@knu.ua

Received: May 10, 2022; Accepted: October 02, 2022

DOI: 10.17721/moca.2022.125-132

The new scheme of proficiency testing of laboratories for determination of main quality characteristics of oil cake was developed. In pilot round was determined such quality characteristics as moisture content (I), mass fraction of fat (II) and mass fraction of crude protein (III). The control sample was prepared from the sample of rapeseed oil cake. It was determined that control sample was sufficiently stable and homogeneous. In the round participated 22 laboratories, which used different test methods. The results were processed by the method described in ISO 13528. Based on these calculations as assigned value for characteristics I and III was chosen robust mean value and for characteristic II - mode of results. As standard deviation of proficiency testing for characteristic I was chosen robust standard deviation and for characteristics II and III was chosen value which is predicted by equation of Horwitz-Thompson. It was determined, that for characteristics I and III different test methods gives equivalent results, so some unsatisfactory results of laboratories can be attributed to laboratory bias. For characteristic II clustering of results according to measurement method in observed. It was established, that outdated standard GOST 13496.15-97 gives higher mass fraction of fat compared to other test methods.

Keywords: proficiency testing, oil cake, statistical methods

Пілотний раунд нової схеми перевірки компетентності з визначення основних показників якості шроту

O.C. Гайдей[†], М.В. Іщенко^{*‡}, А.В. Маслюк[†], О.М. Чечет[†], С.В. Шуляк[†]

[†] Державний науково-дослідний інститут з лабораторної діагностики та ветеринарно-санітарної експертизи, вул. Донецька, 30, м. Київ, 03151, Україна;

[‡] Київський національний університет імені Тараса Шевченка, вул. Володимирська, 64/13, Київ, 01601, Україна;

* e-mail: ischenko_mv@knu.ua

Надійшла: 10 травня 2022 р; Прийнята: 02 серпня 2022 р

DOI: 10.17721/moca.2022.125-132

Розроблено нову схему перевірки компетентності лабораторій по визначенню основних показників якості шротів. В пілотному раунді визначались такі показники, як масова частка вологи (I), масова частка жиру в перерахунку на суху речовину (II) та масова частка сирого протеїну в абсолютно сухій речовині (III). Контрольний зразок для проведення раунду було виготовлено із зразку ріпакового шроту. Встановлено, що зразок був достатньо стабільним і гомогенним. У раунді взяло участь 22 лабораторії, які використовували різні методи випробувань. Обробку результатів раунду проводили згідно стандарту ДСТУ ISO 13528:2016. На основі статистичної обробки даних як приписане значення для показників I та III було обрано робастне середнє значення, а для показника II – моду. Як стандартне відхилення перевірки компетентності для показника I було обрано робастне стандартне відхилення, а для показників II та III – значення, що передбачається рівнянням Горвіца-Томпсона. Встановлено, що для показників I та III різні методи випробувань дають еквівалентні результати, таким чином, для показників I та III незадовільні результати окремих лабораторій пов'язані з лабораторним зміщенням, а не використаним методом випробувань. Для показника II спостерігається кластеризація результатів згідно методів випробувань. Так, встановлено, що застарілий метод ГОСТ 13496.15-97 дає завищений вміст жиру, порівняно з іншими методами випробувань.

Ключові слова: програми професійних тестувань, шроти, статистичні методи

Шроти – це цінний корм, у складі якого міститься 30–40% сирого протеїну, великий набір амінокислот, мікроелементи. Переважно шрот використовують як корм для сільськогосподарських тварин, як цінний високопротеїновий продукт. Він включається у раціон тварин, птахів та риб як в чистому вигляді, так і у формі добавок до комбікорму. Основні характеристики шротів, що впливають на його споживчу цінність та на вартість продукту, – вміст вологи, вміст жиру та сирого протеїну [1].

Зростання обсягів міжнародної торгівлі шроти та вихід України на світові ринки потребує забезпечення надійного контролю якості продукції випробувальними лабораторіями, а для визнання результатів випробувань за кордоном обов'язковим є акредитація випробувальних лабораторій згідно міжнародного стандарту ISO/IEC 17025 [2]. Цей стандарт висуває жорсткі вимоги до лабораторій щодо забезпечення і контролю якості випробувань. Згідно даного стандарту основними способами досягнення цієї мети є використання атестованих стандартних зразків, використання стандартних методів випробувань та участь у програмах перевірки компетентності.

Наразі, незважаючи на високу важливість шротів як кормів, відсутні уніфіковані методи контролю його якості і відповідні атестовані стандартні зразки, що ускладнює забезпечення і контроль якості випробувань, а також створює труднощі при демонстрації метрологічної простежуваності.

Ця проблема вирішується участю лабораторій у програмах перевірки компетентності (ППК). ППК лабораторій – один з потужних і об'єктивних способів контролю якості випробувань [3, 4]. Цей спосіб дає можливість лабораторіям оцінити свої методи випробувань і опосередковано продемонструвати метрологічну простежуваність методів. Втім, існуючі на національному та міжнародному ринку провайдери ППК не пропонують схем по визначенню показників якості шротів.

Випробувальний центр Державного науково-дослідного інституту з лабораторної діагностики та ветсанекспертизи (м. Київ) – перший в Україні провайдер ППК, що отримав національну акредитацію згідно міжнародного стандарту ISO 17043. Щорічно центр проводить раунди схем перевірки компетентності з випробування кормів та харчових продуктів і розробляє нові, актуальні для лабораторій схеми.

Метою даної роботи була розробка і пілотне випробування нової схеми перевірки компетентності з визначення основних показників якості шротів.

Виготовлення зразку для перевірки компетентності

Контрольний зразок для перевірки компетентності було виготовлено на основі

ріпакового шроту, для цього використали наявний подрібнений ріпаковий шрот. Із усередненого зразка шроту ріпакового (близько 12 кг) відбувалось приготування контрольного зразка. Контрольний зразок розфасували в герметичні подвійні пакети з поліетилену з зіп-застібкою. Вага одного екземпляру становила 150 г, всього було приготовано 77 екземплярів контрольного зразку.

Дослідження гомогенності та стабільності контрольного зразка

Дослідження гомогенності та стабільності контрольного зразку проводилось згідно з рекомендаціями [5, 6]. Для дослідження гомогенності випадковим чином було відібрано 10 екземплярів контрольного зразку і проаналізовано на досліджувані показники в двох паралелях. Визначення масової частки вологи контрольного зразка проводили згідно ДСТУ 7621:2014 “Продукти білкові рослинного походження. Макухи та шроти. Метод визначення вмісту вологи та летких речовин”. Визначення жиру в перерахунку на абсолютно суху речовину визначали згідно ДСТУ 7458:2013 “Продукти білкові рослинного походження. Макухи та шроти. Метод визначання вмісту жиру”. Визначення масової частки сирого протеїну в абсолютно сухій речовині визначали згідно ДСТУ 7169:2010 “Корми, комбікорми, комбікормова сировина. Методи визначення вмісту азоту і сирого протеїну”. Обробку даних виконували методом дисперсійного аналізу [6]. Встановлено, що контрольний зразок був достатньо гомогенним.

Дослідження стабільності проводилось на зразках, які зберігались при різних умовах впродовж п'яти тижнів. Обраними умовами була температура -20°C , $+4^{\circ}\text{C}$, $+25^{\circ}\text{C}$. Загалом для кожного показника при даній температурі було здійснено 12 спостережень. Обробку даних проводили методом регресійного аналізу, знаходячи значення кутових коефіцієнтів b_1 та їх стандартних відхилень $s(b_1)$. Результати перевірки гіпотези $H_0: \beta_1 = 0$ проти гіпотези $H_a: \beta_1 \neq 0$, здійснені за допомогою t-тесту, наведено у таблиці 1. Видно, що в усіх випадках р-значення більше 0,05. Це вказує на те, що тангенси кута нахилу регресійних залежностей “час–властивість” незначуще відрізняються від нуля, а отже відсутні тренди у змінах властивостей і, відповідно, зразки є стабільними при довготривалому зберіганні.

Оцінку стабільності контрольного зразку під час транспортування проводили шляхом транспортування його в умовах температури навколишнього середовища перевізника «Нова пошта» протягом 7 діб. Екземпляр контрольного зразку після транспортування підлягав випробуванню з визначення масової частки вологи, жиру в перерахунку на абсолютно суху речовину, масової частки сирого протеїну в абсолютно сухій речовині у шроті ріпаковому.

Таблиця 1. Результати перевірки гіпотези про значущість кутового коефіцієнта b_1 .

Показник	I			II			III		
Температура, °C	-20	+4	+20	-20	+4	+20	-20	+4	+20
b_1	0.0001	-0.0003	-0.0001	0.0015	0.0008	0.0020	0.0035	0.0000	-0.0026
$s(b_1)$	0.0009	0.0010	0.0009	0.0008	0.0011	0.0012	0.0019	0.0031	0.0029
t	0.140	0.328	0.141	1.896	0.680	1.712	1.831	0.006	0.903
p	0.89	0.75	0.89	0.09	0.51	0.12	0.10	0.99	0.39

Стабільність контрольного зразка при транспортуванні виявилась достатньою, оскільки виконувався критерій:

$$|y - y_{ref}| \leq 0.3 \times \sigma_{pt}$$

де, y – результат аналізу контрольного зразку після повернення;

y_{ref} – референтне значення (середнє арифметичне результатів аналізу контрольного зразку одразу після його приготування);

σ_{pt} – стандартне відхилення перевірки компетентності.

Розповсюдження зразків

У раунді взяли участь 22 лабораторії, більшість з яких становили регіональні лабораторії РДП ДПСС. Більшість з лабораторій мали акредитацію згідно ДСТУ ISO/IEC 17025. Всі лабораторії – учасники раунду – разом з контрольним зразком отримали “Інструкцію для учасника” та “Протокол учасника”. Всім учасникам раунду був присвоєний код лабораторії зі збереженням умов конфіденційності.

Від учасників раунду вимагалось:

- дотримуватись усіх умов транспортування та зберігання контрольного зразка зазначених в “Інструкції для учасника”;

- кількісно проаналізувати контрольні зразки на вміст масової частки вологи, жиру в перерахунку на абсолютно суху речовину, масової частки сирого протеїну в абсолютно сухій речовині у шроті ріпаковому, використовуючи свій звичайний метод випробування;

- надати всі дані, які необхідні провайдеру, стосовно методу досліджень, підготовки проб, приладів, що використовуються для дослідження, а також інші дані оцінки ефективності методу.

“Протокол учасника” з внесеними результатами вимірювань учасники раунду надавали на адресу провайдера до певної дати (не більше місяця з моменту відправки), оскільки пізніше вказаної дати результати не могли бути враховані у звіт.

Статистичний аналіз отриманих результатів

Як і очікувалось, лабораторії використовували різні методи випробувань для визначення

показників, запланованих у даному раунді. Детальна характеристика методів випробувань лабораторій наведена у таблиці 2. Із 22 лабораторій, що взяли участь у раунді, 22 надали результати за показником «масова частка вологи» (I), 21 – за показником «масова частка жиру у перерахунку на абсолютно суху речовину» (II), і 22 за показником «масова частка сирого протеїну у перерахунку на абсолютно суху речовину» (III).

Первинний аналіз даних включав перевірку на викиди та грубі помилки, такі як відхилення окремих результатів від середнього значення у 2 або більше разів. Таких викидів виявлено не було і всі результати лабораторій були взяті для подальшої статистичної обробки.

Для перевірки основних статистичних припущень та візуалізації розподілу даних нами було використано метод побудови кривих ядерної щільності (kernel density plot). Такі криві є значно більш чутливі до відхилень від нормальності, викидів, асиметрії та мультимодальності, ніж більш традиційні гістограми [5].

Графіки ядерної щільності для показників I, II та III наведено на рис. 1. Точками на графіках позначено результати окремих лабораторій. Видно, що тільки у випадку показника I графік є симетричним та унімодальним. Для показника II спостерігається значна асиметрія, а для показника III – бімодальність з додатковою мінорною модою, що вказує на можливі проблеми з методами випробувань лабораторій або несумісність методів. Детальне обговорення отриманих графіків ядерної щільності наводиться далі в тексті статті.

В ході статистичної обробки результатів раунду було обчислено наступні статистичні показники: середнє значення ($\bar{x}$), медіану, моду (значення, що відповідає максимуму на графіку ядерної щільності) та стандартне відхилення s . Також були отримані робастні оцінки параметрів – робастне середнє значення x^* та робастне стандартне відхилення s^* , які є нечутливими до викидів та невеликих відхилень від нормальності. Робастні оцінки параметрів розраховували за алгоритмом A, що описаний в [5]. Результати обчислень для кожного показника наведено у таблиці 3.

Таблиця 2. Методи випробувань, що використані лабораторіями під час раунду.

Масова частка вологи (I)		Масова частка жиру у перерахунку на абсолютно суху речовину (II)		Масова частка сирого протеїну у перерахунку на абсолютно суху речовину (III)	
Метод випробувань	Кількість лабораторій	Метод випробувань	Кількість лабораторій	Метод випробувань	Кількість лабораторій
ДСТУ 7621:2014*	16	ДСТУ 7458:2013*	5	ДСТУ 7169:2010*	17
ДСТУ ISO 6496:2005	4	ГОСТ 13496.15-97	12	ДСТУ 4924:2008	3
ГОСТ 27548-97	1	ДСТУ ISO 6492:2003	3	ДСТУ ISO 5983-1:2014	1
Не вказано	1	ДСТУ ISO 734-1:2008	1	ДСТУ ISO 5983:2003	1

* - рутинний метод у лабораторії провайдера.

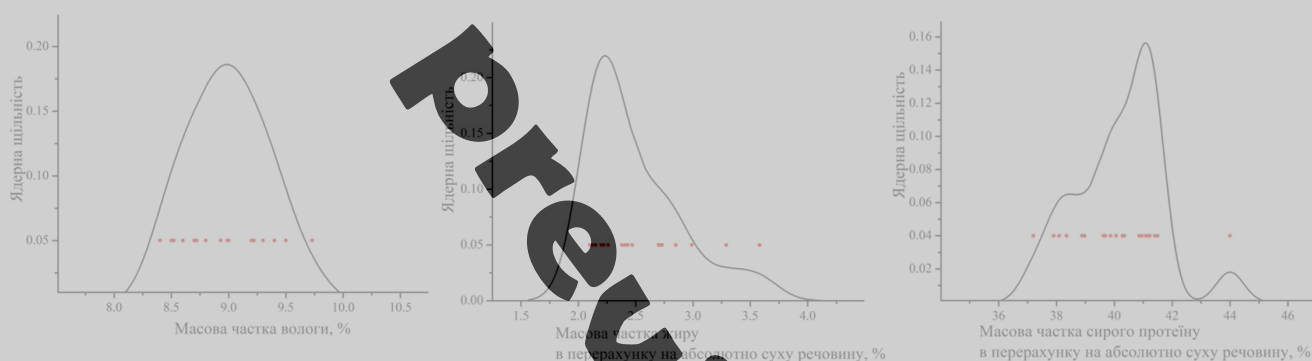


Рис.1. Графіки ядерної щільності.

Таблиця 3. Результати статистичної обробки раунду.

Параметр	Показник		
	I	II	III
Кількість учасників	22	21	22
$\bar{x}$	9.00	2.49	40.2
x^*	8.99	2.45	40.1
Медіана	9.00	2.38	40.3
Мода	8.98	2.23	41.1
Результат провайдера	8.89	2.34	40.1
s	0.35	0.41	1.5
s^*	0.38	0.36	1.5
$\sigma(H)$	0.26	0.086	0.63
HORRAT	1.5	4.2	2.4
Тип x_{pt}	Робастне середнє	Мода	Робастне середнє
Тип σ_{pt}	Робастне стандартне відхилення	Рівняння Горвіца	Рівняння Горвіца
$u(x_{pt})$	0.10	0.10	0.40
Тип оцінки компетентності	z -індекс	z' -індекс	z' -індекс
$ z > 2$	1	6	5

Для оцінювання надійності оцінки робастного стандартного відхилення було обчислено теоретичне значення стандартного відхилення за рівнянням Горвіца-Томпсона (1). Це рівняння дає змогу передбачити стандартне відхилення міжлабораторної відтворюваності залежно від концентрації або масової частки аналіту [7].

$$\sigma(H) = \begin{cases} 0.22 \times c, & \text{якщо } c < 1.2 \times 10^{-7} \\ 0.02 \times c^{0.8495}, & \text{якщо } 1.2 \times 10^{-7} < c < 0.138 \\ 0.01 \times c^{0.5}, & \text{якщо } c > 0.138 \end{cases} \quad (1)$$

де c – масова частка аналіту ($0 \leq c \leq 1$).

Надійність оцінки робастного стандартного відхилення можна перевірити за допомогою відношення HORRAT, яке обчислюють за рівнянням (2):

$$HORRAT = \frac{s^*}{\sigma(H)} \quad (2)$$

Вважається, що допустимими значеннями HORRAT є діапазон від 0.5 до 2. Менше значення вказує на те, що міжлабораторна відтворюваність краща за передбачувану, а більше значення на те, що міжлабораторна відтворюваність гірша за передбачувану. В даному раунді лише для показника I значення HORRAT знаходиться у допустимих межах. Для інших показників отримане значення робастного стандартного відхилення більше, ніж передбачуване за рівнянням Горвіца-Томпсона, що вказує на можливі проблеми у лабораторій з виконанням їх рутинних методів аналізу. Отримані значення $\sigma(H)$ та HORRAT наведено у таблиці 3.

Приписане значення перевірки компетентності та його невизначеність

Приписане значення (x_{pt}) – це значення, приписуване конкретній властивості контрольного зразка для перевірки компетентності. Звичайно, у провайдера є декілька можливих варіантів вибору приписаного значення. Це може бути експертне значення на основі характеристики контрольного зразку в лабораторії провайдера або експертною лабораторією. Втім, частіше для цієї мети загальновизнаною практикою є вибір робастного середнього значення, якщо кількість учасників більше 16. Проте, такий тип приписаного значення підходить тільки у випадку, якщо виконуються основні статистичні припущення про розподіл даних. В інших випадках обирають медіану або моду, що відповідає максимуму на кривій ядерної щільності. В цьому раунді як приписане значення для показників I та III було обрано робастне середнє, а для показника II – моду. Такий вибір рекомендується у настанові [6] і обговорюється далі.

Оцінювання стандартної невизначеності приписаного значення проводили за формулою (3):

$$u(x_{pt}) = 1.25 \cdot \frac{s^*}{\sqrt{p}} \quad (3)$$

де s^* – робастне стандартне відхилення, отримане за алгоритмом A;
 p – кількість результатів взятих до обробки.

Така оцінка невизначеності ґрунтується на експериментальних даних і не потребує додаткового включення в бюджет невизначеності вкладів від гомогенності та стабільності. Оцінки невизначеності приписаного значення контрольного зразка наведено у таблиці 3.

Розширену невизначеність приписаного значення обчислювали за формулою (4):

$$U(x_{pt}) = k \cdot u(x_{pt}), \quad (4)$$

де k – коефіцієнт охоплення; для ймовірності охоплення близько 95 % $k = 2$.

Стандартне відхилення перевірки компетентності

Стандартне відхилення перевірки компетентності (σ_{pt}) – це міра розсіювання, використовувана при оцінюванні результатів перевірки компетентності і заснована на наявній інформації. У провайдера звичайно є декілька можливостей для вибору значення стандартного відхилення перевірки компетентності. Найчастіше при цьому обирають значення робастного стандартного відхилення, якщо кількість результатів для обробки більше 8. Проте, у випадку, якщо значення HORRAT для робастного стандартного відхилення є більшим за 2, доцільніше обирати як стандартне відхилення перевірки компетентності саме значення, що передбачається рівнянням Горвіца-Томпсона. Оскільки стандартне відхилення перевірки компетентності одночасно є параметром масштабування розсіювання, нереалістично велике (і нереалістично мале!) значення стандартного відхилення буде давати необ'єктивну оцінку роботи лабораторій. В такому випадку стандартне відхилення, отримане за рівнянням Горвіца-Томпсона, буде призводити до більш об'єктивних результатів. В даному раунді для показника I як стандартне відхилення перевірки компетентності було обрано робастне стандартне відхилення, а для показників II та III – значення, що передбачається рівнянням Горвіца-Томпсона, оскільки для цих показників значення HORRAT було більше 2.

Оцінювання роботи лабораторій

Звичайним і найбільш розповсюдженим способом оцінювання якості роботи лабораторій є z-індекси [8], які розраховуються для кожної лабораторії за формулою (5):

$$z_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sigma_{pt}} \quad (5)$$

де x_{pt} – приписане значення контрольного зразку перевірки компетентності;

σ_{pt} – стандартне відхилення перевірки компетентності;

x_i – результат лабораторії.

У випадку, якщо значення невизначеності приписаного значення не відповідає вимозі $u(x_{pt}) < 0.3 \cdot \sigma_{pt}$, оцінку роботи лабораторій проводять із застосуванням z'-індексів за формулою (6):

$$z'_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})}} \quad (6)$$

Загальновизнаною інтерпретацією z-індексу та z'-індексу є наступна:

$ z \leq 2$	задовільна характеристика функціонування
$ z' \leq 2$	
$2 \leq z < 3$	сумнівна характеристика функціонування
$2 \leq z' < 3$	
$ z \geq 3$	незадовільна характеристика функціонування
$ z' \geq 3$	

Обговорення результатів раунду

На рис. 2 наведено результати лабораторій за показником І. Видно, що більшість лабораторій отримали задовільну характеристику функціонування. Незважаючи на те, що лабораторії використовували різні методи випробувань, результати різних методів добре узгоджуються між собою та з незалежним значенням, отриманим провайдером під час характеризації зразку (таблиця 3). Значення робастного стандартного відхилення та стандартне відхилення, знайдене за рівнянням Горвіца-Томпсона, добре узгоджуються між собою, що вказує на відсутність проблем у лабораторій з виконання їхніх методів випробувань показника І.

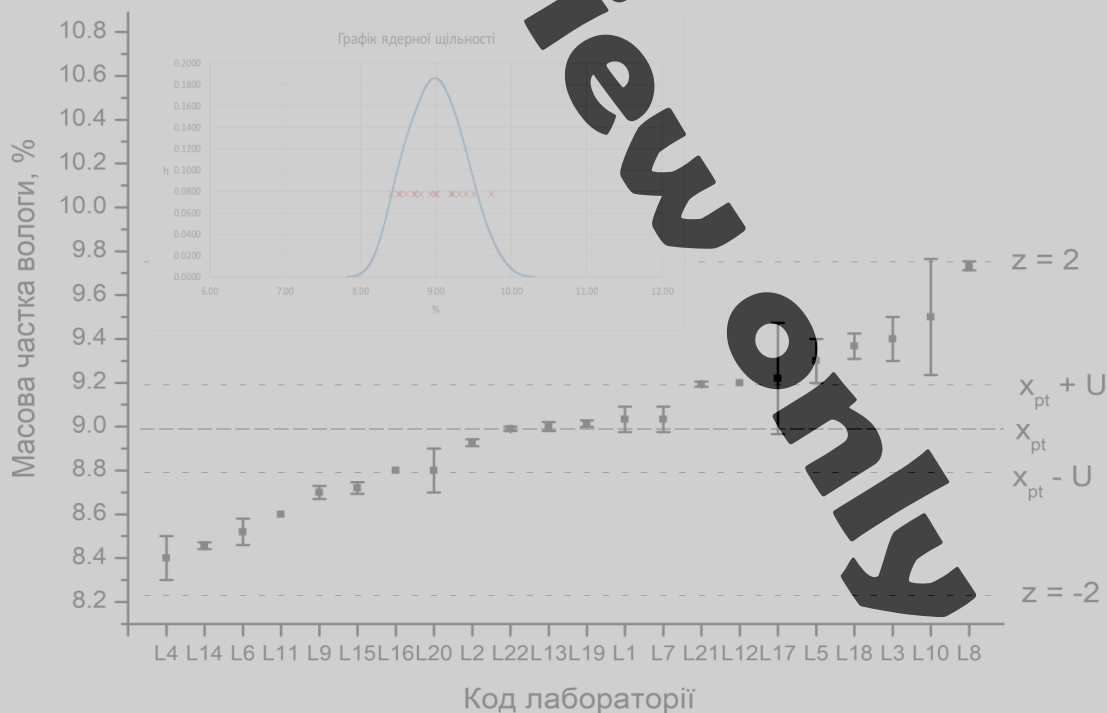


Рис. 2. Результати лабораторій для показника І (масова частка вологи).

Графік ядерної щільності для показника II вказує на значну асиметрію результатів. Внаслідок цього робастне середнє та медіана значно відхиляються від максимуму на графіку ядерної щільності. Детальний аналіз результатів вказує на те, що більшість завищених результатів отримані лабораторіями, які використовували застарілий метод випробувань ГОСТ 13496.15-97 (не чинний в Україні). Застосування t-тесту для двох середніх вказує, що різниця середніх значень двох груп результатів значуще відрізняється на рівні 0.1 ($p = 0.093$). З цієї причини як приписане значення було обрано моду на графіку ядерної щільності. На рис. 3. наведено результати лабораторій за показником II. Результати раунду вказують на несумісність методів випробувань, зокрема видно, що застарілий метод випробувань ГОСТ 13496.15-97 дає завищені значення вмісту жиру. Різниця результатів, імовірно, зумовлена відмінностями в процесах екстракції згідно кожного з методів. В подальшому лабораторіям було запропоновано виключити даний стандарт зі сфери акредитації.

Для показника III графік ядерної щільності вказує на асиметрію та/або на бімодальність з мінімальною модою. Аналіз методів випробувань лабораторій не знайшов будь-якого систематичного групування результатів згідно методів випробувань. Отже, розбіжність між лабораторіями можна пояснити лабораторним зміщенням, а методи випробувань

еквівалентні для даної мети. З цієї причини як приписане значення було обрано робастне середнє результатів, що надані лабораторіями. Результати лабораторій для показника III наведено на рис. 4. Видно, що більшість лабораторій отримали задовільні характеристики функціонування.

Цікавим є той факт, що коефіцієнт кореляції z-індексів для показників I та III є статистично значущим ($p = 0.035$). Це може вказувати як на кореляцію похибок у окремих лабораторіях (систематичне зміщення лабораторій), так і опосередковано вказувати на змову між деякими учасниками. Віддати перевагу одному з варіантів наразі неможливо.

Правильне оцінювання невизначеності вимірювань – передумова об'єктивної інтерпретації результатів замовником. На рис. 2–4 наведено оцінювання невизначеності вимірювань, що надані лабораторіями. Невизначеність вимірювань в усіх випадках виражена як сумарна стандартна невизначеність. Можна зробити висновок, що наразі більшість лабораторій мають занижене значення невизначеності вимірювань, що вказує на систематичну її недооцінку. Оскільки наразі більшість лабораторій використовує підхід GUM [9] для оцінювання невизначеності, це підтверджує раніше опубліковані результати, які вказують на те, що даний підхід не враховує всі можливі чинники, які впливають на результат [10].

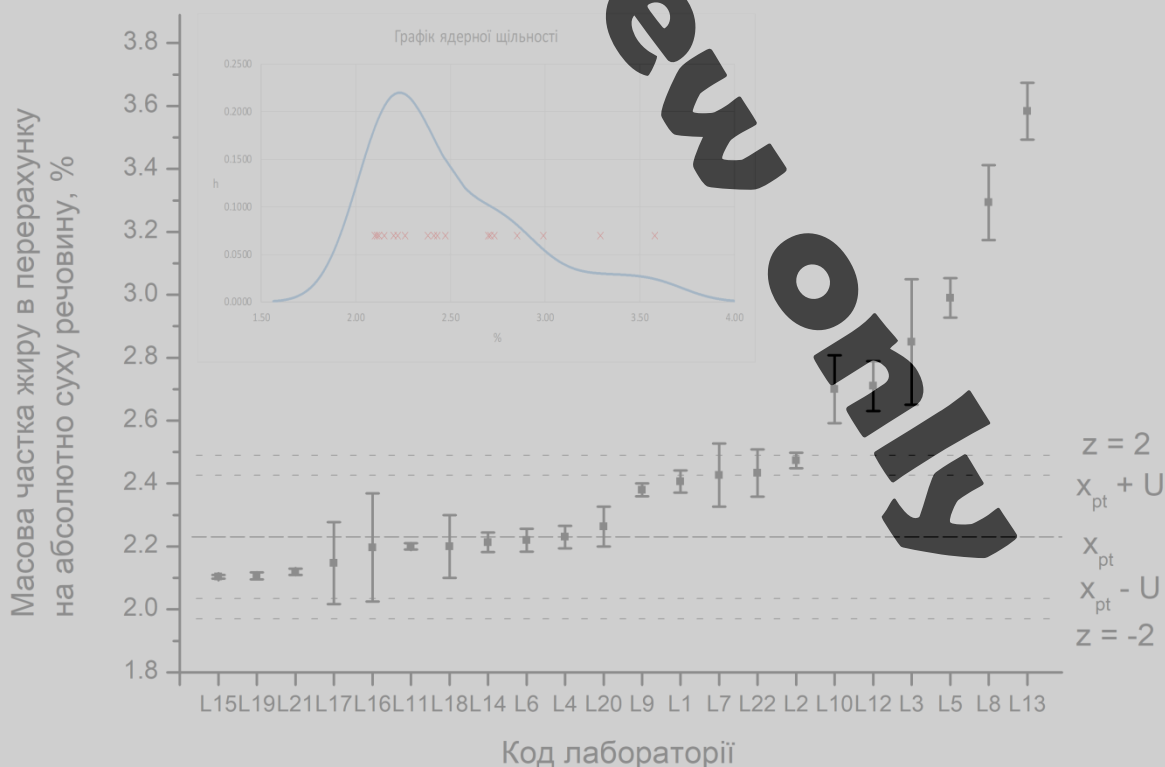


Рис. 3. Результати лабораторій для показника II (масова частка жиру у перерахунку на абсолютно суху речовину).

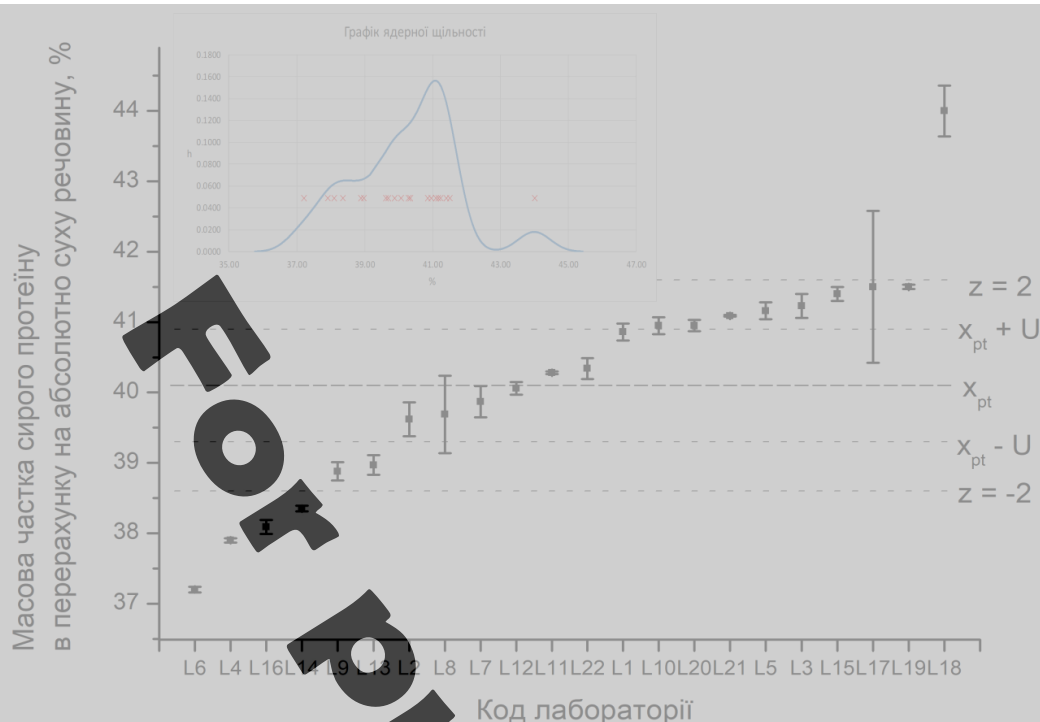


Рис.4. Результати лабораторій для показника III (масова частка сирого протеїну у перерахунку на абсолютно суху речовину).

Висновки

Пілотне випробування нової схеми програми професійного тестування «Визначення масової частки вологи та летких речовин, жиру в перерахунку на абсолютно суху речовину, масової частки сирого протеїну в абсолютно сухій речовині у шроті ріпаковому» можна вважати успішним. За відсутності уніфікованих методів випробувань та атестованих стандартних разків дана схема дозволить лабораторіям покращити їхню систему якості, як це вимагає стандарт ISO 17025. В ході раунду контрольний зразок перевірки компетентності продемонстрував стабільність та гомогенність. Більшість лабораторій отримали задовільні результати функціонування. Встановлено, що методи випробувань для визначення показників I та III еквівалентні. Таким чином, для показників I та III незадовільні результати окремих лабораторій пов'язані з лабораторним зміщенням, а не використаним методом випробувань. В той же час встановлено, що різні методи випробувань не еквівалентні при визначенні показника II. Так, результати визначення вмісту жиру, отримані за не чинним в Україні стандартом ГОСТ 13496.15-97, завищені. В подальшому даний раунд планується включити в сферу акредитації провайдера.

Література

1. <https://latifundist.com/cards/22-shrot-v-fazreze-plyusy-i-minusy-produkta>
2. ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.
3. Olivares I.R.B., de Souza G.B., de Araujo Nogueira A.R., et al. Trends in the development of proficiency testing for chemical analysis: focus on food and environmental matrices. *Accred Qual Assur.* 2022, 27, 55–83.
4. B. Brookman and I. Mann (eds.) Eurachem Guide: Selection, Use and Interpretation of Proficiency Testing (PT) Schemes (3rd ed. 2021). Dostupnij cherez www.eurachem.org.
5. ISO 13528:2015 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison.
6. Thompson M., Ellison S.L.R., Wood R. The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories. *Pure Appl. Chem.* 2006, 78(1), 145–196.
7. Thompson M. Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing. *Analyst.* 2000, 125, 385–386.
8. ISO/IEC 17043:2010 Conformity assessment — General requirements for proficiency testing.
9. JCGM 100:2008, Evaluation of Measurement Data – Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, 2008.
10. Thompson M., Ellison S.L.R. Dark uncertainty. *Accred Qual Assur.* 2011, 16, 483–487.