

Проведення міжлабораторних порівнянь різних ручних методик



**Роман
Михалко,**

директор
Українського Наукового
Інституту Сертифікації

Міжлабораторні порівняння (МП) (interlaboratory comparison) — організація, виконання та оцінювання вимірювання або випробування на тому самому чи подібних зразках двома або більше лабораторіями відповідно до заздалегідь визначених умов.

Відповідно до політики Національного агентства з акредитації України (НААУ) усі акредитовані лабораторії повинні успішно брати участь, щонайменше, в одному міжлабораторному порівнянні результатів вимірювань відповідно до стандарту **ДСТУ EN ISO/IEC 17043:2017 (ISO/IEC 17043:2010)** (за кожним видом випробувань).



**Андрій
Чуєнко,**

к.б.н., начальник
випробувальної
лабораторії Українського
Наукового Інституту
Сертифікації

ВАЖЛИВО!

Лабораторія має здійснювати моніторинг своєї діяльності шляхом порівняння з результатами інших лабораторій, де це можливо та доцільно. Дані моніторингу мають бути проаналізовані, використані для контролювання та, якщо застосовно, для поліпшення лабораторної діяльності. Якщо результати аналізування даних моніторингу виявляються поза межами заздалегідь установлених критеріїв, має бути вжито відповідних заходів для запобігання подання неправильних результатів.

Міжлабораторні порівняння без акредитованого провайдера (третьої сторони)

На відміну від перевірки на професійність, допустимо проводити міжлабораторні порівняння без акредитованого провайдера (третьої сторони). Це пов'язано з тим, що знайти провайдера, або координатора, який відповідає вимогам **ДСТУ EN ISO/IEC 17043:2017** досить складно. В Україні таких провайдерів всього чотири, а сфера їх діяльності досить обмежена, а координатори міжнародних МП також не завжди є прийнятними.

Перший етап

На першому етапі лабораторія має визначити метод, за яким вона буде проводити МП та знайти лабораторію, акредитовану за стандартом ISO/IEC 17025:2019 або таку, яка ще не має атестату акредитації, але має докази відповідності вимогам цих стандартів. Всю інформація про акредитовані лабораторії можна знайти на сайті НААУ.

Керівники лабораторій домовляються про зручний час проведення МП та переходять до етапу придбання зразку.

ЕТАП 1

В ідеальному варіанті він має бути стандартизованим, однак це не завжди можливо, особливо коли випробовують вироби медичної продукції, полімери, тканини тощо. Зазвичай закупають одного найменування, марки та партії в одного виробника чи постачальника. Мінімальна кількість зразків необхідна для випробувань становить 25-30 одиниць.

ВАЖЛИВО!

Другий етап

На наступному етапі лабораторії проводять випробування та розраховують наступні показники:

- середні арифметичне значення ($\bar{X}_1, \bar{X}_2, \dots, \bar{X}_n$), де n — кількість лабораторій які одночасно беруть участь у МП;
- розширені невизначеності (U_1, U_2, \dots, U_n), де n — кількість лабораторій які одночасно беруть участь у МП;
- середнє значення вибірки даних лабораторій, результати яких порівнюють, \bar{U} ;
- стандартне відхилення вибірки даних лабораторій, результати яких порівнюють, σ .

ЕТАП 2

За домовленістю значення однієї з лабораторій приймають за еталонне. Критерієм такого прийняття може бути значний сталий досвід випробувань за методом щодо якого проводять МП, попередня участь лабораторії у МП або перевірки професійності із задовільним результатом.

ВАЖЛИВО!

Середнє арифметичне та розширену невизначеність, отриману даною лабораторією позначають як X_{ref} , U_{ref} відповідно.

Виходячи зі значень середнього арифметичного та розширеної невизначеності **розраховуємо нормалізовану похибку:**

$$E_n = \frac{\bar{X}_i - \bar{X}_{ref}}{\sqrt{U_i^2 + U_{ref}^2}} \quad (1)$$

Задовільним вважають результат нормалізованої похибки, що знаходиться в межах від -1 до +1. Незадовільним вважають результат нормалізованої похибки, що знаходиться в межах менше -1 та більше +1.

Також розраховують Z-показник:

$$Z_i = \frac{\bar{X}_i - \bar{y}}{\sigma} \quad (2)$$

Задовільним вважають значення Z-показника, що є меншим 2;

Сумнівним вважають значення Z-показника, що знаходиться в межах більше 2 та менше 3;

Незадовільним вважають значення Z-показника, що є більшим 3;

У випадку отримання незадовільних результатів, необхідно звернути увагу на:

- однорідність зразку, особливості його відбору та процедуру пробопідготовки;
- компетентність персоналу;
- умови проведення випробувань;
- якість допоміжних реагентів (наприклад рН дистильованої води або буферного розчину);
- справність обладнання та актуальність даних щодо його калібрування.

Після виявлення невідповідностей необхідно провести їх усунення та провести повторні МП до задовільного результату.

В ряді випадків використання Z-індексів не дозволяє дати однозначну оцінку результатів МП. По-перше, класична теорія похибок, заснована на нормальному розподілі, неприйнятна при обробці малої кількості вимірів, що характерно для різних ручних методик. По-друге, не існує однозначної відповіді, яким чином визначати значення. Нормативні документи, якими керуються провайдери МП, передбачають різні способи визначення середньоквадратичного відхилення похибки. Їх детальний перелік наведено в ДСТУ ISO 13528:20146 «Статистичні методи для застосування під час перевірки професійного рівня за допомогою міжлабораторних порівнянь»:

- на основі прописаного значення характеристики похибки методики випробувань;

- на основі значення, бажаного для досягнення лабораторіями-учасниками МП;
- на основі значення отриманого з загальної моделі відтворюваності даних (крива Хорвіца);
- на основі значення, обрахованого із застосуванням приписаних характеристик прецизійності;
- на основі значень, отриманих по результатам МП.

Варто враховувати, що значна кількість вимірювань не мають приписаних характеристик похибки, а при їх обчисленні на основі приписаних характеристик не враховують систематичну похибку методики. Значення середньоквадратичного відхилення похибки, яке обраховане на основі експериментальних даних, можуть суттєво відрізнятися в залежності від алгоритму їх розрахунку. Це призводить до суттєвих відхилень в значення Z-індексів, що можуть при цьому відрізнятися в два рази. Таким чином, оцінка результатів МП, заснована на застосуванні Z-індексів при використанні ручних методів і малої кількості зразків не є однозначною і може бути джерелом конфліктної ситуації.

ВАЖЛИВО!

В математичній статистиці оцінку малих виборок прийнято проводити на основі коефіцієнта Стьюдента, який залежить від заданої довірчої вірогідності (P) та числа ступенів свободи ($f = n - 1$).

$$t_i = \frac{|X_i - C|}{\sqrt{\frac{S^2}{N} + \frac{\Delta_{\text{ат}}^2}{3}}} \quad (3),$$

де

t_i — значення статистики Стьюдента для i -ої лабораторії;

X_i — результат випробувань i -ої лабораторії;

S_2 — вибіркова дисперсія результатів МП;

N — кількість лабораторій — учасників МП

$\Delta_{\text{ат}}$ — похибка атестованого значення зразку для контролю.

Розрахункове значення статистики Стьюдента t_i порівнюють з табличним значенням критерію Стьюдента $t_{p,f}$ при числі ступенів свободи (f) для довірчої вірогідності $P = 0,95$. Якщо розрахункове значення статистики Стьюдента менше або дорівнює табличному значенню $t_i \leq t_{p,f}$ то результат i -ої лабораторії вважають задовільним, якщо значенню $t_i > t_{p,f}$ то результат i -ої лабораторії вважають незадовільним.

Цей процес дозволяє з'ясувати, наскільки методики є надійними та повторюваними, а також допомагає вдосконалити їх для майбутніх застосувань. ■

ВАЖЛИВО!