

EUROLAB "Cook Book" – Doc No. 4

Translated into Russian by LLC "Profilab" (with the permission of EUROLAB)

"Поваренная книга" EUROLAB – Документ No. 4

Переведено на русский язык ООО "Профилаб" (с разрешения EUROLAB)

Использование лабораторией результатов межлабораторных сличений: Часть А

Актуальность межлабораторных сличений

Межлабораторные сличения (МЛС) проводят по разным причинам [1], например,

- для валидации методик измерений/испытаний;
- для сертификации стандартных образцов;
- для оценивания компетентности лабораторий (проверки квалификации);
- или более общей, для исследования степени сопоставимости (*прим. пер.* – результатов) среди лабораторий.

Независимо от конкретной цели(ей) МЛС участвующая лаборатория может использовать результаты для

- проверки функционирования своих собственных методик испытаний и/или своего персонала;
- демонстрации своей компетентности заказчикам или органам по аккредитации;
- получения полезной информации для оценивания своей неопределенности измерений.

Определение показателей по данным МЛС

В проверках квалификации (РТ) провайдеры РТ часто оценивают показатели как количественные меры функционирования лаборатории. Существует некоторое количество различных показателей, три из которых используются чаще всего [2]:

Показатель z:

$$z = \frac{|x_{lab} - x_{ass}|}{\sigma_{pt}}$$

Показатель z':

$$z' = \frac{|x_{lab} - x_{ass}|}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u_{ass}^2}}$$

Показатель дзета:

$$\zeta = \frac{|x_{lab} - x_{ass}|}{\sqrt{u_{lab}^2 + u_{ass}^2}}$$

(где x_{lab} – результат лаборатории, x_{ass} – приписанное значение, σ_{pt} – стандартное отклонение для оценки квалификации, u_{ass} – стандартная неопределенность приписанного значения, u_{lab} – стандартная неопределенность результата лаборатории).

Числители трех количественных показателей дают (абсолютную) разность между результатом лаборатории и приписанным значением, которое может быть либо установлено в одной или нескольких эталонных (референтных) лабораториях, либо получено как согласованное значение от группы участвующих лабораторий. Стандартное отклонение σ_{pt} в знаменателе показателя z является мерой фактической или принятой изменчивости результатов. Когда неопределенность приписанного значения более $0,3 \cdot \sigma_{pt}$, эта неопределенность добавляется к стандартному отклонению в знаменателе показателя z' . Знаменатель показателя $dzeta$ представляет суммарную стандартную неопределенность разности в числителе. Таким образом, три показателя имеют общую черту: фактическая разность между результатом лаборатории и приписанным значением оценивается по отношению к оценке (ожидаемого или приемлемого) разброса результатов. Различие между двумя показателями заключается в том, что показатель z оценивает все лаборатории относительно одного численного значения, тогда как показатель $dzeta$ позволяет принимать во внимание точность, заявленную каждой лабораторией¹. Рекомендуется, чтобы провайдеры проверки квалификации применяли робастные статистики для отклонения выбросов. В последней редакции ISO 13528 описано несколько алгоритмов с эффективностью и пороговыми точками для процедур.

Провайдеры РТ часто применяют следующую классификацию для результатов участвующих лабораторий:

$z, z', dzeta \leq 2$:	удовлетворительный результат,
$2 < z, z', dzeta < 3$:	сомнительный результат,
$z, z', dzeta \geq 3$:	неудовлетворительный результат.

Анализ лабораторией данных МЛС

Чтобы использовать результаты МЛС для целей, указанных в разделе 1, лаборатории после участия в МЛС следует тщательно проанализировать свой результат, принимая во внимание имеющуюся информацию, такую как:

- заявления о неопределенности применяемой методики испытаний в стандарте, литературе и т.д.;
- своя собственная оценка неопределенности;
- стандартное отклонение результатов всех лабораторий, участвовавших в этих МЛС;
- неопределенность, приемлемая для лаборатории и их заказчиков.

Даже если организатор МЛС предоставляет результаты, классифицированные как удовлетворительные или неудовлетворительные, лаборатории не следует просто полагаться на это решение. Например, если организатор использует стандартное отклонение σ_{pt} для показателя z , которое лаборатория рассматривает как не соответствующее цели (ffp), то она (*прим. пер.* – лаборатория) может рассчитать модифицированный показатель z с применением $\sigma_{pt, ffp}$ в соответствии со своими потребностями или потребностями своих заказчиков [3].

¹ Другой показатель, часто используемый в области калибровки и достаточно схожий с показателем $dzeta$, называется числом E_n и рассчитывается как

$$E_n = \frac{|x_{lab} - x_{ass}|}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ass}^2}}$$

В этом случае знаменатель содержит расширенные неопределенности U ($k = 2$) вместо стандартных неопределенностей u ($k = 1$) и, следовательно, $E_n < 1$ является критерием для удовлетворительного результата, а $E_n > 1$ будет рассматриваться как неудовлетворительный результат.

В случае неудовлетворительного результата лаборатории следует выполнить анализ основных причин и, на основании полученных результатов, предпринять корректирующие действия. Иногда организатор МЛС может давать советы. После выполнения корректирующих действий лаборатории следует подтвердить их эффективность, например, посредством

- использования подходящего стандартного образца;
- участия в других МЛС.

Кроме того, результаты МЛС являются важным средством для проверки оценки неопределенности применяемой методики испытаний [4, 5, 6]. Если оценки неопределенности лаборатории оказываются слишком завышенными или слишком заниженными, то лаборатории следует соответствующим образом ее скорректировать.

Заключение

Независимо от возможной классификации организатором результатов МЛС как удовлетворительных или неудовлетворительных, участвующей лаборатории следует тщательно проанализировать свои результаты, основываясь на своих собственных критериях. Если после этого результат окажется неудовлетворительным, то лаборатории следует предпринять соответствующие корректирующие действия и убедиться, что эти действия эффективны.

Кроме того, результаты МЛС следует использовать для проверки или улучшения оценок неопределенности измерений применяемой методики испытаний.

Ссылки

- [1] ISO/IEC 17043, Conformity assessment – General requirements for proficiency testing, 2010 (ISO/IEC 17043, Оценка соответствия – Основные требования к проведению проверки квалификации)
- [2] ISO 13528, Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons, 2015 (ISO 13528, Статистические методы, применяемые при проверке квалификации лабораторий посредством межлабораторных сличений)
- [3] IUPAC, The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories, Pure Appl. Chem., 78 (2006), 145 – 196 (IUPAC, Международный гармонизированный протокол по проверкам квалификации в лабораториях аналитической химии)
- [4] NORDTEST Technical Report 537, Handbook for Calculation of Measurement Uncertainty in Environmental Laboratories, 2017, www.nordicinnovation.net/nordtest.cfm (Технический отчет 537 NORDTEST, Справочник по вычислению неопределенности измерений в лабораториях окружающей среды)
- [5] EUROLAB Technical Report 1/2006, Guide to the Evaluation of Measurement Uncertainty for Quantitative Results, www.eurolab.org (Технический отчет 1/2006 EUROLAB, Руководство по оцениванию неопределенности измерений количественных результатов)
- [6] EUROLAB Technical Report 1/2007, Measurement uncertainty revisited: Alternative approaches to uncertainty evaluation, www.eurolab.org (Технический отчет 1/2007 EUROLAB, Пересмотр неопределенности измерений: Альтернативные подходы к оцениванию неопределенности)

За перевод настоящей CookBook и любые дополнительные правки несет ответственность ООО «Профилаб».