

Роль міжлабораторних звірень у функціонуванні метрологічної системи України

Глебов А. Б.¹ , Деньгуб О. В.²

^{1,2} ДП «Укрметртестстандарт», Україна

E-mail: glebov@ukrcsm.kiev.ua

Анотація

Розглянуто питання застосування міжлабораторних звірень для забезпечення функціонування національної метрологічної системи в частині міжнародного визнання національних еталонів (міжнародні звірення еталонів), створення та підтримки системи передачі розмірів одиниць вимірювань (оцінка характеристик методик вимірювань та сертифікація стандартних зразків методом міжлабораторного експерименту), підтвердження компетентності калібрувальних, випробувальних та медичних лабораторій під час їх акредитації (перевірка кваліфікації). Надано інформацію про діючу європейську інформаційну систему з перевірок кваліфікації EPTIS. Розглянуто програми перевірки кваліфікації, що різняться за типом лабораторних досліджень. Запропоновано підходи до оцінки характеристик функціонування учасників для програм перевірки кваліфікації при калібруванні. Наведено рекомендації міжнародних документів щодо моніторингу достовірності результатів діяльності лабораторії.

Опубліковано

05.05.23



Ключові слова: міжлабораторні звірення, перевірка кваліфікації, лабораторія, зразок.

1. Вступ

Адекватна оцінка компетентності лабораторій та, відповідно, надійності наданих ними результатів дозволяє уникнути прийняття помилкових рішень щодо відповідності продукції встановленим вимогам, що забезпечує права споживачів на отримання правдивої інформації щодо якості та безпеки продукції, сприяє взаємному визнанню результатів випробувань і, відповідно, сертифікатів, що, у свою чергу, збільшує товарообмін між країнами, підвищує ефективність роботи державних контролюючих органів. Найбільш ефективним методом оцінки компетентності лабораторій є перевірка кваліфікації (РТ) шляхом міжлабораторних звірень, яку по-

чали впроваджувати в середині 20-го століття у практику роботи хіміко-аналітичних лабораторій в найбільше метрологічно розвинених країн світу.

Питанням РТ у світі приділяється велика увага. Зокрема, в даний час функціонує європейська інформаційна система з перевірок кваліфікації EPTIS (European Proficiency Testing Information System), що налічує понад 6000 програм РТ від провайдерів із 49 країн світу. EPTIS почала роботу як проект Європейського Союзу (ЄС) у 2000 році і підтримується низкою організацій, наприклад, Міжнародним співробітництвом у галузі акредитації лабораторій (ILAC), Європейським співробітництвом у галузі акредитації (EA). EPTIS – це спільний проект, який здійснюється близько 40

партнерськими організаціями по всьому світу, в основному органами з акредитації та національними організаціями з випробувань та метрології.

Лабораторії можуть прийняти рішення щодо проведення міжлабораторних звірень між собою. У таких звірваннях можуть брати участь як лабораторії однієї організації (наприклад, з різних місць розташування) так і лабораторії з різних організацій. Однак слід зауважити, що вибір участі у подібних міжлабораторних звірваннях (як правило, з обмеженою кількістю учасників: від 2 до 7) повинен здійснюватися тільки після ретельної оцінки існуючих програм РТ на ринку та прийняття відповідного рішення з причини:

- відсутності доступної придатної програми РТ, наприклад, у сферах з прискореним технічним розвитком (мобільний інтернет), або там, де вимірювання дуже поглиблені (повномасштабні випробування на вогнестійкість), або в галузях, де кілька лабораторій виконують специфічні вимірювання; або в галузях, де проведення РТ недоцільно;
- створення необґрунтованою навантаження для лабораторії;
- невеликої кількості існуючих лабораторій у галузі.

Орган з акредитації оцінює участь лабораторії у таких міжлабораторних звірваннях. Регулярна участь у РТ дозволяє лабораторіям спостерігати за зміною показників у часі та виявляти певні тенденції ще до того, як вони перетворюються на проблеми. При використанні різних методів досліджень учасниками, кожен з них отримує можливість порівняти показники його методу з показниками інших застосованих методів. Участь у РТ дає можливість перевірити наявність систематичної похибки з урахуванням впливу матриці та діапазону вмісту компонента, який визначається за наявністю надійної оцінки приписаного «істинного значення», прийнятого для РТ. Участь у кількох раундах РТ також дозволяє

отримувати дані про непостійність систематичної похибки, які можна врахувати як складову для оцінки невизначеності вимірювань у лабораторії. Результати участі в РТ дозволяють перевірити правдоподібність отриманої в лабораторії оцінки невизначеності вимірювань, а також служать доказом компетентності для замовників, органів з акредитації та регуляторних органів. РТ також важлива з погляду професійної підготовленості працівників лабораторії, наприклад, вона може засвідчити успішність підготовки персоналу або необхідність додаткового навчання.

2. Основна частина

Міжлабораторні звірення передбачають організацію, проведення та оцінку випробувань одних і тих же або аналогічних зразків двома або більше лабораторіями відповідно до попередньо встановлених правил і застосовуються практично для всіх видів наукової та технічної діяльності, залежно від якої обирають цілі, регламент проведення та учасників.

Документ ^[1] визначає 10 завдань, які розв'язують міжлабораторними звірваннями. Так, наприклад, при розробці стандартних зразків проводяться міжлабораторні звірення з метою їхньої сертифікації, при валідації методу оцінюють такі його характеристики, як правильність та прецизійність, на найвищому метрологічному рівні оцінюють результати вимірювань, отримані з використанням національних еталонів одиниць фізичних величин у рамках проведення ключових звірень.

Програми перевірки кваліфікації – також відомі у практиці медичних лабораторій як «програми зовнішньої оцінки якості (EQA)» – найбільше об'єктивний засіб оцінки якості виконання рутинних вимірювань. Програми РТ є найпоширенішим та, можливо, найважливішим видом міжлабораторних звірень. У Таблиці 1 наведено приклади міжлабораторних звірень з характерними особливостями за типом розв'язуваних завдань.

Параметр	Перевірка кваліфікації	Оцінка придатності методу	Сертифікація стандартних зразків
Оцінка	Результати роботи лабораторії	Характеристики методики	Опорні значення величин
Кількість лабораторій	Не важливо* (як правило)	не менше 8	не менше 12
Досвід лабораторій	Різний	Тільки досвідчені	Тільки досвідчені
Аналітичний метод	Різноманітні	Строго визначені	Різноманітні
Відмінність у компетентності лабораторій	Значне	Низьке	Низьке
Простежуваність	Не вимагається	Потрібно	Дуже важлива
Вихідні величини	$X, \sigma, z, z(z', \xi, E_n)$	r, R	$X \rightarrow \mu, U$
Стандарти	[1]	[3]	[4], [5]

* Крім випадків, коли приписані значення вимірюваних величин визначають на підставі консенсусу отриманих від учасників результатів вимірювань.

Таблиця 1. Приклади міжлабораторних звірень

У Таблиці 1 прийнято такі умовні позначення:

X – приписане значення величини у зразку для міжлабораторних звірень;

σ – стандартне відхилення для РТ;

$z(z', \xi, E_n)$ – статистика функціонування, прийнята для даної програми РТ;

r, R – межі збіжності та відтворюваності методики вимірювань;

μ – отримане опорне значення величини;

U – розширена невизначеність опорного значення величини.

Зусилля, спрямовані на демонстрацію та вдосконалення вимірювальних та калібрувальних можливостей, передбачають усе більше впровадження у практику лабораторій процедури міжлабораторних звірень. За кожної акредитації випробувальної або калібрувальної лабораторії на відповідність вимогам [2] одним із ключових питань підтвердження компетентності є результати її участі в РТ відповідно до [1] або інших міжлабораторних звірень.

Калібрувальні та випробувальні лабораторії відіграють ключову роль у функціонуванні національної метрологічної системи та відповідно до [6] проходять процедуру акредитації на відповідність вимогам [2] (калібрувальні лабораторії – у добровільному порядку). При цьому [2] передбачає здійснення моніторингу їхньої діяльності шляхом порівняння з результатами інших лабораторій, якщо це можливо та доречно. Такий моніторинг повинен включати участь у перевірках кваліфікації або міжлабораторних звіреннях, відмінних від перевірок кваліфікації.

Провайдери перевірок кваліфікації (або у разі реалізації інших типів міжлабораторних порівнянь – організатори) мають бути компетентними, перш за все, у частині вимірювань властивостей, які визначаються. Відповідність вимогам [2] може використовуватися як демонстрація компетентності лабораторії провайдера. Основним елементом підтвердження компетентності згідно з [2] є демонстрація метрологічної простежуваності. Прийнятий на міжнародному рівні переважаючий спосіб демонстрації метрологічної простежува-

ності – це застосування еталонів національних метрологічних інститутів, калібрувальні та вимірювальні можливості яких офіційно визнані за результатами паритетної оцінки в рамках CIPM MRA та занесені до Додатку С ВІРМ КСДВ (бази даних з ключових звірень, сформованої Міжнародним бюро мір та ваг).

За типом лабораторних досліджень програми РТ можна поділити на кількісні та якісні. Підходи до оцінки функціонування для кількісних програм докладно описані, наприклад, в [7] і передбачають розрахунки та інтерпретацію: оцінок відхилень, z -показників, z' -показників, ξ -показників або числа E_n . До якісних властивостей не застосовують методи статистичної обробки, тому вибір та інтерпретація оцінок функціонування для якісних та кількісних програм РТ суттєво різняться. Прикладами якісних властивостей зразків для РТ можуть бути:

До якісних властивостей не застосовують методи статистичної обробки, тому вибір та інтерпретація оцінок функціонування для якісних та кількісних програм РТ суттєво різняться.

Прикладами якісних властивостей зразків для РТ можуть бути:

- послідовність фрагментів ДНК;
- основна речовина у хімічному реактиві;
- клас (тип) об'єкта дослідження та ін.

Найчастіше встановлення значення якісної властивості зразка для РТ може представляти досить складне завдання. Так, наприклад, при дослідженні однорідності такого зразка використовується припущення про гіпергеометричний розподіл з подальшою перевіркою за критерієм Пірсона (χ^2). Для оцінки стабільності можна використовувати ті ж самі експериментальні процедури, які застосовані при дослідженні однорідності, але оцінюючи їх із урахуванням перебігу часу. При встановленні значення якісної властивості зразка для РТ, як правило, використовуються ймовірні оцінки. Приклад такого підходу наведено нижче.

Зразок для РТ – цільна кров; вимірювана величина – кількість лейкоцитів; характеристика

функціонування – бальна оцінка залежно від потрапляння результату учасника в довірчий інтервал, розрахований за формулою Вілсона [8] (максимальна кількість балів – 3):

- для нижньої межі довірчого інтервалу:

$$\frac{P + \frac{z_{(1-\alpha/2)}^2}{2n} - z_{(1-\alpha/2)} \cdot \sqrt{\frac{P(1-P)}{n} + \frac{z_{(1-\alpha/2)}^2}{4n^2}}}{1 + \frac{z_{(1-\alpha/2)}^2}{2n}} \quad (1),$$

- для верхньої межі довірчого інтервалу:

$$\frac{P + \frac{z_{(1-\alpha/2)}^2}{2n} + z_{(1-\alpha/2)} \cdot \sqrt{\frac{P(1-P)}{n} + \frac{z_{(1-\alpha/2)}^2}{4n^2}}}{1 + \frac{z_{(1-\alpha/2)}^2}{n}} \quad (2),$$

де P – частота появи ознаки у вибірці;

$z_{(1-\alpha/2)}$ – квантиль нормального розподілу;

n – кількість спостережень.

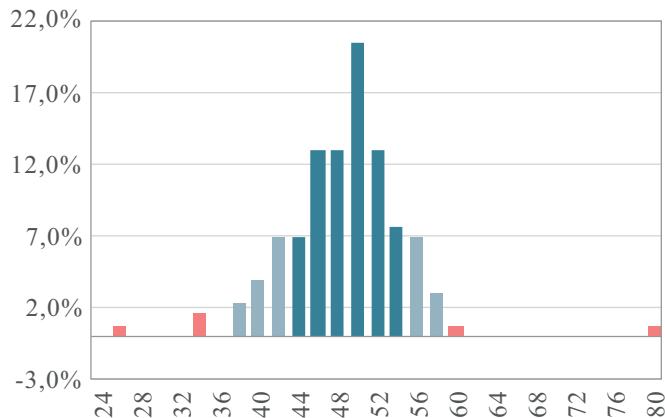


Рис. 1. Графічна інтерпретація характеристик функціонування програми РТ якісних властивостей

■ – результати підрахунку кількості лейкоцитів знаходяться в межах діапазону від 43 до 55 з ймовірністю $p \sim 75\%$;

■ – результати підрахунку кількості лейкоцитів знаходяться в межах діапазону від 38 до 58 з ймовірністю $p \sim 95\%$;

■ – результати підрахунку кількості лейкоцитів знаходяться за межами діапазону від 38 до 58 з ймовірністю $p < 5\%$.

Окремо слід виділити тип програм РТ, які називаються «інтерпретаційні». У цих програмах зразком РТ є набір інформації, який може включати

текстові, числові або графічні дані. Інтерпретаційні програми не передбачають виконання будь-яких вимірів, а протоколи (звіти) учасників містять інформацію, яка є рішенням поставленого провайдером завдання.

Програми РТ в області калібрування засобів вимірювань можна розділити на три групи, опис яких наведено нижче.

1. РТ в області калібрування мір

У даних РТ зразок, який є мірою, надається учасникам послідовно або за радіальною схемою з поверненням провайдеру або після кожного учасника, або після декількох учасників.

Як характеристику функціонування використовується число E_n , яке розраховують за формулою:

$$E_n = \frac{x - X}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}} \quad (3),$$

де

x – результат вимірювання учасника з використанням еталона учасника;

X – приписане значення;

U_{lab} – розширена невизначеність, пов'язана із результатом учасника;

U_{ref} – розширена невизначеність приписаного значення.

2. РТ в області калібрування вимірювальних приладів

У даних РТ зразком є вимірювальний прилад, який надається учасникам за радіальною схемою з поверненням провайдеру після кожного учасника. Якщо в якості зразка використовується вимірювальний прилад, транспортування якого з різних причин небажане, учасники виконують необхідні вимірювання з використанням власних еталонів на місці стаціонарного розміщення вимірювального приладу згідно з встановленим провайдером графіком.

Як характеристику функціонування використовується число E_n , яке розраховують за формулою:

$$E_n = \frac{d - D}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}} \quad (4),$$

де

d – зсув результату вимірювання учасника від значення, що відтворюється еталоном учасника в даній точці калібрування;

D – зсув результату вимірювання референтної лабораторії (часто провайдера) від значення, що відтворюється еталоном референтної лабораторії (опорного значення);

U_{lab} – розширена невизначеність, пов'язана із результатом учасника;

U_{ref} – розширена невизначеність, пов'язана з результатом референтної лабораторії.

3. Інтерпретаційна програма РТ в області калібрування

Зразок для РТ – змодельовані набори даних, що імітують результати вимірювання при калібруванні. Кожен учасник отримує свій індивідуальний набір.

Приклад інтерпретаційної програми РТ у сфері калібрування представлений нижче.

Звітні дані – бюджет невизначеності, розширена невизначеність для відкаліброваного зразка.

Характеристики функціонування оцінюють за бальною шкалою за трьома блоками:

- Перший блок – виявлення викидів:
 - 1 бал отримує лабораторія, що правильно виявила викид(-и);
 - 0 балів отримує лабораторія, яка неправильно виявила викид(и).
- Другий блок – складання бюджету невизначеності. Джерела невизначеності:
 - 3 бали отримує лабораторія, яка врахувала всі основні джерела невизначеності;

- 2 бали отримує лабораторія, яка не врахувала 1 основне джерело невизначеності;
- 1 бал отримує лабораторія, яка не врахувала 2 основні джерела невизначеності;
- 0 балів отримує лабораторія, яка не врахувала 3 та більше основних джерел невизначеності.

Вклади у сумарну стандартну невизначеність:

- 3 бали отримує лабораторія, яка правильно розрахувала вклади всіх основних джерел невизначеності;
 - 2 бали отримує лабораторія, яка неправильно розрахувала вклад одного основного джерела невизначеності;
 - 1 бал отримує лабораторія, яка неправильно розрахувала внески двох основних джерел невизначеності;
 - 0 балів отримує лабораторія, яка неправильно розрахувала вклади трьох і більше основних джерел невизначеності.
- Третій блок – розрахунок розширеної невизначеності:
 - 1 бал отримує лабораторія, яка правильно розрахувала розширену невизначеність;
 - 0 балів отримує лабораторія, яка неправильно розрахувала розширену невизначеність.

Оцінкою функціонування учасника в даному випадку є сума балів, яку учасник може співвіднести з максимально можливою.

Документом [2] передбачено необхідність проведення лабораторією моніторингу достовірності результатів своєї діяльності. Цей моніторинг повинен включати, наприклад, використання стандартних зразків або зразків для контролю точності; використання альтернативного обладнання, яке було відкаліброване, для забезпечення простежуваності результатів та ін. Крім того, де це доступно (корисно, в першу чергу, для самої лабораторії) та повною мірою відповідає сфері

діяльності лабораторії моніторинг може здійснюватися шляхом порівняння з результатами інших лабораторій як в рамках участі у перевірках кваліфікації згідно [1], так і в рамках участі у інших міжлабораторних звіреннях, відмінних від перевірок кваліфікації. Документом [9] передбачено обов'язкову участь лабораторії в міжлабораторних звіреннях за кожним видом вимірювань у кожному роді вимірюваної величини (для калібрувальних лабораторій), за кожним напрямом своєї діяльності (для випробувальних та медичних лабораторій). Однак, документами [10] та [11] лабораторіям рекомендовано брати участь у міжлабораторних звіреннях у конкретній сфері технічної компетентності, що включає вимірювальний процес, характеристику, що визначається та об'єкт, що підлягає дослідженню, після ретельного аналізу внутрішніх резервів, що ґрунтуються на можливості:

- регулярного використання (сертифікованих) стандартних зразків;
- порівняння результатів, отриманих незалежними методами, заснованими на різних фізичних принципах вимірювань;
- використання результатів внутрішнього контролю якості;
- проведення внутрішньолабораторних звірень, наприклад, аналізу «сліпих» проб;
- забезпечення надійного ланцюга метрологічної простежуваності.

Під терміном «вимірювальний процес» слід розуміти процес вимірювання характеристики (що підлягає визначенню вимірюваної величини), включаючи будь-яку попередню обробку, необхідну для перетворення зразка в тому вигляді, в якому він був отриманий лабораторією, у форму, придатну для виконання вимірювань. Визначення даного терміна наведено повністю, оскільки він відсутній в [12], де дано визначення принципу вимірювання, методу вимірювання, процедури (методики) вимірювання, жодне з яких повною мірою не відповідає наведеному.

3. Висновки

1. Перевірка кваліфікації за допомогою між-лабораторних звірень є дієвим інструментом для підвищення якості наукових та експертних досліджень, сертифікаційних випробувань, повнішого задоволення вимог замовників, отримання достовірної інформації про якість продукції, що надходить на ринок, а також сприяє взаємному, в тому числі, міжнародному визнанню результатів випробувань, калібрування та усунення технічних бар'єрів у торгівлі.

2. Результати участі в програмах РТ дозволяють лабораторіям об'єктивно оцінити свою діяльність, забезпечити цінне джерело інформа-

ції для виявлення помилок у роботі та провести коригувальні дії для їх усунення. Успішна участь у програмах перевірки кваліфікації є відмінною здатністю демонстрації технічної компетентності лабораторій відповідно до вимог міжнародних стандартів [2] для випробувальних та калібрувальних лабораторій та [13] для медичних лабораторій державним органам та приватним клієнтам, а також у процесі акредитації.

3. Міжлабораторні звірення є високоефективним інструментом контролю якості, однак автори статті рекомендують зважено підходити до вибору процедури забезпечення достовірності результатів вимірювань (калібрування) у процесі демонстрації компетентності своєї лабораторії.

Посилання

1. ДСТУ EN ISO/IEC 17043:2017 (EN ISO/IEC 17043:2010; ISO/IEC 17043:2010, IDT) Оцінка відповідності. Загальні вимоги до перевірки професійного рівня.
2. ДСТУ EN ISO/IEC 17025:2019 (EN ISO/IEC 17025:2017, IDT; ISO/IEC 17025:2017, IDT) Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій.
3. ISO 5725-2:2019 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method.
4. ДСТУ ISO 17034:2020 (ISO 17034:2016, IDT) Загальні вимоги до компетентності виробників референтних матеріалів.
5. ДСТУ-Н ISO Guide 35:2018 (ISO Guide 35:2017, IDT) Референтні матеріали. Рекомендації з характеризування та оцінювання однорідності та стабільності.
6. Закон України «Про метрологію та метрологічну діяльність».
7. ДСТУ ISO 13528:2016 (ISO 13528:2015, IDT) Статистичні методи для застосування під час перевірки професійного рівня за допомогою міжлабораторних порівнянь.
8. За ред. Меньшикова В. В. 2002 Якість клінічних лабораторних досліджень. Нові горизонти та орієнтири. М., Аналітика.
9. ЗД-08.00.2 Політика НААУ щодо участі органів з оцінки відповідності у перевірках професійного рівня та міжлабораторних порівняннях, відмінних від перевірок професійного рівня.
10. ILAC-P9:06/201 4 ILAC Policy for Participation in Proficiency Testing Activities.
11. EA-4/18 G: 2021 Guidance on the level and frequency of proficiency testing participation.
12. JCGM 200:2012 International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM).
13. ДСТУ EN ISO 15189:2015 Лабораторії медичні. Вимоги до якості та компетентності (EN ISO 15189:2012, IDT).