

**МЕТОДОЛОГИЯ ОБРАБОТКИ ДАННЫХ**  
**МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ**  
ООО «Лаборатория качества»

## МЕТОДОЛОГИЯ ОБРАБОТКИ ДАННЫХ

В этом разделе приведены общие сведения, касающиеся порядка расчета основных статистических параметров, применяемых координаторами МСИ при обработке данных. При этом, те или иные величины могут быть определены разными способами. Мы оставляем за собой право пользоваться любым из них по своему усмотрению.

### 1. Истинное значение $\hat{X}$

Под истинным значением  $\hat{X}$  какого-либо показателя для данной пробы принимается его наиболее правдоподобная оценка. Истинное значение является контрольной точкой, с которой будут сравниваться результаты участников раунда МСИ. Для расчёта истинных значений существует ряд подходов, описанных в стандарте [1]. Принципы, лежащие в основе этих подходов, можно структурировать следующим образом:

1.1. Истинное значение  $\hat{X}$  определено на основе процедуры приготовления пробы. В этом случае проба готовится таким образом (синтезируется или обрабатывается), что истинное значение рассматриваемого показателя уже известно.

1.2. Пробы получают из лаборатории с высоким качеством выполнения анализов и высоким уровнем доверия. Истинное значение  $\hat{X}$  известно на основе данных от этой лаборатории. В этом случае такие пробы либо непосредственно используются для проведения раунда, либо по ним калибруется другая лаборатория, которая определяет истинное значение для проводимого раунда.

1.3. Истинное значение  $\hat{X}$  определяется как консенсусное от некоторой группы лабораторий, участвующих в раунде и имеющих высокий уровень доверия. В этом случае для расчёта используется алгоритм робастного среднего, описанный в стандартах [1] и [2]. Оценка величины неопределённости найденного истинного значения  $U_{\hat{X}}$  проводят на основе робастного стандартного отклонения  $s^*$ , рассчитанного с помощью алгоритма, описанного в стандарте [1].

1.4. Истинное значение  $\hat{X}$  определяется как консенсусное от всех лабораторий, участвующих в раунде МСИ. В этом случае оно рассчитывается как робастное среднее  $\hat{x}^*$  по алгоритму А из приложения С стандарта [1]. Оценка величины неопределённости найденного истинного значения  $U_{\hat{X}}$  проводят на основе робастного стандартного отклонения  $s^*$ , рассчитанного с помощью алгоритма, описанного в стандарте [1].

Решение о выборе того или иного способа оценки истинного значения принимает координатор схемы исходя из сложившейся практики и параметров проводимых раундов (количество участников, вид продукта, анализируемые показатели и т.п.).

### 2. Стандартное отклонение МСИ $\sigma_p$

Стандартное отклонение МСИ  $\sigma_p$  является мерой отклонения результатов участников МСИ от истинного значения  $\hat{X}$ . Для одного и того же продукта и показателя величина  $\sigma_p$  может значительно изменяться от раунда к

раунду в зависимости от множества факторов и от тех задач, которые ставит координатор схемы. Способы расчёта  $\sigma_p$  описаны в стандарте [1]. В этом стандарте можно выделить следующие основные способы оценки  $\sigma_p$ :

2.1. Постулированное значение. Координатор схемы может самостоятельно определить величину  $\sigma_p$  исходя из доступной информации о продукте и показателе и цели проведения раунда.

2.2. По восприятию

2.3. На основе какой-либо принятой математической модели. Одной из таких моделей является уравнение Хорвица ([1],[3]).

2.4. Величина  $\sigma_p$  для анализируемого показателя рассчитывается с помощью известных величин стандартного отклонения воспроизводимости  $\sigma_R$  и стандартного отклонения повторяемости  $\sigma_r$ , которые определяются в соответствующем стандарте для данного метода или из результатов специально проведённых исследований.

2.5. На основе данных от лабораторий-участников раунда. В этом случае  $\sigma_p$  принимается равной робастному стандартному отклонению  $s^*$ , рассчитанному по данным раунда с помощью алгоритма, описанного в стандарте [1].

### 3. z-баллы

В соответствии с рекомендациями [1], [3], [4], [5], [6] для количественного определения величины отклонения результата данной лаборатории относительно истинного значения используют z-баллы. В соответствии со стандартом [1] перед расчётом z-баллов необходимо, чтобы выполнялось следующее соотношение:

$$\sigma_p \leq 0,3U_{\hat{X}} \quad (1)$$

где  $U_{\hat{X}}$  - неопределенность истинного значения  $\hat{X}$ , а  $\sigma_p$  – стандартное отклонение МСИ. В этом случае z-балл для каждой лаборатории равен:

$$z = \frac{x - \hat{X}}{\sigma_p} \quad (2)$$

где  $x$  - результат, полученный лабораторией. Если соотношение 1 не выполняется, то расчёт z-баллов ведется по формуле:

$$z = \frac{x - \hat{X}}{\sqrt{(\sigma_p)^2 + (U_{\hat{X}})^2}} \quad (3)$$

Если допустить, что результаты, получаемые данной лабораторией, распределены нормально (пиком в области истинного значения  $\hat{X}$ , поскольку лаборатория стремится выполнить анализ как можно точнее), то в этом случае 95% ее результатов находится в интервале значений z-баллов от - 2 до 2. Поэтому если результат участника находится в этом интервале, то он рассматривается как удовлетворительный (попадание в интервал допустимой ошибки).

Если результат участника находится в интервале  $2 < |z| < 3$ , то существует всего 1 шанс из 20, что распределение результатов данной лаборатории не смещено относительно истинного значения и данное попадание носит случайный характер. Вероятность 1/20 достаточно мала, но чтобы исключить ошибку при

квалификации, лаборатория не получает предупреждения по данному результату (он относится к интервалу значимой ошибки). Если в следующем раунде данная лаборатория опять получает  $2 < |z| < 3$  (интервал значимой ошибки), то это уже указывает на систематический характер смещения распределения результатов данной лаборатории относительно истинного значения  $\hat{X}$  и в этом случае лаборатория в соответствии со стандартом [1] получает предупреждение.

Если лаборатория в данном раунде получает  $|z| > 3$ , то она сразу же получает предупреждение, поскольку вероятность того, что результат носит случайный характер и в целом распределение ее результатов не смещено относительно истинного значения составляет всего 1/300, т.е. наступление такого события практически невероятно.

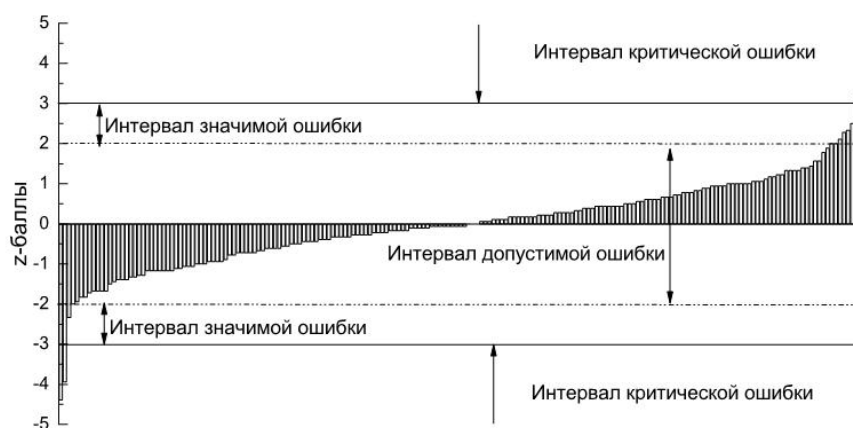


Рис. 1. Интервалы ошибок, используемые для квалификации участников по полученным значениям z-баллов

Полученное для данного участника значение количества z-баллов позволяет отнести его ошибку к одному из трех интервалов: интервал допустимой ошибки (ограничен штрихпунктирной линией), интервал значимой ошибки (ограничен штрихпунктирной и сплошной линией) и интервал критической ошибки (выходит за пределы сплошной линии) (Рис. 1.).

### **Используемая литература:**

[1] ISO 13528-2005 Статистические методы, используемые для проверки компетентности путем межлабораторных сравнений.

[2] ISO 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений Часть 1 Основные положения и определения. (ГОСТ Р ИСО-5725).

[3] 2006 IUPAC Harmonized Protocol - Международный протокол для проверки компетентности химических лабораторий.

[4] ISO/IEC Guide 43-1:1997 - Проверка компетентности путем межлабораторных сравнений - Часть 1: Разработка и применение программ проверки компетентности.

[5] ISO/IEC 17043:2010 Оценка соответствия - Общие требования к проверке компетентности.

[6] ILAC-G13:08/2007 Список требований для соответствия организаторов схем проверки компетентности.