

УДК 543.062:001.891.53:001.83

# МЕЖЛАБОРАТОРНЫЕ СЛИЧИТЕЛЬНЫЕ ИСПЫТАНИЯ – КЛЮЧЕВОЙ ЭЛЕМЕНТ ОЦЕНКИ ДЕЯТЕЛЬНОСТИ ИСПЫТАТЕЛЬНЫХ ЛАБОРАТОРИЙ

А. В. Коваль

ГП «Научный центр превентивной токсикологии, пищевой и химической безопасности имени академика Л.И. Медведя Министерства здравоохранения Украины», г. Киев, Украина

**Резюме.** Межлабораторные сличительные испытания (МСИ) являются показателем эффективности системы контроля качества выполняемых измерений и уровня профессиональной подготовки персонала. В статье приведены результаты межгосударственного межлабораторного сличительного исследования и дана их оценка.

**Ключевые слова:** система качества, межлабораторные испытания, испытательные лаборатории.

В настоящее время проверке системы качества в испытательных лабораториях Украины уделяется большое внимание как сотрудниками лабораторий, так и специалистами НААУ при инспекционном контроле за ее деятельностью. Особенно тщательно рассматриваются вопросы достоверности и точности результатов исследований

Межлабораторные сличительные испытания (МСИ) являются одной из форм экспериментальной проверки деятельности испытательной лаборатории с целью определения ее компетентности и подтверждения соответствия критериям аккредитации.

Испытательный токсикологический центр ГП «Научный центр превентивной токсикологии, пищевой и химической безопасности имени академика Л.И. Медведя Министерства здравоохранения Украины» (Центр) аккредитован Национальным агентством по аккредитации Украины (НААУ) на техническую компетентность согласно требований ДСТУ ISO/IEC 17025 [1] — аттестат аккредитации № 2НЗ75 от 03.09.2014 г.

Ежегодно Центр проходит плановый аудит, который подтверждает соответствие Центра требованиям стандарта [1] в заявленной области аккредитации. Поскольку НААУ является ассоциированным членом Европейской кооперации по аккредитации, а также аффилированным членом международной кооперации по аккредитации лабораторий (ILAC), результаты исследований Центра имеют международное признание, что немаловажно в современных экономических условиях и для сокращения технических барьеров в торговле.

Одним из обязательных условий для признания деятельности испытательных лабораторий, соответ-

ствующих требованиям ДСТУ ISO/IEC 17025, является регулярное участие в межлабораторных сравнительных испытаниях, которые включают оценку показателей точности результатов измерений, статистическую обработку и анализ результатов.

МСИ являются наиболее объективным и эффективным методом определения реального уровня работы лабораторий, а также обеспечивает дополнительное доверие у заказчиков, т.к. качество результатов измерений имеет непосредственную связь с качеством продукции и репутацией на рынке. Применение в своей работе стандарта [1] способствует сотрудничеству между лабораториями и другими органами, а также обмену информацией и опытом.

В октябре 2015 года сектор физико-химических исследований отдела гигиены и токсикологической экспертизы пищевых продуктов и товаров широкого потребления Центра принимал участие в МСИ в рамках договора о долгосрочном международном научно-техническом сотрудничестве между Центром и Республиканским унитарным предприятием «Научно-практический центр гигиены» Министерства здравоохранения Республики Беларусь (НПЦГ), который выступил координатором проведения МСИ по определению содержания массовой доли сырой клетчатки в чае.

Целью проведения МСИ являлось:

- Оценка качества проведения испытаний лабораториями.
- Компетентность персонала.
- Достоверность результатов измерений.

В результате проведения МСИ получен отчет с подробным алгоритмом обработки результатов измерений.

Подготовка образца для исследований проводилась координатором на основании матрицы «Чай черный листовый с цедрой цитрусовых, лепестками цветов и ароматом лимона высшего сорта» сотрудниками лаборатории химии пищевых продуктов Государственного предприятия «НПЦГ» в соответствии с требованиями ГОСТ 28550 (ISO 1572) «Чай. Метод приготовления измельченной пробы и определения сухих веществ». Масса единичного образца была представительной и составила 104 г, что достаточно для выполнения исследований по определению содержания массовой доли сырой клетчатки согласно ГОСТ 28553 [2]. Исследования каждым участником МСИ проводились в условиях повторяемости — было выполнено по два параллельных определения искомой величины.

Статистическую обработку результатов измерений осуществляли организаторы МСИ в соответствии с международными требованиями: ISO 5725-2 [3], ГОСТ ИСО/МЭК 43-1 [4] и ISO 13528 [5].

Целью статистического анализа результатов испытаний являлось получение:

- средних арифметических результатов испытаний лабораторий  $\bar{x}_i$ ;
- среднего квадратического отклонения результатов испытаний лабораторий  $S_i$  (вариабельность показателей);
- приписанного значения  $X$  (общего среднего арифметического результата испытаний лабораторий без учета выбросов);
- оценки технической компетентности лабораторий-участников с использованием количественного показателя  $Z$ .

Для идентификации выбросов и выбросов использовались два статистических критерия: Граббса и Кохрена.

Критерий Граббса ( $G_p$ ) представляет собой критерий межлабораторной изменчивости. Статистику Граббса рассчитывают на основании расположенных в порядке возрастания результатов испытаний лабораторий  $\bar{x}_i$ . Критерий построен на проверке гипотезы, что наибольший или наименьший результат в совокупности результатов испытаний является выбросом и результат в дальнейшей обработке не рассматривается.

Критерий Кохрена ( $Socp$ ) представляет собой критерий внутрилабораторных изменчивостей и применяется в случаях, когда все средние квадратические отклонения исходят от одного и того же количества результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости. При помощи критерия Кохрена проверяется только наибольшее значение в совокупности средних квадратических отклонений, таким образом, этот критерий является односторонним критерием разбросов и выбросов.

Статистическая проверка результатов испытаний образца с помощью критериев Граббса и

Кохрена не показала наличия выбросов и разбросов. Все результаты испытаний, полученные лабораториями, **корректны**, дисперсии однородны.

Оценка технической компетентности лаборатории по  $Z_i$  — индексу для каждого участника МСИ определялась по формуле:

$$Z_i = \frac{\bar{x}_i - X}{S},$$

где  $\bar{x}_i$  — среднее арифметическое значение результатов испытаний в  $i$ -й лаборатории;

$X$  — приписанное значение измеряемой величины (общее среднее арифметическое результатов испытаний лабораторий);

$S$  — среднее квадратическое отклонение.

Проверка с помощью количественного показателя  $Z_i$  показала, что результаты испытаний нашей лаборатории **удовлетворительные** ( $Z_i = -0,7$ ).

Для оценки совместимости результатов измерений использовались две статистики Манделя **h** и **k**.

Статистические величины **h** характеризуют группы результатов измерений, полученные в разных лабораториях, с точки зрения совместимости их средних арифметических значений (межлабораторная совместимость). Статистические величины **k** характеризуют группы результатов измерений, полученные в разных лабораториях, с точки зрения совместимости их СКО (внутрилабораторная совместимость).

Анализ диаграмм Манделя **h** и **k** показал, что во всех лабораториях и во всех образцах статистики **h** и **k** не превысили своих критических значений. Совместимость результатов измерений лабораторий-участников МСИ с использованием статистики Манделя **h** и **k** признана **удовлетворительной**.

В графическом виде результаты проверки компетентности лаборатории ( $Z$  — критерий) и рассчитанные статистические величины Манделя **h** и **k** представлены на диаграммах (сканкопия Приложения отчета о МСИ).

В настоящее время в Европейском регионе многие регулирующие государственные органы (контролирующие организации) как в пищевой и фармацевтической отраслях, так и в секторе мониторинга окружающей среды, считают программы проверки квалификации необходимой частью контроля качества. Результаты, полученные в этих программах, часто включают в процесс обеспечения качества как ключевые показатели квалификации лаборатории.

**Заключение.** Результаты исследований, полученные в ходе проведения межгосударственного МСИ, подтвердили эффективность системы контроля качества и высокий уровень профессиональной подготовки персонала сектора физико-хими-

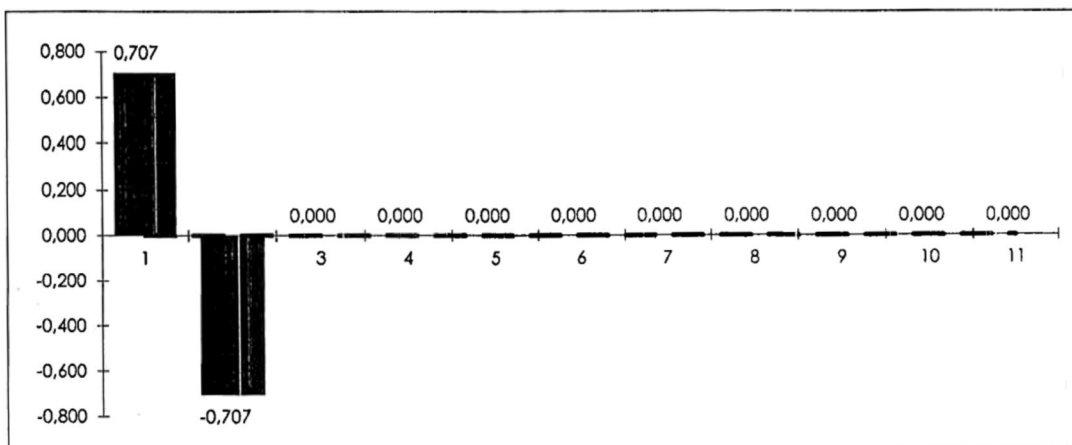
ческих исследований отдела гигиены и токсиколо-го-гигиенической экспертизы пищевых продуктов и товаров широкого потребления Центра, которые

гарантируют высокое качество проводимых аналитических работ.

**Образец:** Чай чёрный листовой  
**Показатель:** массовая доля сырой клетчатки

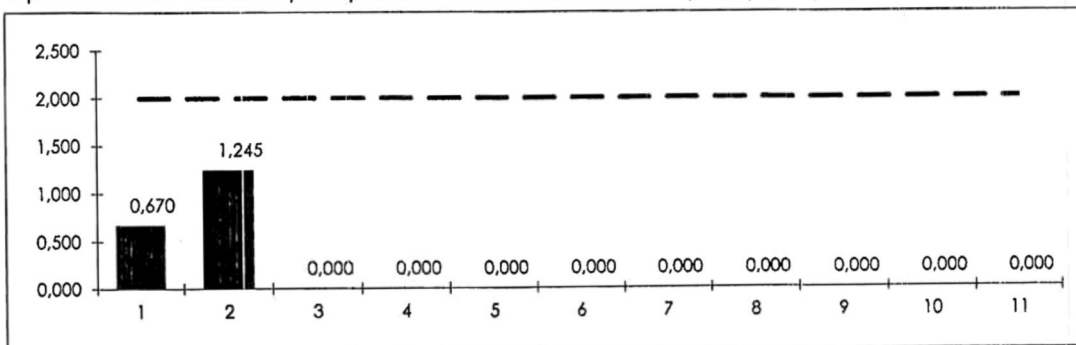
**Критерий Манделя статистика h**, характеризует группы измерений в разных лабораториях с точки зрения совместимости их средних значений (межлабораторная совместимость)

Уровень значимости критерия 1%  $|h| = h \setminus k$  (контроль выбросов)  
 Уровень значимости критерия 5%  $|h| = h \setminus k$  (контроль разбросов)



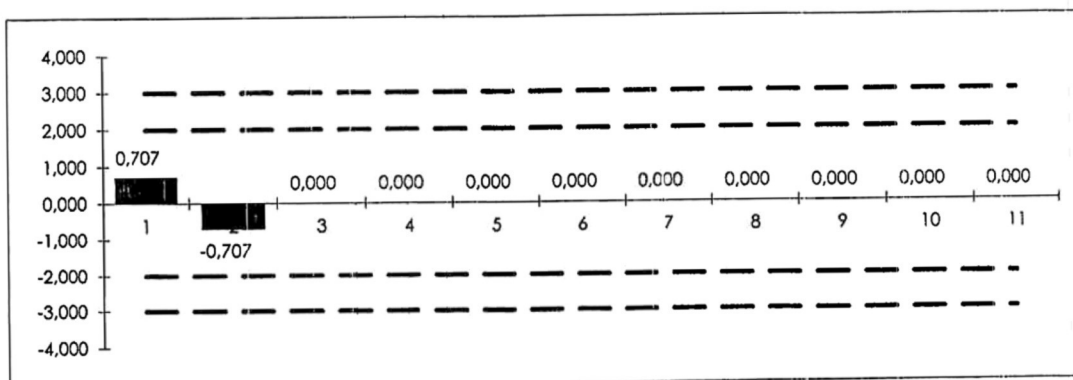
**Критерий Манделя статистика k**, характеризует группы измерений в разных лабораториях с точки зрения совместимости их СКО (внутрилабораторная совместимость)

Уровень значимости критерия 1%  $k = 2$  (контроль выбросов)  
 Уровень значимости критерия 5%  $k = 2$  (контроль разбросов)



**Z-критерий**

$|z| = 2$  (контроль выбросов)  
 $|z| = 3$  (контроль разбросов)



**ЛИТЕРАТУРА**

1. ДСТУ ISO/IEC 17025 «Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій».
2. ГОСТ 28553 (ISO 5798) «Чай. Метод определения сырой клетчатки».
3. СТБ ИСО 5725-2-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений».
4. ГОСТ ИСО/МЭК 43-1-2004 «Проверка лабораторий на качество проведения испытаний посредством межлабораторных сличений».
5. СТБ ИСО 13528-2011 «Статистические методы, применяемые при проверке квалификации лабораторий посредством межлабораторных сличений».

**Міжлабораторні порівняльні випробування –  
ключовий елемент оцінки діяльності випробувальних лабораторій**

А.В. Коваль

ДП «Науковий центр превентивної токсикології, харчової та хімічної безпеки імені академіка Л.І. Медведя  
Міністерства охорони здоров'я України», м. Київ, Україна

**Резюме.** Міжлабораторні порівняння результатів вимірювань є показником ефективності системи контролю якості виконання вимірювань і рівня професійної підготовки персоналу. У статті наведені результати міждержавного міжлабораторного порівняння досліджень та надана їх оцінка.

**Ключові слова:** система якості, міжлабораторні випробування, випробувальні лабораторії.

**Interlaboratory comparison testing – a key element of the performance evaluation of testing laboratories**

A. Koval

L.I. Medved's Research Center of Preventive Toxicology, Food and Chemical Safety,  
Ministry of Health, Ukraine (State Enterprise), Kyiv, Ukraine

**Summary.** Interlaboratory comparison testing is indicator of efficiency of quality control system for tests conducted by the laboratory and of the level of proficiency of personnel. Results of international comparison testing and their assessment are presented in the article.

**Key words:** quality system, interlaboratory tests, test laboratories.

Надійшла до редакції 23.02.2016