
**ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ
И СЕРТИФИКАЦИИ (ЕАСС)**

**EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY
AND CERTIFICATION (EASC)**



**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ**

**ГОСТ
ИСО/МЭК 43-1–
2 0 0**

ПРОЕКТ

**ПРОВЕРКА ЛАБОРАТОРИИ НА КАЧЕСТВО
ПРОВЕДЕНИЯ ИСПЫТАНИЙ ПОСРЕДСТВОМ
МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧЕНИЙ**

Часть 1

**Разработка и реализация программ проверки
на качество проведения испытаний**

**Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации
200**

Предисловие

Евразийский Совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0-92 "Межгосударственная система стандартизации. Основные положения" и ГОСТ 1.2-97 "Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила, рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, обновления и отмены".

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 ПРИНЯТ Евразийским Советом по стандартизации, метрологии и сертификации

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азгосстандарт
Армения	AM	Армгосстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдовастандарт
Российская Федерация	RU	Госстандарт России
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба "Туркменстандартлары"
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

3 Настоящий стандарт идентичен GUIDE 43-1 «Proficiency testing by interlaboratory comparisons. Part 1. Development and operation of proficiency testing schemes», Руководство ИСО/МЭК 43-1 «Проверка лаборатории на качество проведения испытаний посредством межлабораторных сличений. Часть 1. Разработка и реализация программ проверки на качество проведения испытаний».

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе (каталоге) "Межгосударственные стандарты", а текст изменений – в информационных указателях "Межгосударственные стандарты". В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе "Межгосударственные стандарты".

© ИПК Издательство стандартов, 200

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

Содержание

1	Область применения.....	1
2	Нормативные ссылки.....	2
3	Термины и определения	2
4	Типы проверок на качество проведения испытаний.....	5
4.1	Общая часть.....	5
4.2	Программы сличения измерений.....	5
4.3	Программы межлабораторных испытаний.....	6
4.4	Программы испытаний распределенной пробы	6
4.5	Программы испытаний качественных характеристик.....	7
4.6	Программы с известным значением	7
4.7	Программы части процесса	8
5	Организация и разработка	8
5.1	Общая схема	8
5.2	Персонал	9
5.3	Оборудование для обработки данных	9
5.4	Статистическое планирование	10
5.5	Приготовление контрольных образцов	10
5.6	Управление контрольными образцами	11
5.7	Выбор метода/методики	11
5.8	Развитие программ проверки на качество проведения испытаний	12
6	Реализация программы и представление отчетов	12
6.1	Координация и документирование.....	12
6.2	Инструкции.....	12
6.3	Упаковка и транспортировка	12
6.4	Анализ данных и учетно-отчетные документы	13
6.5	Отчеты по программе.....	13
6.6	Оценка технической компетентности проводить испытания.....	14
6.7	Связь с участниками	15
7	Конфиденциальность и достоверность информации	15
7.1	Конфиденциальность учетно-отчетных документов.....	15
7.2	Сговор и фальсификация результатов.....	15
	Приложение А Статистические методы обработки данных проверки на качество проведения испытаний.....	17
	Приложение В Управление качеством программ проверки на качество проведения испытаний.....	23
	Приложение С Библиография	24

Предисловие оригинала

ИСО (Международная организация по стандартизации) и МЭК (Международная электротехническая комиссия) образуют специализированную систему всемирной стандартизации. Национальные органы, которые являются членами ИСО или МЭК, участвуют в разработке международных стандартов через технические комитеты, учрежденные соответствующей организацией и занимающиеся конкретными областями технической деятельности. Технические комитеты ИСО и МЭК сотрудничают в областях, представляющих взаимный интерес. Другие международные организации, правительственные и неправительственные, совместно с ИСО и МЭК также принимают участие в этой работе. Руководство 43-1 ИСО/МЭК было подготовлено Специальной группой ИСО/КАСКО по пересмотру Руководства 43 ИСО/МЭК. Проект рассылался членам КАСКО и национальным комитетам МЭК для высказывания критических замечаний. Впоследствии окончательный проект был принят ИСО/КАСКО и Советом МЭК для публикации в качестве Руководства ИСО/МЭК.

Части 1 и 2 Руководства 43 ИСО/МЭК отменяют и заменяют первое издание (ИСО/МЭК Руководство 43 : 1984).

В Руководстве 43: 1984 ИСО/МЭК рассматривались правила по разработке и реализации программы проверки на качество проведения испытаний лабораторией, но не уделялось особого внимания применению органами по аккредитации результатов проверки качества проведения испытаний. Сейчас предполагается изложить эти правила в трех аспектах, а именно:

- a) различие между применением межлабораторных сличений для проверки на качество проведения испытаний и для других целей;
- b) разработка и проведение межлабораторных сличений для применения в программах проверки на качество проведения испытаний;
- c) выбор и применение органами по аккредитации лабораторий программ проверки на качество проведения испытаний.

Руководство 43 ИСО/МЭК состоит из следующих частей под общим заголовком Проверка качества проведения испытаний с использованием межлабораторных сличений:

- Часть 1: Разработка и реализация программ проверки на качество проведения испытаний;
- Часть 2: Выбор и применение органами по аккредитации лабораторий программ проверки на качество проведения испытаний.

В приложениях к данной части Руководства 43 ИСО/МЭК приведены статистические правила обработки данных, получаемых в программах проверки на качество проведения испытаний, и руководящие указания по разработке документации (Руководство по качеству) для реализации программ проверки на качество проведения испытаний.

Введение

Межлабораторные сличения проводятся для различных целей и могут применяться участвующими в них лабораториями и другими сторонами.

Например, межлабораторные сличения могут применяться для:

- a) определения способности отдельных лабораторий проводить специальные испытания или измерения и для дальнейшего контроля способности лабораторий проводить испытания;
- b) выявления в лабораториях проблем и инициирования проведения корректирующих воздействий, что может быть связано, например, со способностью отдельных сотрудников проводить испытания или поверку (калибровкой) аппаратуры;
- c) установления эффективности и сравнимости новых методов испытаний или измерений и подобным образом использования их для контроля принятых методов;
- d) обеспечения дополнительного доверия у заказчиков лаборатории;
- e) выявления различий между лабораториями;
- f) определения характеристик метода, отражающих способность проводить испытания — часто известных как совместные испытания;
- g) приписывания значений стандартным образцам и оценки их пригодности для использования в методиках специальных испытаний или измерений.

Проверка на качество проведения испытаний — это использование межлабораторных сличений для цели a), т.е., для определения способности лаборатории проводить испытания или измерения. Однако, при реализации программ проверки на качество проведения испытаний зачастую, кроме того, может обеспечиваться информация для других целей, перечисленных выше.

В результате участия лабораторий в программах проверки на качество проведения испытаний они обеспечиваются объективными средствами для выполнения оценки и демонстрации надежности данных, которые они получают. Несмотря на то, что существует несколько типов программ проверки на качество проведения испытаний (см. раздел 4), в большинстве из них используется такой подход как сличение результатов измерений и испытаний, полученных двумя или более лабораториями.

Одним из основных применений программ проверки на качество проведения испытаний является оценка способности лаборатории компетентно проводить испытания. Сюда может относиться оценка самими лабораториями, их заказчиками или другими сторонами, такими как органы по аккредитации или регламентирующие органы. Данный подход дополняет собственные методики лабораторий для проведения внутрилабораторного контроля качества, обеспечивая дополнительную внешнюю оценку их способности проводить испытания. Подобная деятельность, кроме того, дополняет методику оценки лаборатории на месте техническими специалистами (обычно применяется органами по аккредитации лабораторий). Доверие к тому, что результаты испытательной или поверочной (калибровочной) лаборатории надежны и непротиворечивы, имеет важное значение для заказчиков, пользующихся услугами лаборатории. Пользователи, которые хотят получить такую гарантию, могут предпринять свою собственную оценку результатов или могут использовать оценку других органов.

В то время, как в настоящем стандарте упор делается на проведение межлабораторных сличений для проверки на качество проведения испытаний, большинство приведенных принципов и правил применимы к проведению межлабораторных сличений для других целей.

Несмотря на то, что многие органы по аккредитации лабораторий реализуют свои собственные программы проверки на качество проведения испытаний, значительное количество таких органов используют также программы проверки на качество проведения испытаний или другие формы межлабораторных сличений, реализованные другими органами. Цель стандарта ГОСТ ИСО/МЭК 43-2 состоит в том, чтобы дать гармонизированные принципы выбора соответствующих межлабораторных сличений для применения их органами по аккредитации лабораторий как программ проверки на качество проведения испытаний.

Большинство органов, проводящих оценку лабораторий на техническую компетентность, требуют или ожидают (при выполнении программ проверки на качество проведения испытаний) удовлетворительной способности проводить испытания как важного доказательства способности лаборато-

рии получать надежные результаты (исключая случаи, когда проверка на качество проведения испытаний неудовлетворительна).

Тем не менее, подчеркивается, что существует важное различие между:

а) оценкой компетентности лаборатории посредством оценки всей ее работы в соответствии с заданными требованиями

и

б) исследованием результатов участия лаборатории в проверке на качество проведения испытаний, и эти результаты можно считать как предоставление информации о технической компетентности испытательной лаборатории только в определенный момент времени при определенных условиях испытания (или испытаний), включенного(ых) в конкретную программу проверки на качество проведения испытаний.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

**ПРОВЕРКА ЛАБОРАТОРИИ НА КАЧЕСТВО ПРОВЕДЕНИЯ ИСПЫТАНИЙ
ПОСРЕДСТВОМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧЕНИЙ****Часть 1****Разработка и реализация программ проверки на качество
проведения испытаний****PROFICIENCY TESTING BY INTERLABORATORY COMPARISONS.****Part 1****Development and operation of proficiency testing schemes**

Дата введения

1 Область применения

В настоящем стандарте определяются принципы, которыми требуется руководствоваться при организации межлабораторных сличений и описаны факторы, которые следует учитывать при организации и выполнении программ проверки на качество проведения испытаний.

В стандарте ГОСТ ИСО/МЭК 43-2 описано, каким образом органы по аккредитации лабораторий, которые проводят оценку технической компетентности лабораторий, должны выбирать и применять программы проверки на качество проведения испытаний.

Настоящий стандарт предназначен для специалистов по выполнению проверок на качество проведения испытаний и пользователей, таких как лаборатории-участники, органы по аккредитации, регламентирующие органы и заказчики услуг лабораторий, которым требуется оценка технической компетентности лабораторий. Оно особенно полезно для лабораторий при выполнении самооценки, но в нем признается, что проверка на качество проведения испытаний — это только один механизм, который может содействовать установлению взаимного доверия между пользователями услуг разных испытательных лабораторий.

В настоящее время некоторые органы по аккредитации ставят условие, чтобы лаборатории регулярно участвовали в программах проверки на качество проведения испытаний, которые они принимали как соответствие назначению. Поэтому важно, чтобы специалисты, задействованные в таких программах, исполняли на профессиональном уровне принципы выполнения программ проверки на качество проведения испытаний, как с точки зрения технических требований, статистических методик (см. примеры в приложении А), так и с точки зрения управления качеством (см. указания в Приложении В).

Предполагается, что методы работы в различных организациях, занимающихся проверкой на качество проведения испытаний, не являются идентичными, и в данном стандарте не приводятся специальные рабочие детали для межлабораторных сличений. Содержание данного стандарта надо рассматривать только как общую схему, которая должна быть соответственно видоизменена для конкретных ситуаций, включая программы или с малым, или с большим числом участников.

В настоящем стандарте не предполагается рассматривать методику, часто используемую организациями для оценки способности отдельно взятой лаборатории проводить испытания, которая заключается в представлении на исследование стандартных образцов или других должным образом аттестованных контрольных образцов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на стандарты:

ИСО 3534-1:1993, Статистика — Словарь и условные обозначения —
Часть 1: Вероятность и общие статистические термины.

ИСО 5725-1:1994, Точность (достоверность и сходимости) методов и результатов измерений —
Часть 1: Общие принципы и определения.

ИСО 5725-2:1994, Точность (достоверность и сходимости) методов и результатов измерений
— Часть 2: Основной способ определения сходимости и воспроизводимости стандартного метода измерений.

ИСО 5725-4:1994, Точность (достоверность и сходимости) методов и результатов измерений
— Часть 4: Основные способы определения достоверности стандартного метода измерений.

ИСО 9000 Краткое руководство по управлению качеством, 1994.

ИСО/МЭК Руководство 2:1996, Общие термины и их определения по стандартизации и смежным видам деятельности.

ИСО/МЭК 17025-1999, Общие требования к компетентности калибровочных и испытательных лабораторий.

ИСО/МЭК Руководство 43-2:1997, Проверка на качество проведения испытаний посредством межлабораторных сличений — Часть 2: Выбор и применение органами по аккредитации лабораторий программ проверки на качество проведения испытаний.

Руководство для выражения неопределенности при измерениях: 1993, издание BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML.

Международный словарь основных и общих терминов в метрологии: 1993, BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML. [VIM:1993]

Международный гармонизированный протокол для проверки (химических) аналитических лабораторий на качество проведения испытаний. Journal of AOAC International, 76, No. 4, 1993, стр. 926-940.

Оценка эффектов матрицы: Предлагаемый принцип, NCCLS Документ EP-14P. Национальный комитет по эталонам клинических лабораторий, Villanova, PA, 1994.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины и определения:

3.1 испытание

техническая операция, которая заключается в определении одной или нескольких характеристик контролируемой продукции, процесса или услуги в соответствии с установленной методикой [Руководство 2 ИСО/МЭК]

3.2 испытательная лаборатория

лаборатория, которая проводит испытания

ПРИМЕЧАНИЕ — Термин “испытательная лаборатория” может применяться в значении юридического или технического органа или в значении того и другого.

[Руководство 2 ИСО/МЭК]

3.3 контрольный образец

вещество, материал или искусственный объект, представляемый в участвующую лабораторию с целью проверки на качество проведения испытаний

3.4 метод испытания

установленная техническая процедура для проведения испытания

[Руководство 2 ИСО/МЭК]

3.5 результат испытания

значение характеристики, полученное с помощью установленного метода измерений, когда он полностью выполнен

[ИСО 5725-1]

3.6 проверка (лаборатории) на качество проведения испытаний

определение посредством межлабораторных сличений способности данной лаборатории проводить испытания

[Руководство 2 ИСО/МЭК]

ПРИМЕЧАНИЕ — Для цели настоящего Руководства термин проверка лаборатории на качество проведения испытаний употребляется в его самом широком значении и включает, например:

- a) Программы по определению качественного состава — например, когда лабораториям требуется определить компонент испытываемого образца.
- b) Проверки на преобразование данных — например, когда лаборатории снабжаются наборами данных и требуется обработать эти данные, чтобы обеспечить дополнительную информацию.
- c) Испытания одиночного образца — когда один образец последовательно посылается в ряд лабораторий и возвращается организатору через определенные промежутки времени.
- d) Одноразовые проверки — когда лаборатории снабжаются испытываемым образцом на один раз.
- e) Постоянно действующие программы — когда лаборатории снабжаются испытываемыми образцами через регулярные промежутки времени постоянно.
- f) Отбор проб — например, когда требуется, чтобы отдельные лица или организации отбирали пробы для последующего анализа.

3.7 межлабораторные сличения

организация, проведение и оценка испытаний на одинаковых или подобных контрольных образцах двумя или более лабораториями в соответствии с заданными условиями

ПРИМЕЧАНИЕ — В некоторых случаях одной из лабораторий, задействованных во взаимном сличении, может быть лаборатория, которая обеспечивает для контрольного образца приписанное значение.

3.8 эталонный материал

материал или вещество, одно или несколько значений характеристик, которого достаточно однородны и установлены, чтобы использовать их для калибровки оборудования, оценки метода измерения или приписывания значений материалам

[VIM:1993, 6.13]

3.9 стандартный образец

образцовый материал, с приложенным к нему сертификатом, одно или несколько значений свойств, которого установлены при аттестации по методике, обеспечивающей прослеживаемость единицы размера свойства, и каждому аттестованному значению приписывается значение неопределенности, с заданной доверительной вероятностью

[VIM:1993, 6.14]

3.10 эталонная лаборатория

лаборатория, которая обеспечивает приписанное (эталонное) значения контрольного образца

ПРИМЕЧАНИЕ — Например, Национальная поверочная лаборатория

3.11 приписанное значение

значение, приписанное конкретной величине и для которого принято, иногда на основе соглашения, что его неопределенность соответствует заданной цели

[См. ИСО VIM:1993, 1.20 и Примечания 1 и 2]

3.12 прослеживаемость

свойство результата измерения или значение эталона, заключающееся в возможности установления его связи с соответствующими эталонами, обычно национальными или международными, посредством непрерывной цепи сличений, имеющих установленные неопределенности

[ИСО VIM:1993, 6.10]

3.13 координатор

организация (или лицо), которое несет ответственность за координацию всех видов деятельности, связанных с реализацией программы проверки на качество проведения испытаний

3.14 правильность

близость среднего значения, полученного на основании большой серии результатов испытаний, к принятому эталонному значению
[ИСО 3534-1]

3.15 прецизионность

близость между независимыми результатами испытаний, полученными при определенных регламентированных условиях
[ИСО 3534-1]

3.16 выброс

член совокупности значений, который не совместим с остальными членами данной совокупности
[ИСО 5725-1]

3.17 экстремальные результаты

выбросы и другие значения, которые в значительной степени не совместимы с остальными членами совокупности

ПРИМЕЧАНИЕ — Эти результаты могут существенно влиять на суммарные статистические величины, как например, среднее арифметическое и стандартное отклонение.

3.18 робастные статистические методы

методы, позволяющие свести к минимуму влияние, которое могут оказывать экстремальные результаты на оценки среднего арифметического значения и стандартного отклонения

ПРИМЕЧАНИЕ — Эти методы приписывают меньший вес экстремальным результатам, а не исключают их из совокупности значений.

3.19 неопределенность измерения

параметр, связанный с результатами измерения, характеризующий дисперсию значений, которые могут быть обосновано приписаны измеряемой величине
[ИСО VIM:1993, 3.9]

4 Типы проверок на качество проведения испытаний

4.1 Общая часть

Методики проверки на качество проведения испытаний изменяются в зависимости от природы испытываемого образца, используемого метода и количества участвующих лабораторий. В большинстве из них присутствует общий подход, заключающийся в сличении результатов, полученных в одной лаборатории с результатами, полученными в другой или в нескольких других лабораториях. В некоторых программах одна из участвующих лабораторий может выполнять функцию контроля, координации или выдавать эталонные значения.

Общеизвестными являются следующие типы программ проверки на качество проведения испытаний.

4.2 Программы сличения измерений

Программы сличения измерений представляют собой процедуру, по которой измеряемый или калибруемый образец последовательно рассылается от одной участвующей лаборатории в другую. Особенности таких программ обычно заключаются в следующем.

а) Приписанные значения для контрольного образца обеспечиваются эталонной лабораторией, которая, возможно, является в данной стране высшим органом по данным измерениям. Может быть необходимым проверять контрольный образец на отдельных стадиях во время выполнения проверки на качество проведения испытаний. Это необходимо для гарантии того, что не произошло значительных изменений приписанного значения в ходе проверки на качество проведения испытаний.

б) Для завершения программ, включающих последовательное участие, требуется время (в некоторых случаях несколько лет). Это вызывает целый ряд трудностей, как например: обеспечение стабильности образца; строгий контроль за его перемещением и временем, отводимым на измерение отдельными участниками; необходимость обеспечить обратную связь между отдельным исполнителем и лабораториями во время реализации программы, а не ожидать, пока она завершится. Кроме того, может оказаться, что трудно сравнивать результаты на групповой основе, так как, возможно, имеется сравнительно мало лабораторий, средства измерений которых достаточно точно соответствуют друг другу.

с) Результаты отдельных измерений сличают с эталонным значением, установленным эталонной лабораторией. Координатору следует учитывать заявленную неопределенность измерения каждой участвующей лаборатории.

К примерам образцов (искусственных объектов измерения), используемых в данном типе проверки на качество проведения испытаний, относятся исходные эталоны (напр., резисторы, меры и средства измерений).

4.3 Программы межлабораторных испытаний

В программах межлабораторных испытаний применяются пробы, отобранные из источника материала случайным образом и распределяемые одновременно между участвующими лабораториями для проведения параллельных испытаний. Иногда эта методика используется также для программ межлабораторных измерений. После завершения испытаний результаты возвращают в координирующий орган и сличают с приписанным(и) значением(ями) для составления характеристики отдельных лабораторий и группы в целом.

К примерам контрольных образцов, используемых в данном типе проверки на качество проведения испытаний, относятся пищевые продукты, жидкости, вода, почва и другие вещества окружающей среды. В некоторых случаях рассылаются отдельные порции ранее созданных эталонных материалов.

Важно, чтобы партия контрольных образцов, обеспечиваемая участникам в каждом цикле испытаний, была достаточно однородной для того, чтобы любые результаты, позже идентифицированные как экстремальные, не приписывались никакой существенной изменчивости испытываемого образца (см. 5.6.2 и А.4 в Приложении А).

Программы типа межлабораторных испытаний обычно используются органами по аккредитации, регламентирующими органами и другими организациями, когда они применяют программы в области испытаний.

Одной общей программой межлабораторных испытаний является программа “расщепленного уровня”, когда подобные (но не идентичные) уровни измеряемой величины включаются в два отдельных контрольных образца. Эта программа используется для оценки лабораторной прецизионности на конкретном уровне измеряемой величины. Это позволяет избежать проблем, связанных с повторными измерениями на том же самом контрольном образце или с включением двух идентичных контрольных образцов в один и тот же цикл проверки на качество проведения испытаний.

4.4 Программы испытаний распределенной пробы

Одним специальным видом проверки на качество проведения испытаний, который часто используется заказчиками лабораторий, в том числе и некоторыми регламентирующими органами, является методика испытаний распределенной пробы. (Эту методику не следует путать с программами расщепленного уровня, которые рассматриваются в 4.3.)

Обычно испытания распределенной пробы включают сличения данных, полученных малыми группами лабораторий (часто только двумя лабораториями), которые оцениваются как потенциальные поставщики услуг по испытаниям или продолжающие оказывать эти услуги.

Подобные взаимные сличения регулярно проводятся в коммерческих операциях, когда пробы, представляющие товары для продажи, распределяются между лабораторией, представляющей поставщика и лабораторией, представляющей покупателя. Дополнительная проба оставляется для проведения испытаний лабораторией третьей стороны, если требуется арбитражное разбирательство по любым существенным различиям результатов, полученных лабораторией поставщика и лабораторией покупателя.

В программы испытаний распределенной пробы включают пробы продукции или вещества, которые разделяются на две или более части, причем каждая участвующая лаборатория испытывает одну или более частей каждой пробы. Эти программы отличаются от типа проверки на качество проведения испытаний, описанного в 4.3, так как число участвующих лабораторий обычно очень ограничено (зачастую две). Программы данного типа применяются для выявления плохой прецизионности, которая позволяет описать постоянное смещение и проверить эффективность корректирующих воздействий.

Такие программы часто требуют сохранения достаточного количества материала, чтобы разрешить любые возникшие разногласия между ограниченным числом лабораторий посредством дальнейшего анализа в дополнительных лабораториях.

Аналогичная процедура испытаний распределенной пробы используется также при контроле клинических лабораторий и лабораторий окружающей среды. Обычно в эти программы включаются результаты от нескольких распределенных проб в широком интервале концентрации, которые сравниваются между отдельной лабораторией и другой или несколькими другими лабораториями. В таких программах может считаться, что одна из лабораторий работает на более высоком метрологическом уровне (т.е., более низкий уровень неопределенности) благодаря использованию стандартной методологии и более усовершенствованного оборудования и т.п. Ее результаты считаются эталонными значениями в таких взаимных сличениях, и она может действовать как лаборатория-консультант или лаборатория-руководитель для других лабораторий, которые сличают с ней данные, полученные от распределенной пробы.

4.5 Программы испытаний качественных характеристик

Оценка лаборатории на качество проведения испытаний не всегда включает межлабораторные сличения. [См. а) в примечании к 3.6.] Например, некоторые программы разрабатываются для оценки возможностей лабораторий охарактеризовывать специальные объекты (напр., тип асбеста, идентичность особых патогенных организмов и т.п.).

Такие программы могут включать специальное приготовление координатором программы контрольных образцов с добавкой компонента подвергаемого испытаниям. Как таковые, эти программы являются “качественными” по своей природе, и не требуют привлечения большого количества лабораторий или межлабораторных сличений для оценки способности лаборатории проводить испытания.

4.6 Программы с известным значением

Другие специальные типы программ проверки на качество проведения испытаний могут включать приготовление контрольных образцов с известными количествами испытываемой измеряемой величины. В таком случае, возможно, оценить способность отдельной лаборатории испытывать образец и обеспечивать числовые результаты для сличения с приписанным значением. Еще раз отмечаем, что такие программы проверки на качество проведения испытаний не требуют привлечения большого количества лабораторий.

4.7 Программы части процесса

Специальные типы проверок на качество проведения испытаний включают оценку возможностей лабораторий выполнять некоторые части всего процесса испытаний или измерений. Например, некоторые существующие программы проверки на качество проведения испытаний оценивают возможности лабораторий преобразовывать заданный набор данных и представлять об этом отчет (а не проводить фактическое испытание или измерение) или отбирать и подготавливать пробы или образцы в соответствии с техническими требованиями.

5 Организация и разработка

5.1 Общая схема

5.1.1 Стадия разработки любой программы проверки на качество проведения испытаний требует привлечения технических экспертов, статистиков и координатора программы, чтобы обеспечить успех и работу без сбоев.

5.1.2 Координатору, консультируясь с выше перечисленными специалистами, следует разработать программу, соответствующую конкретной проверке на качество проведения испытаний. Программу проверки на качество проведения испытаний следует разработать таким образом, чтобы избежать любой путаницы относительно ее целей. Следует согласовать и документировать проект программы (см. Приложение В) до начала ее выполнения, и обычно в проект включается следующая информация:

- a) название и адрес организации, выполняющей программу проверки на качество проведения испытаний;
- b) фамилия и адрес координатора и других специалистов, задействованных в разработке и реализации программы проверки на качество проведения испытаний;
- c) характер и цель программы проверки на качество проведения испытаний;
- d) процедура отбора участников, где это необходимо, или критерии, по которым осуществляется прием участников;
- e) название и адрес лаборатории или лабораторий, выполняющих программу или части программы (напр., отбор проб, обработка проб, испытания на однородность и приписывание значений) и число предполагаемых участников;
- f) природа отобранного(ых) испытываемого(ых) образца(ов) и характер выбранных испытаний, а также краткое описание соображений, лежащих в основе этого выбора;
- g) описание способа получения, обработки, контроля и транспортировки контрольных образцов;
- h) описание информации, которая предоставляется участникам на этапе предварительного уведомления и календарный план для различных этапов проверки на качество проведения испытаний;
- i) предполагаемые начальная и конечная даты или предельные сроки выполнения программы проверки на качество проведения испытаний, включая дату(ы) проведения испытаний участниками;
- j) для действующих в данное время программ частота распределения контрольных образцов;
- k) информация о методах или методиках, которые могут потребоваться участникам для проведения испытаний или выполнения измерений (обычно их повседневные методики);
- l) описание в общих чертах используемого статистического анализа, включая определение приписанного(ых) значения(ий) и методов обнаружения любого выброса;
- m) описание данных или сведений, которые должны быть направлены участникам;
- n) основание для методик оценки способности проводить испытания;
- o) описание степени, до которой результаты испытаний и выводы, которые будут основываться на результатах проверок на качество проведения испытаний, будут переданы гласности.

5.2 Персонал

5.2.1 Сотрудники, занятые в данной программе должны обладать соответствующей квалификацией и опытом работы в области разработки и реализации программ межлабораторных сличений и представления отчетов о них, или они должны тесно сотрудничать с теми, кто имеет такую квалификацию. Сюда следует отнести соответствующие технические, административные навыки и квалификацию в области статистики.

5.2.2 Как упоминалось в 5.1.1, работа по проведению конкретных межлабораторных сличений потребует также руководства сотрудниками, обладающими детальным знанием технических вопросов, касающихся используемых методов и методик и имеющими опыт работы с ними. Для этой цели координатору может понадобиться привлечь одного или нескольких подходящих сотрудников, например, из профессиональных органов, лаборатории-подрядчика (если такая есть), участников программы или из числа конечных пользователей данными, и они будут действовать как консультативная группа.

5.2.3 Функции этой консультативной группы могут включать:

- а) разработку и анализ методик для планирования, выполнения, анализа программы проверки на качество проведения испытаний, представления по ней отчетов и улучшения ее эффективности;
- б) идентификацию и оценку межлабораторных сличений, организуемых другими органами;
- с) оценка результатов проверки на качество проведения испытаний в отношении способности участвующих лабораторий проводить испытания;
- д) выдача рекомендаций любому органу, который оценивает техническую компетентность участвующих лабораторий, как в отношении результатов, полученных во время выполнения программы проверки на качество проведения испытаний, так и в отношении того, каким образом эти результаты следует использовать совместно с другими аспектами оценок лабораторий;
- е) выдача рекомендаций участникам, у которых возникли очевидные проблемы;
- ф) разрешение любых спорных вопросов между координатором и участниками.

5.3 Оборудование для обработки данных

Какое бы оборудование ни использовалось, оно должно быть пригодным для ввода и статистического анализа всех необходимых данных и должно обеспечивать своевременные и правильные результаты. Должны быть внедрены методики для проверки ввода данных, а все программное обеспечение должно быть проверено, должно сопровождаться и должны создаваться резервные копии. Должны контролироваться хранение и защита от несанкционированного доступа файлов данных.

5.4 Статистическое планирование

5.4.1 Следует документировать статистическую модель и используемые методы анализа данных наряду с кратким описанием обоснования их выбора. Дополнительные подробности общеизвестных статистических методик и обработки данных проверки на качество проведения испытаний рассматриваются в приложении А.

5.4.2 Важно создать соответствующую статистическую модель программы проверки на качество проведения испытаний. Особого внимания требуют следующие вопросы и их взаимосвязь:

- а) правильность и прецизионность проводимого(ых) испытания(ий);
- б) наименьшие различия, обнаруженные между участвующими лабораториями при желаемом доверительном уровне;
- с) число участвующих лабораторий;
- д) количество контрольных образцов и количество повторных испытаний или измерений, которые должны проводиться на каждой пробе;
- е) методики, используемые для оценки приписанного значения;
- ф) методики, используемые для выявления выбросов.

5.4.3 При отсутствии надежной информации, касающейся а), возможно, в некоторых случаях для ее получения необходимо организовать опытное межлабораторное сличение (совместное испытание).

5.5 Приготовление контрольных образцов

5.5.1 Приготовление контрольных образцов может быть выполнено по договору или координатором. Организация, которая готовит контрольный образец, должна быть компетентной выполнять эту работу и способна это продемонстрировать.

5.5.2 В отношении контрольных образцов следует принимать во внимание любые условия, которые могут повлиять на достоверность межлабораторного сличения, как например, однородность, отбор проб, стабильность, возможное повреждение при перевозке и воздействия окружающей среды (см. 5.6).

5.5.3 Контрольные образцы или вещества, распределяемые в рамках программы, в основном, должны быть по своей природе подобны тем, которые повседневно испытываются участвующими лабораториями.

ПРИМЕЧАНИЕ — Пример протокола для установления такого подобия приведен в документе NCCLS EP-14P, опубликованном Национальным комитетом по эталонам клинических лабораторий, Villanova, PA, 1994.

5.5.4 Количество контрольных образцов, которые должны распределяться, может зависеть от того, существует ли требование охватить некоторый диапазон составов.

5.5.5 Приписанное(ые) значение(я) не следует раскрывать участникам до тех пор, пока не будут сопоставляться результаты. Тем не менее, в некоторых случаях может быть уместным рекомендовать определенные диапазоны до начала испытаний.

5.5.6 Можно было бы рассмотреть вопрос о том, стоит ли готовить дополнительные образцы, кроме тех, которые необходимы для программы проверки на качество проведения испытаний. После того, как будет выполнена оценка результатов участников, излишние контрольные образцы потенциально могут быть полезны для лабораторий как образцовое вещество, вещество для контроля качества и средство, применяемое в процессе обучения.

5.6 Управление контрольными образцами

5.6.1 Следует документировать методики отбора проб, рандомизации, транспортировки, приемки, идентификации, маркировки, хранения контрольных образцов и обращения с ними.

5.6.2 В тех случаях, когда для проверки на качество проведения испытаний приготавливается массивный или объемный материал, он должно быть достаточно однородным для каждого испытываемого параметра, чтобы все лаборатории получили контрольные образцы, которые существенно не отличаются по измеряемым параметрам. Координатор должен понятно изложить методику, используемую для установления однородности контрольного образца (см. А4 в приложении А). Когда это возможно, испытания на однородность следует проводить до рассылки контрольных образцов участвующим лабораториям. Степень однородности должна быть такой, чтобы различия между контрольными образцами существенно не влияли на оценку результата участника.

5.6.3 Там, где это возможно, координирующая лаборатория должна представить доказательство, что контрольные образцы достаточно стабильны и не будут претерпевать никакого значительного изменения в течение всего периода выполнения проверки на качество проведения испытаний. Когда требуется оценить нестабильные измеряемые величины, возможно, необходимо, чтобы координирующая организация определила дату, к которой испытания должны быть завершены, и любые требуемые специальные методики предварительных испытаний.

5.6.4 Координаторам следует рассмотреть любые обстоятельства, которые могли бы испортить контрольные образцы, и порекомендовать любой стороне (напр., дистрибьютерам испытываемого вещества, испытательным лабораториям и т.д.), которая могла бы подвергнуться риску возникновения данной потенциальной опасности, принять соответствующие меры.

5.7 Выбор метода/методики

5.7.1 Участники обычно могут по своему выбору применять метод, который не противоречит повседневным методикам, применяемым в их лабораториях. Однако, в некоторых случаях координатор может дать участникам указание использовать установленный метод. Такие методы обычно приняты на национальном или международном уровне в качестве стандартных методов и правильность их будет подтверждаться по соответствующей методике (напр., совместное испытание).

5.7.2 Когда используется процедура калибровки, приписанное значение зачастую будет эталонным значением, полученным из результатов наблюдений в калибровочной лаборатории наивысшего уровня точности (часто это Лаборатория национальных эталонов), которая должна использовать надлежащим образом определенную и принятую методику. Желательно, чтобы участвующие лаборатории использовали ту же самую или аналогичную методику, но это не всегда будет осуществимо для калибровочных лабораторий.

5.7.3 Там, где участники могут использовать метод по своему собственному выбору, координаторам следует, где это необходимо, запросить подробную информацию о применяемых методах, чтобы допустить использование результатов участников для сравнения методов и выдачи по ним замечаний.

5.8 Развитие программ проверки на качество проведения испытаний

Для того, чтобы программы проверки на качество проведения испытаний можно было адаптировать к техническим и научным разработкам, возможно, понадобится включить в них новые виды

проб или новые методы или методики. Первые выводы из результатов таких программ о способности отдельных лабораторий проводить испытания следует делать с должной тщательностью. (См. 6.4.3.)

6 Реализация программы и представление отчетов

6.1 Координация и документирование

За повседневное выполнение программы несет ответственность координатор. Все методы и методики следует документировать. Они могут быть включены в Руководство по качеству или могут им дополняться. (См. приложение В.)

6.2 Инструкции

6.2.1 Следует обеспечить подробные инструкции, охватывающие все аспекты программы, которых должны придерживаться участвующие лаборатории. Например, они могут быть представлены как неотъемлемая часть протокола программы.

6.2.2 Инструкции могут включать детали, касающиеся факторов, которые могли бы повлиять на проверку на качество проведения испытаний поставляемых контрольных образцов или веществ. К таким факторам могут относиться операторы, природа образцов или веществ, состояние оборудования, выбор методики испытаний и согласование стадий испытаний.

6.2.3 Могут быть также выданы особые инструкции по регистрации результатов испытаний или результатов калибровки и по представлению отчетов об этих результатах (напр., единицы измерения, число значащих цифр, основа для представления отчетов, предельные сроки хранения результатов и т.п.).

6.2.4 Следует порекомендовать участникам обращаться с контрольными образцами, предназначенными для проверки на качество проведения испытаний так, как если бы это были типовые испытания (если нет каких-нибудь особых требований в программе проверки на качество проведения испытаний, которые могут потребовать отступления от этого принципа).

6.3 Упаковка и транспортировка

Координатору программы надо рассмотреть следующие аспекты в отношении распределения образца, предназначенного для испытания или измерения. Упаковка и способ транспортировки должны быть соответствующими и должны предохранять от нарушения стабильности и характеристик контрольных образцов. Могут быть некоторые ограничения на транспортировку, такие как регламенты на опасные товары или таможенные требования. В некоторых случаях самим лабораториям следует взять на себя ответственность за транспортировку образцов, особенно в программах последовательных сличений результатов измерений.

Координатору следует заполнить формы всех соответствующих таможенных деклараций, чтобы свести к минимуму задержки из-за таможенного оформления. Требуется, чтобы программа соответствовала национальным и международным регламентам, применяемых для транспортировки контрольных образцов.

6.4 Анализ данных и учетно-отчетные документы

6.4.1 Результаты, полученные от участвующих лабораторий, следует как можно быстрее зафиксировать (с использованием компьютера) и проанализировать, составить по ним отчет, если это возможно осуществить на практике. Важно, чтобы на месте применялись методики для проверки правильности ввода и преобразования данных и последующего статистического анализа (см. 5.3). Рекомендуется, чтобы ведомости с данными, резервные файлы, распечатки, графики и т.п. сохранялись в течение установленного периода.

6.4.2 В результате анализа данных следует выработать суммарные меры и статистику, характеризующую способность проводить испытания, и сопутствующую информацию, которая согласуется со статистической моделью и целями данной программы. Влияние экстремальных результатов на суммарные статистические данные следует свести к минимуму путем использования критериев обнаружения выбросов, чтобы их выявить, а затем исключить или, что предпочтительно, путем при

менения робастных статистических методов. В Приложении А содержатся некоторые широко используемые предложения для статистических оценок.

6.4.3 Координаторам программы следует иметь документированные критерии для действий с результатами испытаний, которые могут не соответствовать критериям оценки на качество проведения испытаний. Например, не рекомендуется проводить классификацию или количественную оценку измеряемых величин, для которых, как было продемонстрировано, что испытываемый материал недостаточно однородный или стабильный для целей проверки на качество проведения испытаний.

6.5 Отчеты по программе

6.5.1 Содержание отчетов по программе будет меняться в зависимости от цели конкретной программы, но они должны быть понятными и исчерпывающими и содержать данные по распределению результатов от всех лабораторий наряду с указанием способностей каждого участника проводить испытания (см. 6.6).

6.5.2 Обычно в отчеты по программам проверки на качество проведения испытаний включают следующую информацию:

- a) название и адрес организации, проводящей или координирующей программу;
- b) фамилии и должности лиц, занятых в разработке и проведении программы (см. 5.2);
- c) дата регистрации отчета;
- d) номер отчета и четкая идентификация программы;
- e) понятное описание используемых образцов или материалов, включая подробное описание приготовления образца и испытаний на однородность;
- f) коды и результаты испытаний лабораторий-участников;
- g) статистические данные и сводки, в том числе приписанные значения и диапазон приемлемых результатов;
- h) методики, применяемые для установления любого приписанного значения;
- i) подробное описание прослеживаемости и неопределенности любого приписанного значения;
- j) приписанные значения и суммарные статистические данные, для методов/методик, применяемых другими участвующими лабораториями (если в разных лабораториях используются разные методы);
- k) комментарий о способности лаборатории проводить испытания, выданные координатором и техническими консультантами (см. 6.6);
- l) методики, используемые для разработки и реализации программы (которые могут содержать ссылку на протокол программы);
- m) методики, используемые для статистического анализа данных (см. приложение А);
- n) рекомендации, где необходимо, по трактовке статистических анализов.

6.5.3 Для программ, действующих регулярно, могут быть достаточны более простые отчеты, так что многие из рекомендуемых элементов в 6.5.2, могли бы быть исключены из текущих отчетов, но включены в периодические итоговые отчеты и в отчеты по запросу от участников.

6.5.4 Отчеты должны быть подготовлены быстро, в рамках установленных графиков. Хотя в идеале участников следует обеспечить всеми исходными данными, в некоторых очень обширных программах не всегда есть возможность этого достигнуть. Участникам следует получить, по крайней мере, результаты всех лабораторий в обобщенной (например, графической) форме. В некоторых программах, как например, долговременные программы сличения измерений, отдельным участникам должны быть представлены промежуточные отчеты.

6.6 Оценка технической компетентности проводить испытания

6.6.1 Там, где требуется оценка технической компетентности проводить испытания, координатор должен нести ответственность за обеспечение того, что метод оценки является пригодным для поддержания доверия к программе.

6.6.2 Координатор может привлекать ассистентов технических консультантов для выдачи замечаний экспертов в отношении следующих вопросов, касающихся технической компетентности проводить испытания:

- a) техническая компетентность проводить испытания по отношению с предварительными ожиданиями (учитывая неопределенность);

- b) дисперсия внутри лаборатории и между лабораториями (и сличения с любыми предыдущими программами или опубликованными данными о прецизионности);
- c) дисперсия между методами и методиками, если применимо;
- d) возможные источники неопределенностей (относятся к экстремальным результатам) и предположения для улучшения технической компетентности проводить испытания;
- e) любые другие предположения, рекомендации или общие замечания;
- f) выводы.

6.6.3 Может быть необходимым периодически во время выполнения программы или после ее завершения предоставлять участникам персональные итоговые листы. Они могут содержать обновленные сводки о технической компетентности отдельных лабораторий проводить испытания на протяжении различных циклов действующей в данное время программы. В дальнейшем такие сводки могут быть проанализированы и, если требуется, могут быть освещены основные направления.

6.6.4 Существует целый ряд процедур для оценки технической компетентности участников проводить испытания, как для одноразовых программ, так и, кроме того, после каждого следующего цикла действующих в данное время программ. Некоторые примеры методик приведены в Приложении А.

6.6.5 При проверке на качество проведения испытаний не рекомендуется представлять отчет о технической компетентности проводить испытания путем ранжирования участников в таблице в соответствии с их способностью проводить испытания. Поэтому ранжирование следует применять очень осторожно, так как оно может ввести в заблуждение и может быть неправильно истолковано.

6.7 Связь с участниками

6.7.1 Участников следует обеспечить подробной информацией о привлечении к программе проверки на качество проведения испытаний, такой как официальный протокол программы. Последующая связь с участниками может осуществляться посредством писем, информационных бюллетеней и/или отчетов наряду с периодическими открытыми совещаниями. Участников следует немедленно извещать о любых изменениях касающихся проекта программы или ее реализации.

6.7.2 Участники должны иметь возможность обращаться к координатору, если они считают, что их оценка технической компетентности проводить испытания, при проверке на качество проведения испытаний, ошибочна.

6.7.3 Следует поощрять обратную связь от лабораторий с тем, чтобы участники активно оказывали содействие в разработке программы.

6.7.4 Методики, связанные с корректирующим воздействием, предпринимаемым участниками (особенно в отношении обратной связи с органами по аккредитации) рассматриваются в стандарте ГОСТ ИСО/МЭК 43-2.

7 Конфиденциальность и достоверность информации

7.1 Конфиденциальность учетно-отчетных документов

Обычно в большинстве программ проводится политика поддержания конфиденциальности в вопросе идентичности отдельных участников. Об идентичности участников должно быть известно минимальному числу людей, занятых координированием программы, и это следует распространить на любую последующую корректирующую рекомендацию или воздействие, применяемые к лаборатории, показавшей плохую техническую компетентность проводить испытания. В некоторых случаях может потребоваться, чтобы координирующий орган представил особому органу отчет о несоответствующей технической компетентности проводить испытания, но участников следует уведомить об этой возможности тогда, когда они соглашаются участвовать в программе.

Группа участников может принять решение не соблюдать конфиденциальность внутри группы с целью обсуждения результатов и взаимной помощи в улучшении.

7.2 Сговор и фальсификация результатов

Несмотря на то, что программы проверки на качество проведения испытаний предназначены, главным образом, для оказания помощи участникам в улучшении их технической компетентности проводить испытания, среди некоторых участников может быть тенденция создавать ложное опtimi-

стическое впечатление о своей технической компетентности. Например, может иметь место договоренность между лабораториями, так что на рассмотрение представляются недостоверные независимые данные. Лаборатории могут также создавать ложное впечатление о своей технической компетентности проводить испытания, если они обычно выполняют одиночные анализы, но представляют отчет о среднем значении повторных измерений на образцах для проверки на качество проведения испытаний или проводят повторные измерения дополнительно к измерениям, установленным для конкретной программы. Программы проверки на качество проведения испытаний следует разрабатывать, где это осуществимо, чтобы гарантировать как можно меньше было возможностей для сговора и фальсификации.

Хотя все приемлемые меры для предотвращения сговора должен предпринимать координатор, следует принять во внимание, что ответственность за появление ситуации, лежит на участвующих лабораториях.

Приложение А (информационное)

Примеры статистических методов обработки данных проверки на качество проведения испытаний

Результаты проверки на качество проведения испытаний могут быть представлены во многих формах, охватывая широкий диапазон типов данных и лежащие в основе анализа статистические распределения. Требуется, чтобы статистические методы, применяемые для анализа результатов, были пригодны для каждого случая, и поэтому их слишком много, чтобы точно определить.

Однако существует три этапа, общие для всех проверок на качество проведения испытаний, когда надо оценить результаты участников:

- a) определение приписанного значения;
- b) расчет статистических данных, характеризующих способность проводить испытания;
- c) оценка способности проводить испытания
и в некоторых случаях
- d) предварительное определение однородности контрольного образца.

В данном Приложении приведены общие критерии для статистических методов, которые могут использоваться как необходимые для руководства специальными применениями.

В случае новых программ межлабораторных сличений часто наблюдается вначале плохое совпадение результатов вследствие новой проблематики, новых форм искусственных контрольных образцов, плохого совпадения методов, или из-за изменений лабораторией методик. Координаторам, возможно, придется применять робастные меры относительных показателей (такие как процентиля) до улучшения совпадения результатов. Может потребоваться уточнение статистических методов, как только будет улучшено совпадение результатов между лабораториями и должным образом установлена проверка на качество проведения испытаний.

В данном Приложении не рассматриваются статистические методы для аналитических исследований помимо методов для обработки данных проверки на качество проведения испытаний. Для реализации других применений данных межлабораторных сличений могут потребоваться различные методы, перечисленные во введении.

ПРИМЕЧАНИЕ — ИСО/ТК 69 в настоящее время готовит документ, в котором будет представлена подробная информация по статистическим методам, содержащимся в данном Приложении.

A.1 Определение приписанного значения и его неопределенности

A.1.1 Имеются различные методики для установления приписанных значений. Большинство общих методик перечислены ниже в порядке, в больше случаев, возрастания неопределенности приписанного значения. В них используются следующие подходы.

a) **Известные значения** — результаты определяются с помощью специального состава испытываемого образца (напр., изготовление или разбавление раствора).

b) **Аттестованные эталонные значения** — значения, определенные с помощью определенных дефинитивных методов (для количественных испытаний).

c) **Эталонные значения** — значения, определенные с помощью анализа, измерения или сравнения испытываемого образца по эталонному материалу или эталону, прослеживаемым к национальному или международному эталону.

d) **Согласованные значения от лабораторий-экспертов** — лаборатории-эксперты должны обладать компетентностью, которую они могут продемонстрировать при измерении определяемых величин(ы), используя стандартные методы, которые, известны как, обладающие высокой прецизионностью и сличимы с методами для общего применения. В некоторых случаях такими лабораториями могут быть эталонные лаборатории.

e) **Согласованные значения от лабораторий-участников** — использование статистических данных, описанных в A.1.3 с анализом влияний экстремальных значений.

A.1.2 Следует определить приписанные значения для того, чтобы справедливо оценить участников, а также и для того, чтобы способствовать согласованности между лабораториями и методами. Это осуществляется посредством отбора всюду, где это возможно, общих групп для сличения и посредством использования общих приписанных значений.

A.1.3 Когда приписанные значения определяются по согласованным методам, могут оказаться пригодными следующие статистические данные:

- а) **качественное значение** — согласованное решение по предварительно определенному большинству в процентном отношении (обычно выражается по номинальной или порядковой шкале);
- б) **количественное значение** — “среднее” для соответствующей группы сличений, такое как
 - i) среднее, которое может быть взвешенным или преобразованным (напр., округленное или геометрическое среднее),
 - ii) медиана, мода или другая робастная мера.

A.1.4 Там, где необходимо, следует определить неопределенность приписанных значений, используя методики, описанные в *“Руководстве для выражения неопределенности измерения”*.

A.1.5 Экстремальные результаты трактуют следующим образом.

а) Когда результаты участников используются для определения приписанных значений, следует применять методы, позволяющие свести к минимуму влияние экстремальных результатов. Это можно осуществить с помощью робастных статистических методов или путем удаления выбросов до выполнения расчетов (см. ИСО 5725-2). В программах более широкого масштаба или в повседневных программах, возможно, надо иметь автоматизированные фильтры для устранения выбросов.

б) Если результаты удаляются как выбросы, их следует удалять только для расчета суммарных статистических данных. Эти результаты все таки следует оценить в программе проверки на качество проведения испытаний и присвоить соответствующую квалификационную оценку способности проводить испытания.

A.1.6 Следующие соображения.

а) В идеале, если приписанные значения определяются с помощью эталонного значения или как согласованное решение участников, то координатору следует иметь методику для установления правильности приписанных значений и для анализа распределения данных.

б) Координатору следует иметь критерии для приемлемости приписанного значения на основании его неопределенности.

A.2 Расчет статистических данных, характеризующих способность проводить испытания

A.2.1 Техническая компетентность проводить испытания на одиночных контрольных образцах

A.2.1.1 Результаты проверки на качество проведения испытаний часто требуется преобразовать в статистические данные, характеризующие способность проводить испытания, чтобы оказать помощь в объяснении этих результатов и позволить выполнить сличение для определенных целей. Цель заключается в измерении отклонения от приписанного значения способом, который позволяет выполнить сличение с критериями, характеризующими техническую компетентность проводить испытания. Могут использоваться самые различные методы: от методов, в которых не требуется обработка данных, до сложных статистических преобразований.

A.2.1.2 Меры, характеризующие техническую компетентность проводить испытания, должны быть содержательными для участников программы. Поэтому меры следует соотносить с прикладными потребностями испытания, и их следует правильно понимать или они должны быть общепринятыми в данной области.

A.2.1.3 Для расчета статистических данных, характеризующих способность проводить испытания, и в итоговых отчетах по программам проверки на качество проведения испытаний часто используются меры изменчивости. К общим примерам таких мер изменчивости для соответствующей групп сличения относятся:

- а) стандартное отклонение (SD);
- б) коэффициент вариации (CV);
- с) относительное стандартное отклонение (RSD);
- д) процентиль, абсолютное отклонение медианы или другие робастные меры.

A.2.1.4 Для результатов по качественному составу расчет обычно не требуется.

Ниже перечислены широко распространенные статистические данные для количественных результатов в порядке возрастания степени преобразования результатов участников.

- а) Разность $(x-X)$, где “ x ” есть результат участника, а “ X ” есть приписанное значение.

b) Процентная разность

$$\frac{(x - X)}{X} \times 100$$

c) Процентиль или ранг.

d) Количественные показатели z , где

$$z = \frac{x - X}{s},$$

s — соответствующая оценка/мера изменчивости, которая выбирается так, чтобы она удовлетворяла требованиям программы. Эта модель может использоваться как в случае, когда X и s выводятся из результатов участников, так и когда X и s не выводятся из результатов (всех) участников. [Например, когда приписанные значения и изменчивость установлены; см. 4.2 из *Международного гармонизированного протокола для проверки (химических) аналитических лабораторий на качество проведения испытаний*.]

e) критерий E_n (обычно используются в программах сличения измерений), где

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

U_{lab}^2 — неопределенность результата участника, а U_{ref}^2 — неопределенность приписанного значения эталонной лаборатории.

A.2.1.5 Рассмотрим следующее:

a) Простая разность между результатом участника и приписанным значением может быть достаточной для определения технической компетентности проводить испытания и ее наиболее легко понимают участники. Величина $(x - X)$ называется в ИСО 5725-4 “оценкой смещения лаборатории”.

b) Процентная разность подходит для концентрации, и ее хорошо понимают участники.

c) Процентили или ранги полезны для результатов сильно рассеянных или с асимметричных, для одинарных ответов или когда имеется ограниченное число различных ответов. Этот метод следует использовать осторожно (см. 6.6.5).

d) Преобразованные результаты могут быть предпочтительны или необходимы в зависимости от характера испытания. Например, результаты, основанные на разбавлении растворов, представляют собой вид геометрической шкалы, преобразуемой по логарифмам.

e) Если используются статистические критерии (напр., количественные показатели z), оценки изменчивости должны быть надежны; то есть, основаны на достаточном количестве наблюдений, чтобы уменьшить влияние экстремальных результатов и добиться низкой неопределенности.

A.2.2 Комбинированные количественные показатели, характеризующие техническую компетентность проводить испытания

A.2.2.1 Техническая компетентность проводить испытания может оцениваться на основе более, чем одного результата в одиночном цикле проверки на качество проведения испытаний. Это происходит тогда, когда имеется более одного контрольного образца для конкретной измеряемой величины или семейства взаимосвязанных измеряемых величин. Это делается для обеспечения более исчерпывающей оценки способности проводить испытания.

Графические методы, такие как график Юдена или график, демонстрирующий h - статистику Мандела, являются эффективными способами пояснения способности проводить испытания (см. ИСО 5725-2).

Можно привести следующие примеры:

a) Комбинированный количественный показатель для одной и той же измеряемой величины:

- число удовлетворительных результатов;
 - средний или суммарный количественный показатель z ;
 - средняя абсолютная разность (в единицах измерения или процентах);
 - суммарная абсолютная разность (или квадратичная разность).
- b) Составной количественный показатель для различных измеряемых величин:
- число (или процент) удовлетворительных результатов;
 - средний абсолютный количественный показатель z ;
 - средняя абсолютная разность по отношению к пределам оценки.

A.2.2.2 Рассмотрим следующие соображения.

a) Количественные показатели (при необходимости) могут быть преобразованы, с тем чтобы они все удовлетворяли одному и тому же ожидаемому распределению (напр., Гауссову для количественных показателей z или χ^2 - распределению для квадратов разностей).

b) Следует выполнить проверку для экстремальных значений, которые могли бы существенно повлиять на составной количественный показатель.

A.3 Оценка способности проводить испытания

A.3.1 Первоначальная способность проводить испытания

После того, как будет принято во внимание, учитывает ли мера для оценки способности проводить испытания некоторые особенности, следует установить критерии для оценки способности проводить испытания.

A.3.1.1 Эти особенности следующие.

a) **Консенсус экспертов:** когда консультативная группа или другие квалифицированные эксперты непосредственно определяют, подходят ли представленные результаты для данной цели. Консенсус экспертов — это типовой способ оценить результаты качественных испытаний.

b) **Соответствие назначению:** учитывает, например, технические требования к технической компетентности проводить испытания, которые заложены в методе, и признанный уровень работы участников.

c) **Статистический расчет количественных показателей:** когда критерии должны быть пригодными для каждого количественного показателя. Общеизвестные примеры применения количественных показателей следующие:

1) для количественных показателей z :

$$\begin{aligned} |z| \leq 2 &= \text{удовлетворительный} \\ 2 < |z| < 3 &= \text{сомнительный} \\ |z| \geq 3 &= \text{неудовлетворительный} \end{aligned}$$

2) для критерия E_n :

$$\begin{aligned} E_n \leq 1 &= \text{удовлетворительное} \\ E_n > 1 &= \text{неудовлетворительное} \end{aligned}$$

Консенсус участников: диапазон количественных показателей или результатов, используемых некоторым процентом участников или взятый из эталонной группы, как например:

- процент в центре (80 %, 90 % или 95 %) удовлетворительный или
- процент с одной стороны (самый низкий 90 %) удовлетворительный.

A.3.1.2 Для схем с распределенной пробой цель может заключаться в выявлении неадекватной поверки (калибровки) и/или большой случайной флуктуации результатов. В этих случаях оценки следует основывать на достаточном количестве результатов и для широкого диапазона концентраций. Для выявления и описания этих проблем полезны графические методы, в частности, графики, демонстрирующие разности между значениями лабораторий и соответствующими средними значениями. Результаты могут сравниваться с использованием регрессионного анализа и анализа неисключаемых погрешностей с соответствующими параметрическими или непараметрическими процедурами.

A.3.1.3 Всякий раз, когда это возможно, следует использовать графики, чтобы продемонстрировать способность проводить испытания (напр., гистограммы, столбиковые диаграммы погрешностей, упорядоченные диаграммы количественных показателей z). Эти диаграммы могут использоваться для отображения:

- а) распределений значений участников;
- б) отношения между результатами, полученными на многочисленных контрольных образцах;
- с) сравнительных распределений для различных методов.

A.3.2 Надзор за технической компетентностью проводить испытания

A.3.2.1 Программа проверки на качество проведения испытаний может включать методы контроля способности проводить испытания с течением времени. Статистические методы должны позволять участникам наблюдать изменчивость в своей технической компетентности проводить испытания, имеются ли общие тенденции, или несовместимости и где техническая компетентность проводить испытания изменяется случайно.

A.3.2.2 Для того, чтобы широкий круг читателей мог легко интерпретировать результаты, следует использовать графические методы. Полезны традиционные контрольные карты “Шухарта”, особенно для целей самосовершенствования. Распечатки данных и суммарные статистические данные позволяют осуществлять более подробный анализ. Для построения этих графиков и таблиц следует использовать статистические данные, применяемые для оценки способности проводить испытания.

A.4 Предварительное определение однородности контрольного образца

Для оценки данных, полученных в результате испытаний на однородность контрольных образцов, следует использовать соответствующие статистические методы. Один приемлемый подход описан в *Международном гармонизированном протоколе для проверки (химических) аналитических лабораторий на качество проведения испытаний*. См. Приложение II: Рекомендуемая методика для испытаний вещества на достаточную однородность.

Приложение В
(информационное)

**Управление качеством программ проверки
на качество проведения испытаний**

Рекомендуется, чтобы была внедрена система качества и поддерживался ее научно-технический уровень. Следует документировать эту систему, например, в Руководстве по качеству. В нем следует изложить существующие политики и методики для обеспечения качества программ проверки на качество проведения испытаний, высказать доверие, как к участникам, так и к пользователям данных, получаемых участниками. Рекомендуется, чтобы организация, выполняющая программу, удовлетворяла требованиям управления качеством и технической компетентности на основе соответствующих частей серии ИСО 9000 и ИСО/МЭК 17025, что продемонстрировано путем сертификации и/или аккредитации признанным органом.

Рекомендуется включить в такую документацию по качеству следующие вопросы:

- a) Политика в области качества
- b) Организация координирующего органа
- c) Обучение персонала и его компетентность
- d) Роли и ответственность сотрудников
- e) Контроль документации
- f) Методики аудита и анализа
- g) Цели, область применения, статистическая модель и форма программ проверки на качество проведения испытаний
- h) Рабочие методики
 - приготовление проб
 - испытания проб на однородность
 - оборудование
 - методики для установления приписанных значений
 - поставщики, в том числе субподрядчики
 - материально-техническое обеспечение
 - анализ данных
- i) Подготовка и выпуск отчетов
- j) Деятельность и обратная связь участников
- k) Документирование записей и регистрация документов
- l) Процедуры рассмотрения жалоб
- m) Политика по обеспечению конфиденциальности и этические процедуры
- n) Расчетные данные
- o) Безопасность и другие факторы окружающей среды
- p) Заключение субподрядов
- q) Взносы за участие
- r) Область доступности программ
- s) Общая политика в отношении участия и использования результатов программы

Приложение С

Библиография

- [1] WECC Дос. 15-1992, *Межлабораторные сличения в рамках WECC*. Западно-европейский союз по поверке (калибровке) (теперь EAL).
- [2] EAL-G6-1993, Критерии WELAC для проверки на качество проведения испытаний при аккредитации. Европейский союз по аккредитации лабораторий (EAL).
- [3] APLAC, Межлабораторные сличения
- Док. 1 — Программы проверки на качество проведения поверки (калибровки) и измерений (ка-
- Док. 2. — Программы испытаний
- Азиатско-тихоокеанский союз по аккредитации лабораторий, 1996.
- [4] ASTM E 1301-1995, *Стандартное руководство по разработки и реализации программ проверки лабораторий на качество проведения испытаний*.
- [5] ИСО Руководство 30:1992, *Термины и определения, используемые для образцовых веществ*.
- [6] Horwitz W., *Номенклатура межлабораторных аналитических исследований*. Pure Appl. Chem., **66**(9), 1994, стр. 1903-1911.
- [7] Sweets J. A. и Picket R. M., *Оценка диагностических систем — Методы из теории обнаружения сигналов*. Academic Press, New York, London, 1982.
- [8] Youden W. J., *Статистические методы совместных испытаний*. Ассоциация официальных аналитических химиков, VA, 1967.
- [9] Mandel J., *Анализ двухпутевых компоновок*. Chapman & Hall, New York, NY, 1996, стр. 65-79.
- [10] Tholen D.W. *Статистическая методика для выполнения измерений и оценивания способности проводить испытания по программе межлабораторных сличений*. Arch. Pathol. Lab. Med., **112**, 1988, стр. 462-470.
- [11] Kafadar K., *Подход двух взвешиваний к проблеме одиночной пробы*. Amer. Statistical Assoc., **77**(378), 1982, стр. 416-424
- [12] Королевское общество химиков, *Робастные статистические методы — Каким образом не отклонять выбросы, Часть 1, Основные концепции и Часть 2, Межлабораторные испытания*. (Комитет аналитических методов, Королевское общество химиков). Analyst, **114**, 1989, стр. 1693-1702.
- [13] Tholen D.W., *Опорные значения и средние значения участников как цели в проверке на качество проведения испытаний*. Arch. Pathol. Lab. Med., **117**, 1993, стр. 885-889.
- [14] Ross J.W., *Развитие критериев оценки в исследованиях Коллегии американских патологов*. Arch. Pathol. Lab. Med., **112**, 1987, стр. 334-339.
- [15] Hoeltge G.A. and Duckworth J.K., *Анализ способности лабораторий, аккредитованных Коллегией американских патологов, выполнять проверки на качество проведения испытаний*. Arch. Pathol. Lab. Med., **111**, 1993, стр. 1011-1014.
- [16] Jenny R.W. and Jackson K.Y., *Способность выполнять проверки на качество проведения испытаний как средство прогнозирования точности повседневных обследований пациента на теофиллин*. Clin. Chem., **39**(1), 1993, стр. 76-81.