

Нововведения стандарта ISO 13528:2015 в вопросах проверки квалификации испытательных лабораторий

Тупицын Евгений Николаевич

Начальник отдела ОАО «Лига»,
Технический эксперт Росаккредитации,
Кандидат физико-математических наук
e-mail: ten@ligaoao.ru т. +79053243037

ГОСТ ISO/IEC 17043-2013

ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации.

4. Технические требования.

4.4. Разработка программ проверки квалификации

4.4.4. Методы статистического расчета

4.4.4.1. Следует разработать методы статистических расчетов, отвечающие целям программы и основанные на виде данных (качественные или количественные, включая порядковые и категориальные данные), статистических допущениях, природе ошибок и на ожидаемом количестве результатов.

Приложение В. Статистические методы для проверки квалификации.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

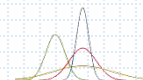
ГОСТ
ISO/IEC 17043
2013

ОЦЕНКА СООТВЕТСТВИЯ

Основные требования к проведению проверки
квалификации

(ISO/IEC 17043:2010, IDT)

Москва
2014

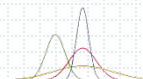


ISO 13528:2015

ISO 13528:2015 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison.

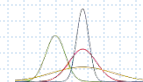
ГОСТ Р 50779.60-2017

Статистические методы.
Применение при проверке
квалификации посредством
межлабораторных
испытаний.



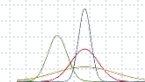
Дополнительные нормативные документы

- a) **ISO 5725:1994** Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
- b) **ГОСТ ISO Guide 35-2015** Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации)
- c) Thompson M., Ellison S. L. R., Wood R., "The International Harmonized Protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories" (**IUPAC Technical Report**), in Pure and Applied Chemistry, Vol. 78, No. 1, pp. 145-196, 2006
- d) Kuselman I., Fajgelj A. **IUPAC/CITAC Guide**: Selection and use of proficiency testing schemes for a limited number of participants—chemical analytical laboratories (IUPAC Technical Report) in Pure and Applied Chemistry, Vol. 82, №5, pp.1099-1135,2010



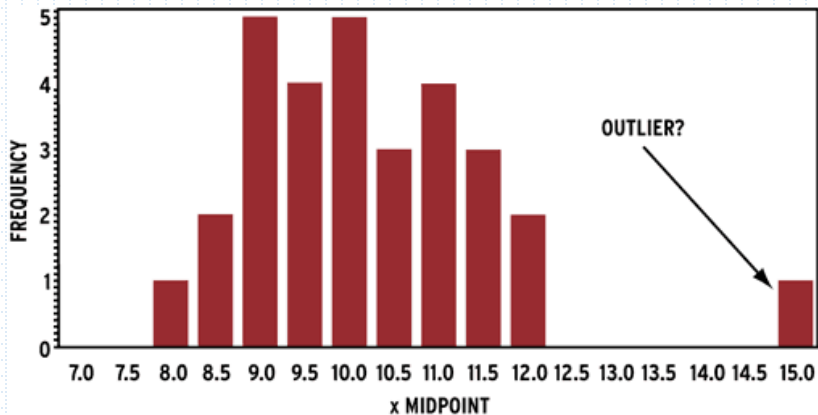
Новые обозначения ISO 13528:2015

ISO 13528:2005	ISO 13528:2015
Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons	Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison
standard deviation for proficiency testing (assessment) $\hat{\sigma}$	The standard deviation for proficiency assessment σ_{pt} (SDPA)
Assigned value X	Assigned value X_{pt}
ГОСТ Р ИСО 13528-2010	ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015)
Статистические методы. Применение при экспериментальной проверке компетентности посредством межлабораторных сравнительных испытаний	Статистические методы. Применение при проверке квалификации посредством межлабораторных испытаний
Стандартное отклонение оценки компетентности $\hat{\sigma}$	Стандартное отклонение оценки квалификации σ_{pt}
Приписанное значение X	Приписанное значение X_{pt}



Анализ данных участников

1. Оценка выбросов (outliers), квазивыбросов (stragglers). Критерии Кохрена, Граббса.

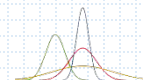


2. Робастные методы:

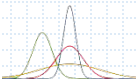
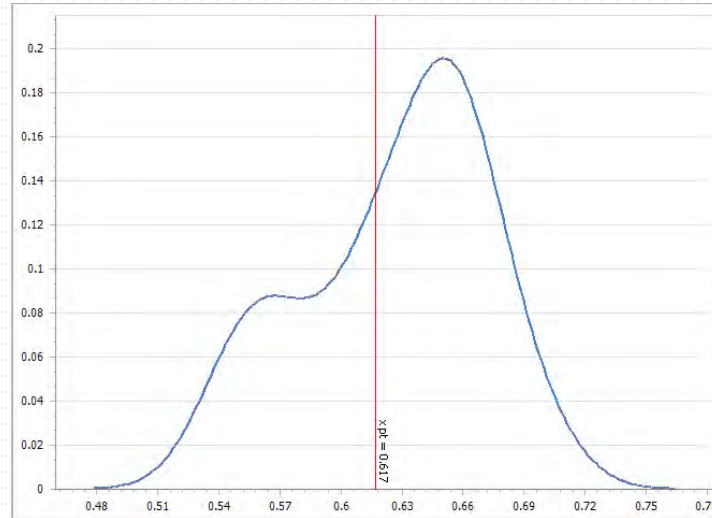
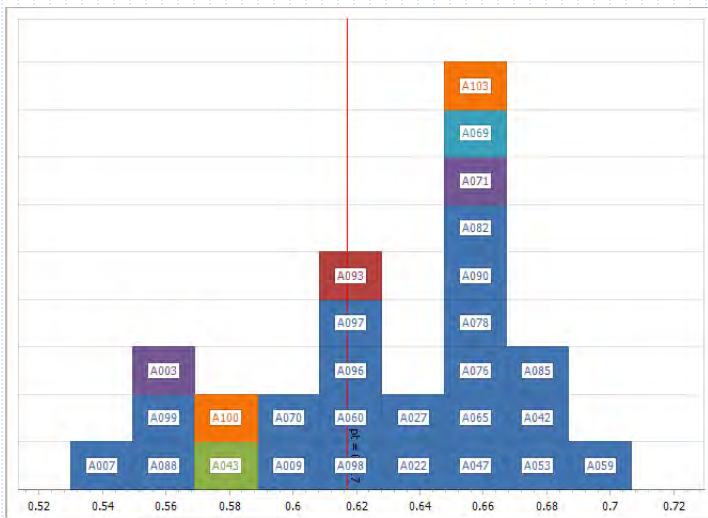
а) Простые оценки

б) Алгоритмы с итеративной шкалой

с) Сложные для вычисления оценки Q , Q_n , метод Хампеля



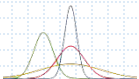
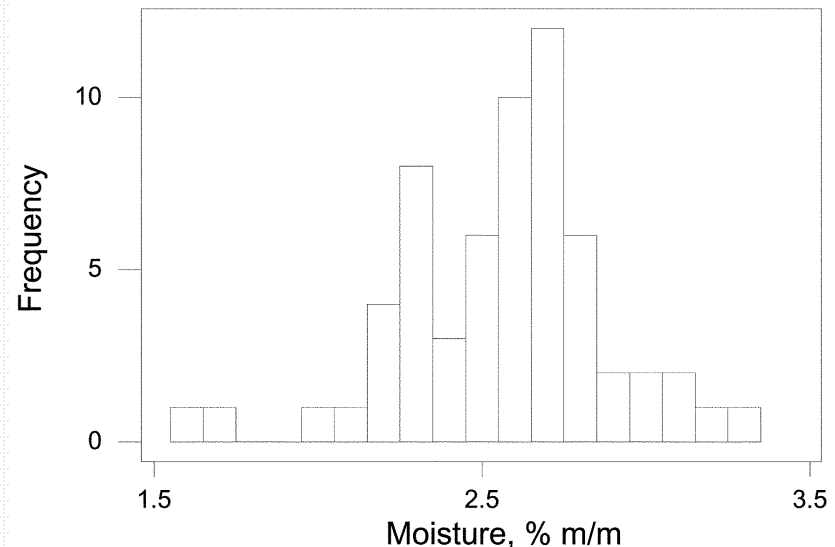
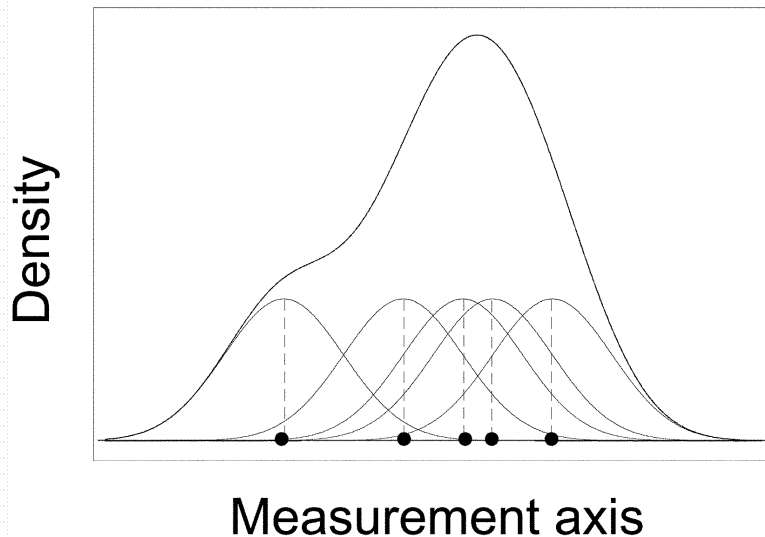
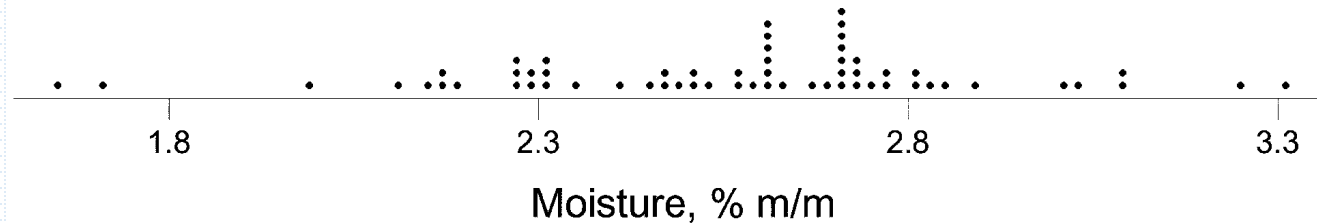
Графическое представление данных участников



Многомодальность

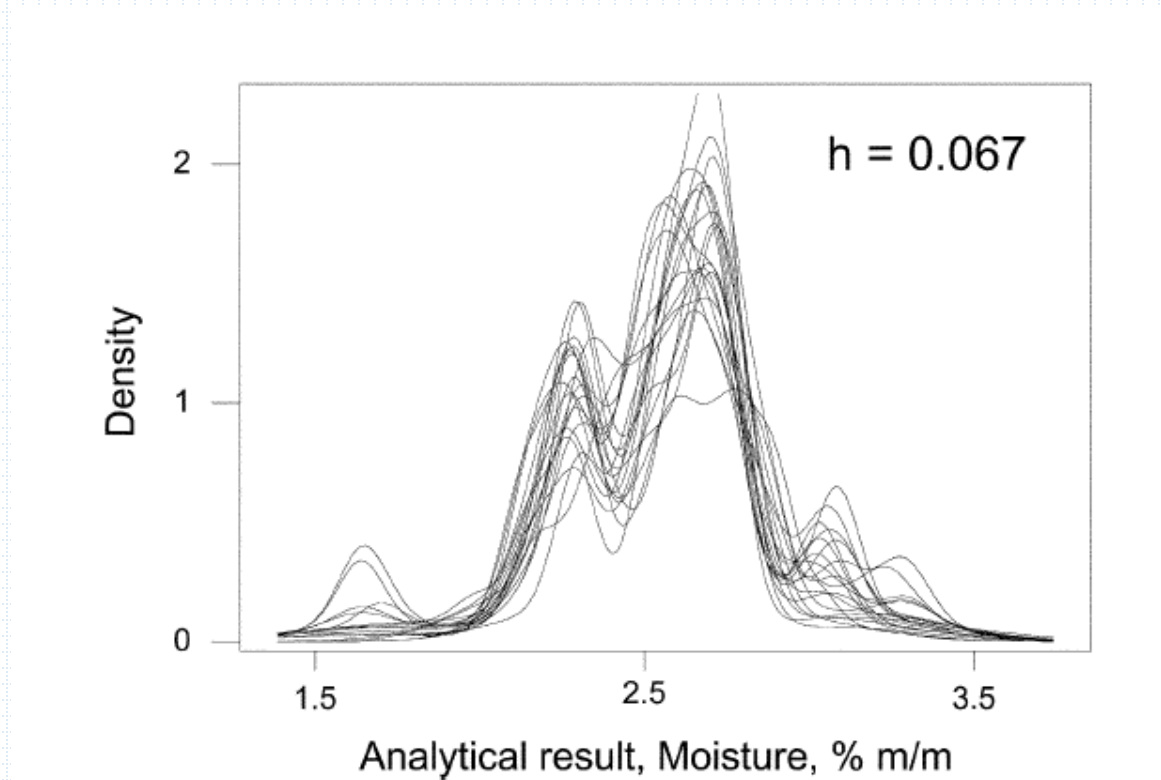
Philip J. Lowthian and Michael Thompson «Bump-hunting for the proficiency tester-searching for multimodality» ANALYST (2002)

Michael Thompson «Using mixture models for bump-hunting in the results of proficiency tests» Accred Qual Assur (2006) 10: 501–505

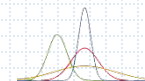


Метод виртуальных выборок

Применение метода виртуальных выборок (bootstrap-метод)



Philip J. Lowthian and Michael Thompson «Bump-hunting for the proficiency tester-searching for multimodality»
Analyst, 2002, **127**, 1359–1364



Программная среда вычислений R

<https://www.r-project.org/>

Файл Правка Вид Журнал Закладки Инструменты Справка

R: The R Project for Statistical Computing

<https://www.r-project.org/>

The R Project for Statistical Computing

[Home]

Download

CRAN

R Project

About R
Logo
Contributors
What's New?
Reporting
Bugs
Conferences
Search
Get Involved:
Mailing Lists
Developer
Pages
R Blog

R Foundation

Foundation
Board
Members

R Console

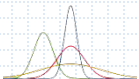
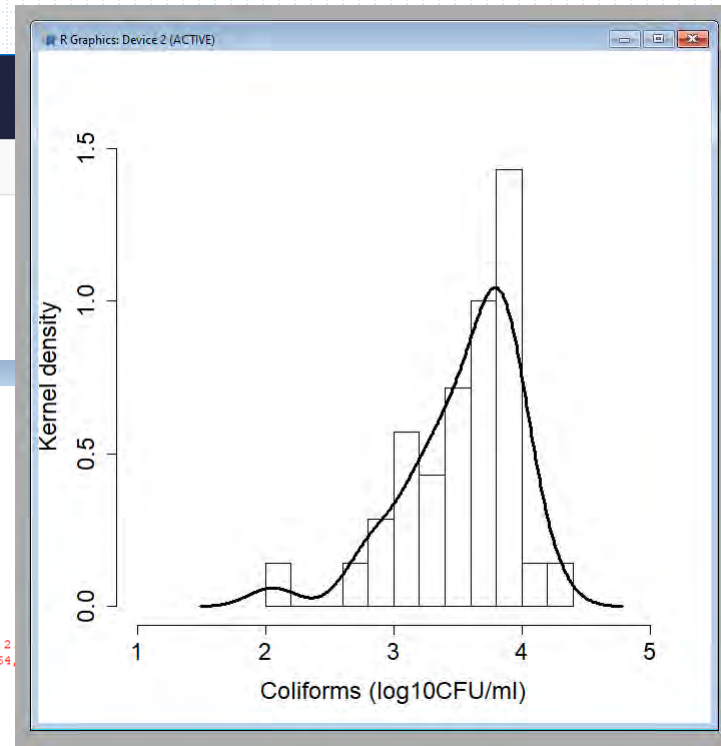
R -- это проект, в котором сотрудничает множество разработчиков. Введите 'contributors()' для получения дополнительной информации и 'citation()' для ознакомления с правилами упоминания R и его пакетов в публикациях.

Введите 'demo()' для запуска демонстрационных программ, 'help()' -- для получения справки, 'help.start()' -- для доступа к справке через браузер. Введите 'q()', чтобы выйти из R.

[Загружено ранее сохраненное рабочее пространство]

```
> library(boot) #for bootstrap estimates
> library(pastecs) #for descriptive statistics
> #DATA
> colif<-c(3.80, 3.90, 3.07, 3.64, 4.06, 3.40, 3.59, 3.39, 3.47, 3.47, 3.77, 3.53, 2
+ 2.75, 2.06, 3.75, 3.73, 3.82, 3.86, 3.88, 3.97, 3.96, 3.80, 3.88, 3.25, 3.45, 3.64,
+ 3.17, 3.19, 3.17, 4.22, 3.82, 3.82, 3.95)
> #DESCRIPTIVE STATISTICS
> options(digits = 3) #number of decimal
> stat.desc(colif)
      nbr.val    nbr.null    nbr.na      min      max      range
35.0000     0.0000     0.0000     2.0600     4.2200     2.1600
      sum      median      mean    SE.mean CI.mean.0.95      var
123.9200     3.6400     3.5406     0.0756     0.1536     0.1998
      std.dev    coef.var
0.4470         0.1263

> #CONDITIONS
> sigmat<-0.25 #standard deviation "fitness for purpose"
> bw=0.75*sigmat #standard deviation of kernel density
> #HISTOGRAM AND KERNEL DENSITY GRAPH
> hist(colif, freq=F, main="", cex.lab=1.5, xlim=c(1,5), ylim=c(0,1.5),
+ xlab="Coliforms (log10CFU/ml)", ylab="Kernel density", breaks=10)
> lines(density(colif, kernel="gaussian", bw), col="black", lwd=3)
> #FUNCTION TO DEFINE THE STATISTICS
> theta<- function(y,i)
+ {
+   dens<-density(y[i], kernel="gaussian", bw=bw)
+   mode<-dens$x[which.max(dens$y)]
+ }
> #BOOTSTRAP MODE CALCULATION AND ITS UNCERTAINTY
> set.seed(220) #START POINT OF BOOTSTRAP
> boot.statistics<- boot(colif,theta,R=1000)
> boot.statistics #MODE AND STANDARD ERROR
```



Графическое представление данных

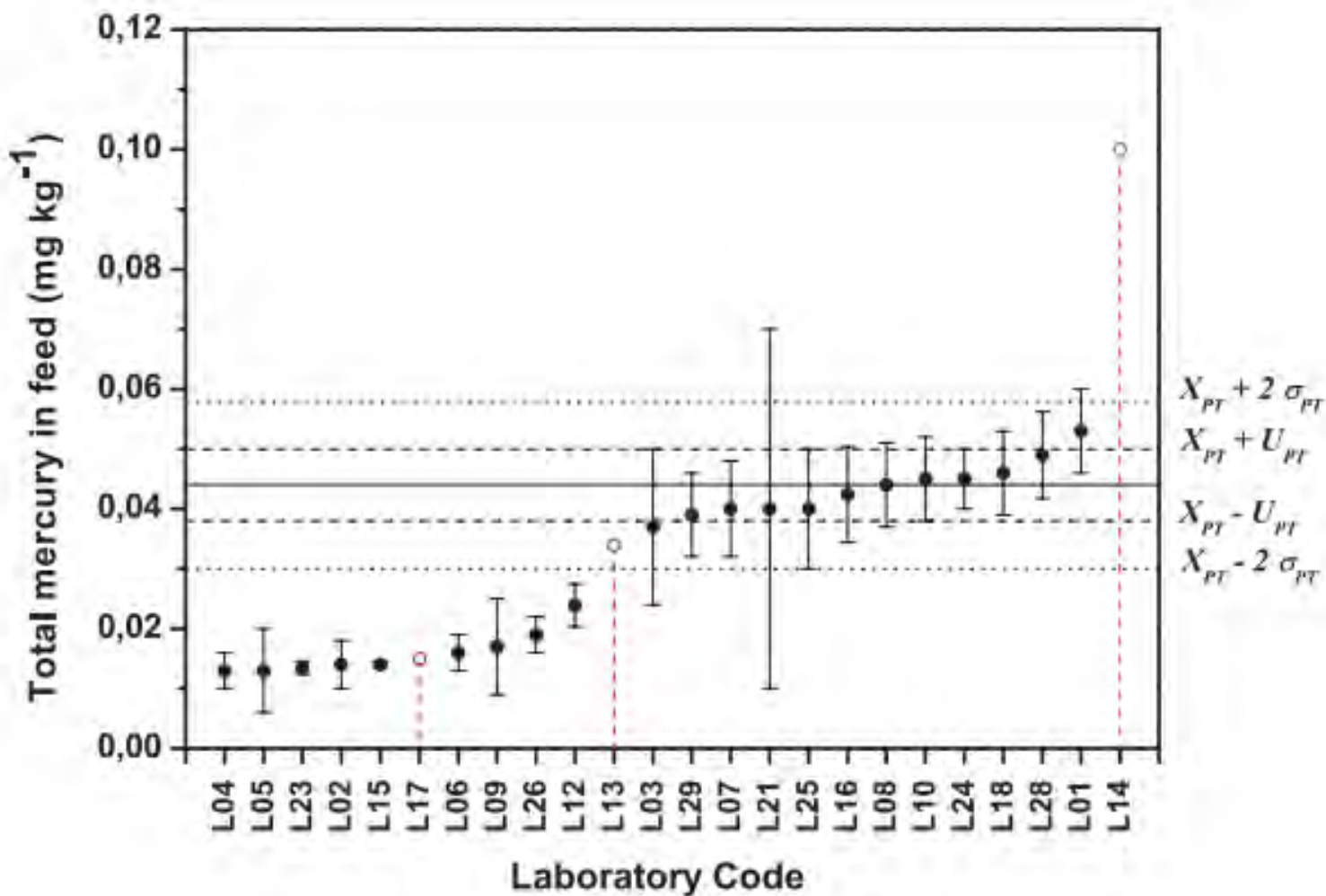
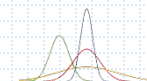


Figure E.5 ISO 13528:2015



Определение приписанного значения x_{pt}

x_{pt} - ?

Методы определения приписанного значения x_{pt} и его стандартной неопределенности $u(x_{pt})$

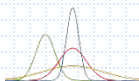
7.3 Состав образцов (смеси);

7.4 CRM (Сертифицированный стандартный образец);

7.5 Результаты одной лаборатории;

7.6 Экспертные лаборатории;

7.7 Согласованное значение участников.



Определение критериев оценки работы лабораторий

σ_{pt} - ?

8.1 Максимально допустимая погрешность;

$\sigma_{pt} = \delta E / \text{значение границы зоны действия.}$

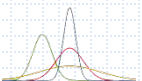
8.2 Чувствительность экспертов;

8.3 Предыдущие раунды;

8.4 Общая модель Хорвица;

8.5 Стандартный метод (ISO 5725);

8.6 По результатам участников.



Статистики функционирования лабораторий

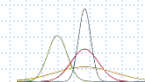
Статистики функционирования (индексы – score) должны соответствовать целям программы квалификации и должны быть легко интерпретируемыми провайдером и участниками.

Ограничения неопределенности приписанного значения:

$$u(x_{pt}) < 0,3\sigma_{pt} \quad \text{или} \quad u(x_{pt}) < 0,1\delta_E$$

Если не выполняется:

- выбор альтернативного метода определения x_{pt} ;
- учет $u(x_{pt})$;
- выделить группы участников;
- информирование участников о факте и выводах.



Статистики функционирования лабораторий

9.3. Оценка отклонения (погрешности измерений)

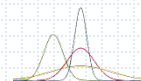
$$D_i = x_i - x_{pt}$$

9.4. z-индекс

$$z_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}$$

Общепринятая интерпретация ГОСТ ISO/IEC 17043-2013

- результат считают приемлемым, если $|z| \leq 2,0$
- результат находится в зоне предупреждения (сигнал предупреждения), если $2,0 < |z| < 3,0$
- результат считают неприемлемым, если $|z| \geq 3,0$



Статистики функціонування лабораторій

9.5. z' -індекс (если $u(x_{pt}) > 0,3\sigma_{pt}$)

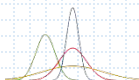
$$z'_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})}}$$

9.6. (ζ) Дзета-індекс

$$\zeta_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{u^2(x_i) + u^2(x_{pt})}}$$

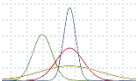
9.7. E_n -індекс

$$E_{ni} = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{U^2(x_i) + U^2(x_{pt})}}$$



Программы с малым числом участников

- Число участников P критично в случае определения приписанного значения на основе согласованного значения результатов участников. Для надежной оценки необходимо $P > 30$. Использовать результаты менее 20 лабораторий не рекомендуется;
 - Приписанное значение необходимо определить с использованием валидированной метрологической процедуры или по данным эталонной лаборатории. При этом критерий оценки тоже должен быть внешним;
 - Критерий Граббса лучше всего работает при $P > 10$;
 - В случае экстремально малого количества (P от 3 до 5) для параметра положения предпочтительно использовать медиану, для параметра шкалы – $MADe$;
- Для оценки неопределенности приписанного значения предпочтительно использовать бутстрэп методы.



Программы для качественных данных

Возможные виды качественных данных:

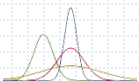
- Категориальная шкала;
- Наличие или отсутствие свойства;
- Порядковая шкала

Приписанное значение:

- Экспертная оценка;
- Использование стандартных образцов;
- Использование моды или медианы участников (только для порядковых значений)

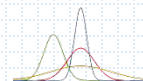
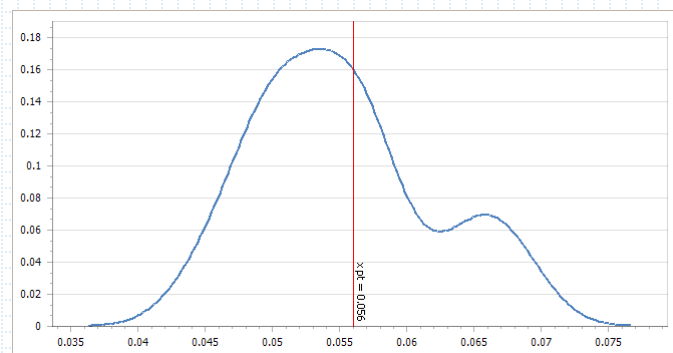
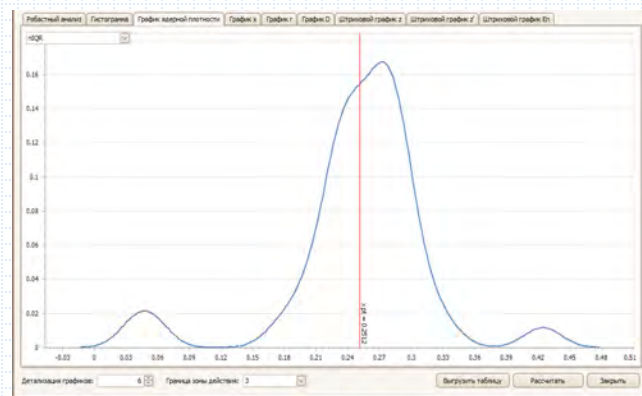
Результат считают приемлемым, если он точно совпадает с приписанным значением (напримет, присутствие/отсутствие).

В случае нескольких результатов (например - 0,1,2,3,4 - где числа это степень реакции) провайдер должен разработать схему оценки.



Программное обеспечение «ЮниЛИМС»

- Разработано в Российской Федерации;
- Протестировано и используется аккредитованными провайдерами МСИ и испытательными лабораториями;
- Алгоритмы полностью соответствуют ISO 13528:2015;
- Блоки по оценке показателей прецизионности и правильности (ISO 5725)



Программное обеспечение «ЮниЛИМС»

Робастный анализ | Гистограмма | График ядерной плотности | График x | График g | График D | Штриховой график z | Штриховой график z' | Штриховой график Ep

Простые оценки

x^*
Среднее арифметическое: 0.2512117647058823529411764706
Медиана: 0.2620
 s^* $u(x)$
Стандартное отклонение: 0.067210816069 0.014408199827
MADe: 0.0385580 0.008265803057
nIQR: 0.0402340575 0.008625104919

Алгоритм А

x^*
Алгоритм А с итерат. шкалой: 0.2570165869147579466957778E
 s^* $u(x)$
Алгоритм А с итерат. шкалой: 0.03948406116 0.00846432578

Сложные оценки

x^*
Метод Хампеля 1 (MADe): 0.25936435606456038402654
Метод Хампеля 1 (Qn): 0.2591842043564026948841087535
Метод Хампеля 1 (Q): 0.2600010581397237050062386746
Метод Хампеля 2 (Q): 0.2512117647058823529411764706
 s^* $u(x)$
Qn метод: 0.0360332176586 0.007724557308
Q метод: 0.042565950492 0.009125000355E

☒ Включить выбросы при расчете робастных оценок Уровень значимости для определения выбросов: 5%

Детализация графиков: 6 Граница зоны действия: 3

Выгрузить таблицу Рассчитать Закрыть

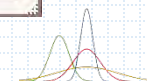
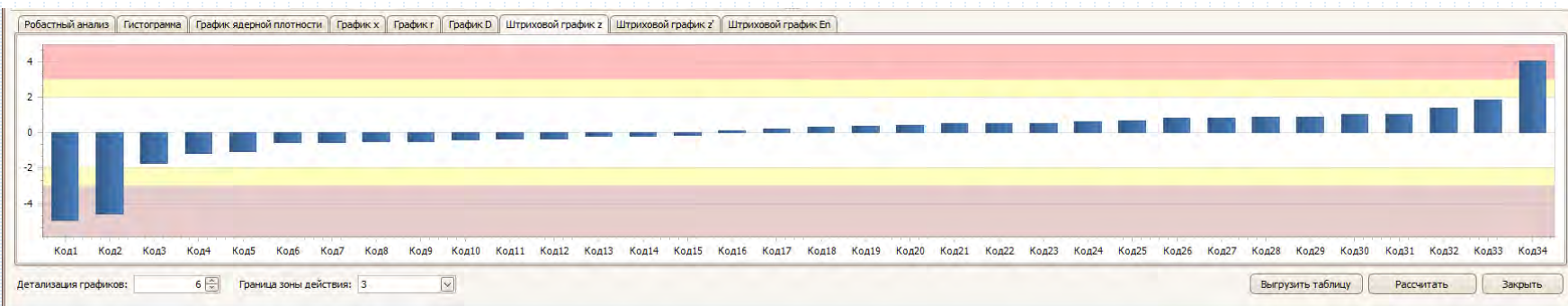
Показатель/характеристика: Ртуть Тип результатов: Количественный Ед. изм.: мг/дм³ Кол-во репликаций: 1

Метод определения приписанного значения: Сертифицированный СО 7.4 Станд. откл. для оценки квалификации σ_{pt} : Максимально допустимая погрешность... Допустимая погр. δE : 0.0198

Приписанное значение x_{pt} (ПЗ): 0.044 Неопределенность ПЗ $u(x_{pt})$: 0.0041 Станд. откл. σ_{pt} : 0.0066 Ориент. значение:

Участник	Код	Данные ...	x_1	x	g	$u(x)$	σ_{pt}	D	D%	z	z'	Pa	Ep	ζ	Ранг	Методика
11-02...	L04	-	0.013	0.013		0.003	0.0066	-0.031 A	-70.4545...	-4.69696...	-3.98979...	-156.565...	-3.05096...	-6.10193...	1.5	[нет данных]
11-03 ФГ...	L05	-	0.0130	0.0130		0.007	0.0066	-0.031 A	-70.4545...	-4.69696...	-3.98979...	-156.565...	-1.91067...	-3.82134...	1.5	[нет данных]
11-51 ФБ...	L23	-	0.0135	0.0135		0.00108	0.0066	-0.0305 A	-69.3181...	-4.62121...	-3.92544...	-154.040...	-3.59681...	-7.19363...	3	[нет данных]
11-04 МУ...	L02	-	0.014	0.014		0.004	0.0066	-0.03 A	-68.1818...	-4.54545...	-3.86109...	-151.515...	-2.61871...	-5.23742...	4.5	[нет данных]
ФБУЗ ЦГ...	L15	-	0.014	0.014		0.0005	0.0066	-0.03 A	-68.1818...	-4.54545...	-3.86109...	-151.515...	-3.63163...	-7.26326...	4.5	[нет данных]
ГАУ ТО "...	L06	-	0.016	0.016		0.003	0.0066	-0.028 A	-63.6363...	-4.24242...	-3.60369...	-141.414...	-2.75571...	-5.51142...	6	[нет данных]
Филиал ...	L09	-	0.017	0.017		0.008	0.0066	-0.027 A	-61.3636...	-4.09090...	-3.47498...	-136.363...	-1.50176...	-3.00352...	7	[нет данных]
11-018 Г...	L26	-	0.019	0.019		0.003	0.0066	-0.025 A	-56.8181...	-3.78787...	-3.21758...	-126.262...	-2.46045...	-4.92091...	8	[нет данных]
ФБУ Нов...	L12	-	0.0239	0.0239		0.0036	0.0066	-0.0201 A	-45.6818...	-3.04545...	-2.58693...	-101.515...	-1.84194...	-3.68388...	9	[нет данных]
ООО "Но...	L03	-	0.037	0.037		0.013	0.0066	-0.007	-15.9090...	-1.06060...	-0.90092...	-35.3535...	-0.25676...	-0.51352...	10	[нет данных]
Филиал "...	L29	-	0.039	0.039		0.007	0.0066	-0.005	-11.3636...	-0.75757...	-0.64351...	-25.2525...	-0.30817...	-0.61634...	11	[нет данных]
ФГУ Вос...	L07	-	0.04	0.04		0.008	0.0066	-0.004	-9.09090...	-0.60606...	-0.51481...	-20.2020...	-0.22248...	-0.44496...	13	[нет данных]

Запись 1 из 21



Спасибо за внимание!

Ваши вопросы ?

