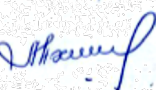


	Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
--	-------------------------------------	--	--------------

РУКОВОДСТВО ПО ИНТЕРПРЕТАЦИИ РЕЗУЛЬТАТОВ ПК И МЛС

Дата введения	№ издания	Весь документ или № страниц	Разработчики	Согласовано	Одобрено	Утверждено
01.07.2020	№ 1		Котова  Момукулова 	Таранчиева  Чуйтиева  Осмоналиева 	На заседании ТК ЛАБ (№50-2-2020 от 04.06.2020г.)	Чапаев 
01.01.2025	№2	3, 4, 5.6	Сайдалимов М.Т.  Котова Е.В. 	Бегалиева Г.А. 	На совм. засед. ТК ЛАБ (67-4-2024) и ПК ТК ЛАБ, ТК ОК (№ 26- 3- 2024) от 23.12.2024г.	Ахмеджанова А.Т. 
С правом досрочного внедрения ООС						

Настоящий документ не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения КЦА

Содержание

1	Введение
2	Область применения
3	Нормативные ссылки
4	Термины и определения
РАЗДЕЛ I	Характеристики функционирования и их интерпретация
5	Характеристики функционирования для количественных методов
5.1	Разность результатов
5.2	P_A - индекс
5.3	z, z' –индексы
5.4	E_n - индекс
5.5	ζ -индекс
5.6	Критерий Фишера (F-test, F-критерий, ϕ^* -критерий)
5.7	Показатели, применяемые в микробиологии
6	Анализ результатов участия в программах проверки квалификации
6.1	Совместное использование статистик функционирования
6.2	Интерпретация результатов для нескольких образцов
6.3	Мониторинг результатов во времени
6.4	Интерпретация МЛС с большим числом аналитов
7	Оценка результатов качественных и полуколичественных методов. Индекс правильности идентификации
8	Статистические основы интерпретации результатов
РАЗДЕЛ II	Организация межлабораторных сличений заинтересованными лабораториями
9	Организация МЛС
10	Выбор объекта сличений
11	Проведение МЛС
12	Оценка и оформление результатов МЛС
13	Конфиденциальность

 Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
---	--	---------------------

1. Введение

Программа проверки квалификации разрабатывается и реализуется провайдером программ проверки квалификации, который подтвердил а путём признания или аккредитации свою компетентность и несёт ответственность за все задачи, относящиеся к программе проверки квалификации. Провайдер—обеспечивает - подготовку образца, установление и подтверждение его свойств, однородности, стабильности в процессе транспортировки, рассылку объектов сличений, оценку результатов сличений и, что не менее важно, исключение сговора.

Программы проверки квалификации (ПК) не предназначены сугубо для подтверждения компетентности. На основе результатов программ проверок квалификации устанавливают критерии и процедуры испытаний (частоту, количеству образцов, число повторов, и т.д.), которые должны выполнять лаборатории при использовании метода и анализируемой продукции, чтобы достичь уровня контроля, желательного для всех участвующих сторон.

Для участвующей лаборатории программа проверки квалификации гарантирует сопоставление с результатами большого числа лабораторий и объективность результатов, что не удаётся обеспечить путём сопоставления результатов двух или нескольких лабораторий. Это связано с тем, что в процессе межлабораторных сличений и других сравнений (МЛС) отсутствуют документальные доказательства, что:

- полученные результаты не были результатом сговора;
- разница в результатах не обусловлена неоднородностью или нестабильностью испытываемого объекта;
- близость результатов не обусловлена общей систематической ошибкой двух лабораторий.

Однако, участие в ПК стоит очень дорого, а в некоторых областях оценки соответствия, включая диагностическое исследование такие программы отсутствуют. МЛС могут быть спланированы и осуществлены самими лабораториями, при этом результаты могут быть получены за более короткое время, и с меньшими финансовыми затратами. В этом случае должны быть доступны документальные свидетельства, подтверждающие в какой-то мере объективность результатов МЛС.

2. Область применения

Настоящее Руководство выпущено в помощь органам оценки соответствия (испытательным, калибровочным, поверочным, медицинским лабораториям и органам контроля) и предназначено для того чтобы пояснить, применяемые в целях оценки качества работы лабораторий и органов контроля методы, характеристики функционирования и их интерпретацию.

Также настоящее Руководство устанавливает минимальные требования к организации и документированию МЛС, в целях минимизации ошибок и правильной интерпретации результатов.

Настоящее Руководство применимо для испытательных, калибровочных, поверочных лабораторий и органов инспекции/контроля, а также оценщиками и техническими экспертами.

3. Нормативные ссылки

[КМС ISO/IEC 17043-2023 Оценка соответствия. Общие требования к компетентности провайдеров проверки квалификации.](#)

Издание	2	Дата введения	01.01.2025	стр. 3 из 25
---------	---	---------------	------------	--------------

 Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
--	--	--------------

ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015) Статистические методы. Применение при проверке квалификации посредством межлабораторных испытаний

КЦА-ПЛ 2 Политика КЦА для проверки квалификации и/или межлабораторные сличения, кроме проверки квалификации.

КЦА-ПЛ 5 Политика КЦА Неопределенность измерений

Стратегия перехода от поверки средств измерений, используемых в области оценки соответствия к калибровке. Одобрено на заседаниях: подкомитета «Метрология» ТК ЛАБ от 19.04.11г. и ТК ЛАБ от 19.12.11г.

ГОСТ ISO/TS 22117 – 2013 Микробиология пищевых продуктов и кормов для животных. Специальные требования и руководство по проверке квалификации лабораторий с помощью межлабораторных сравнительных испытаний.

4. Термины и определения

Межлабораторное сличение (МЛС) - организация, выполнение и оценивание измерений или испытаний одного и того же или нескольких подобных образцов двумя или более лабораториями в соответствии с заранее установленными условиями.

Малые межлабораторные сличения (малые МЛС) - Межлабораторные сличения, организуемые семью или менее лабораториями (EA-4/21 INF:2018).

Проверка квалификации (ПК) - оценка характеристики функционирования участника по заранее установленным критериям посредством межлабораторных сличений.

Метод испытания - в тексте настоящего документа термин употребляется для обозначения совокупности процедур и приемов для выполнения той или иной деятельности. Термин "метод испытания" применяются ко всем методам испытаний/измерений включая субъективные методы и процедуры экспертизы (контроль), и методы калибровки / поверки.

Объект сличений - объект с установленными значениями одной или нескольких величин, характеризующих состав или свойства этого объекта, предназначенный для проведения испытаний участниками сличений.

Примечание – Объект сличений может представлять собой пробу объекта, образец продукции, изделие, средство измерений, искусственно созданный материал, образец подписи и т.п.

Пилотная лаборатория – лаборатория или орган контроля, которая приняла на себя обязательства за предоставление и определение характеристик объекта сличений, и расчёт, и оформление их результатов.

Участник - лаборатория или организация, которая получает объект/ы сличений и представляет результаты на рассмотрение провайдеру ПК или пилотной лаборатории.

Отчёт о результатах – Протокол испытаний, сертификат калибровки или другой формат окончательного представления результатов.

Характеристика функционирования – числовой индекс, значение которого характеризует результаты сличений.

CRM (Certified reference material) – сертифицированный (аттестованный) стандартный образец.

РАЗДЕЛ 1 Характеристики функционирования и их интерпретация

Издание	2	Дата введения	01.01.2025	стр. 4 из 25
---------	---	---------------	------------	--------------

	Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
--	-------------------------------------	--	--------------

5. Характеристики функционирования для количественных методов и их интерпретация.

Критерии применяемые для оценки результатов сличений называют характеристиками функционирования.

Характеристики функционирования в строгом математическом виде могут быть получены только для количественных методов.

К характеристикам функционирования относят, P_A – индекс, z - индекс, ζ (дзета) – индекс, z' – индекс, En – индекс.

Количественный метод - метод испытаний, результатом которого является количество аналита/ свойство, измеренное прямо (подсчет по массе или объему) или косвенно (поглощение цвета, импеданс и т.д.) в определенном количестве образца.

5.1 Разность результатов

Для оценки результатов сличений требуется оценить разность результатов участвующих лабораторий.

$$D = X_{lab} - X_{ref} \quad \text{или в относительной форме} \quad D\% = \frac{X_{lab} - X_{ref}}{X_{ref}} 100 \%,$$

X_{lab} - результат участника;

X_{ref} - результат пилотной лаборатории;

Установленные в методах испытаний максимальные допускаемые расхождения результатов испытаний, полученных в 2-х лабораториях (R) представляют собой пример именно этой характеристики функционирования.

Интерпретация:

R (или δ_E) - максимальное допустимое расхождение результатов в двух лабораториях;

$D \leq R$ – результат удовлетворительный;

$D > R$ - результат неудовлетворительный.

Различные выражения для R являются обычными при проверке квалификации в области медицины или в функциональных требованиях к методам измерений и продукции.

Разность результатов - наиболее простой, но наименее информативный критерий.

5.2 P_A - индекс

Разность D ($D\%$) может быть преобразована в стандартизованный индекс функционирования, который показывает отношение полученной разности результатов к их допускаемому расхождению, так называемая "**доля допустимого отклонения**" или P_A – индекс (P_A – score).

$$P_A = \frac{D}{R} \quad \text{или в процентах} \quad P_A = \frac{D}{R} 100\%$$

Интерпретация:

$P_A \leq 0,7$ – результат удовлетворительный;

$0,7 \leq P_A \leq 1$ – результат сомнительный;

$P_A > 1$ - результат неудовлетворительный.

Таким образом, стандартизация разности приводит к возможности различать не только удовлетворительные и неудовлетворительные, но и **сомнительные** результаты.

5.3 z , z' –индексы

z –индекс (z – score) представляет собой отношение разности результатов участника и пилотной лаборатории к стандартному отклонению всех результатов участников.

Издание	2	Дата введения	01.01.2025	стр. 5 из 25
---------	---	---------------	------------	--------------

	Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
--	-------------------------------------	--	--------------

$$z = \frac{X_{lab} - X_{ref}}{\sigma_{PT}}$$

X_{lab} - результат участника;

X_{ref} - результат пилотной лаборатории

σ_{PT} – стандартное отклонение оценки квалификации.

Эта характеристика функционирования применяется **только в том случае**, если **неопределенностью приписанного значения объекта сличений можно пренебречь** по сравнению с разбросом результатов участников:

$$u(X_{ref}) < 0,3 \sigma_{PT} \quad \text{или, что тоже самое} \quad u(X_{PT}) < 0,1R$$

R (также используется обозначение δ_E) – допускаемое расхождение между результатами.

Если такую неопределенность приписанного значения объекта сличений обеспечить не удастся (например, за счет неоднородности или нестабильности образца, если приписанное значение определяется с помощью методов той же точности, что и используемые при проведении сличений), то применяется индексы, которые включают неопределённость: z' – индекс, ζ –индекс и E_n – индекс.

z' –индекс (z' – score) учитывает вклад в стандартное отклонение проверки квалификации неопределенности приписанного значения

$$z' = \frac{X_{lab} - X_{ref}}{\sqrt{\sigma_{PT}^2 + u_{ref}^2}}$$

Интерпретация:

z, z' –индексы интерпретируются одинаково:

$z, z' < 2$ результаты удовлетворительны;

$2 < z, z' < 3$ результаты сомнительны;

$z, z' > 3$ результаты неудовлетворительны.

Участникам необходимо проверить процедуры измерений при появлении предупреждающего сигнала, так как он служит признаком появившейся или повторяющейся проблемы. В некоторых случаях в качестве границы зоны сигнала к действиям провайдеры используют z -индекс, равный 2.

Широко применяемые в программах проверки квалификации **z и z' –индексы не могут быть использованы для оценки результатов сличений с малым числом участников**. Это связано с тем, что значение стандартного отклонения программы проверки квалификации σ_{PT} может считаться минимально статически достоверным не менее чем для 12 участников.

Исключение составляет использование z -индекса, когда в качестве объекта сличений используется **стандартный образец в неизменном виде (без растворения)**, а в качестве σ_{PT} используется стандартная неопределенность стандартного образца u_{CRM} .

5.4 E_n – индекс

Издание	2	Дата введения	01.01.2025	стр. 6 из 25
---------	---	---------------	------------	--------------

	Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
--	--	--	---------------------

Принято считать, что E_n – индекс, предназначен для калибровочных лабораторий, однако он применяется при оценке результатов сличений испытательных лабораторий (включая микробиологические) и органов контроля, если известна неопределенность измерений.

Особенностью критерия, является то, что математически объединение расширенных неопределенностей не эквивалентно расчету объединенной расширенной неопределенности, за исключением случая, когда коэффициент охвата и число эффективных степеней свободы одинаковы.

Число эффективных степеней свободы фактически представляет собой «достоверность» или «неопределенность» самой неопределенности. Если абстрагироваться от этих понятий, которые рассчитываются при калибровке, то практически это означает, что этот критерий следует применять к результатам **полученных при выполнении сравнимого числа параллельных испытаний, а коэффициенты охвата должны быть одинаковы** для неопределенностей участников.

$$E_n = \frac{|X_{lab} - X_{ref}|}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}}, \text{ где}$$

X_{lab} - результат участвующей лаборатории;

X_{ref} - результат пилотной лаборатории;

U_{lab}^2 - расширенная неопределенность результата участника;

U_{ref}^2 - расширенная неопределенность результата пилотной лаборатории.

Если внутри лабораторная расширенная неопределенность результата испытаний не известна, в первом приближении, может быть использована приписанная расширенная неопределенность метода испытаний.

Абсолютную (относительную) погрешности (Δ , δ) с доверительной вероятностью 95 % (99 %) результата испытаний можно рассматривать как приписанную расширенную неопределенность.

Если результаты получены с помощью одного метода, выражение для критерия E_n примет вид:

$$E_n = \frac{|X_{lab} - X_{ref}|}{\sqrt{2\Delta^2}},$$

Δ – абсолютная погрешность результата при доверительной вероятности 95%.

Для поверяемых средств измерений вместо расширенной неопределенности результатов используют погрешность метода в соответствии с поверочной схемой для той ступени передачи единицы величины, которая идет ниже исходного эталона лаборатории.

В том случае если погрешность метода в поверочной схеме не указана то, она рассчитывается из указанных в поверочной схеме данных о соотношении погрешностей эталона и поверяемого средства измерения.

$$\Delta_{\text{ЭТ}}: \Delta_{\text{РСИ}} = 1:n$$

$$\Delta_{\text{метода}} = \Delta_{\text{РСИ}}/n$$

В том случае если это соотношение не указано принимается соотношение

$$\Delta_{\text{ЭТ}}: \Delta_{\text{РСИ}} = 1:3$$

$$\Delta_{\text{метода}} = \Delta_{\text{РСИ}}/3$$

Примечание: Для калибровочных лабораторий, следует учитывать возможную корреляцию результатов. Так если эталоны участвующей лаборатории прослеживаемы к эталонам пилотной лаборатории, знаменатель будет представлять собой разность квадратов неопределенностей участвующей и пилотной лабораторий:

Издание	2	Дата введения	01.01.2025	стр. 7 из 25
---------	---	---------------	------------	--------------

	Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
--	--	--	---------------------

$$E_n = \frac{|X_{lab} - X_{ref}|}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}}$$

Интерпретация:

$E_n \leq 1$ результаты удовлетворительны;

$E_n \geq 0,7$ результаты сомнительны;

$E_n > 1$ результаты неудовлетворительны.

Значения E_n «1,0» или «-1,0» могут указывать на необходимость анализа оценок неопределенности или на необходимость коррекции выполнения измерений;

Значения $-1,0 < E_n < 1,0$ следует рассматривать как признак успешной работы только в том случае, если неопределенности валидированы (доказаны).

5.5 ζ -индекс

Дзета-индекс (Zeta score)

Использование дзета-индексов позволяет осуществлять прямую оценку способности лаборатории обеспечить результаты, согласованные с приписанным значением в пределах их заявленной неопределенности.

Вместо расширенной неопределенности измерений в данном критерии используется **стандартные неопределенности**.

$$\zeta = \frac{|X_{lab} - X_{ref}|}{\sqrt{u_{lab}^2 + u_{ref}^2}}$$

u_{lab} - стандартная неопределенность результата участника;

u_{ref} - стандартная неопределенность результата пилотной лаборатории.

Хотя принципиальной разницы с критерием E_n нет, за счёт того, что в знаменателе объединяются стандартные неопределенности, критерий может быть использован для оценки результатов, **неопределенности которых имеют разное число степеней свободы**.

Интерпретация:

$\zeta < 2$ результаты удовлетворительны;

$2 < \zeta < 3$ результаты сомнительны;

$\zeta > 3$ результаты неудовлетворительны.

Значение ζ индекса выше 2 или ниже -2 может быть вызвано систематическим смещением метода или недооценкой неопределенности результатов измерений участником.

5.6 Критерий Фишера (F-test, F-критерий, ϕ^* -критерий)

Если отсутствует информация о достоверности самого значения, например, для сличений применяется рядовая проба/образец, а сертифицированный материал недоступен или отсутствует, то оценку результатов сличений можно провести с применением критерия Фишера (F-тест) сопоставляя только разброс результатов участвующих лабораторий, полученных в условиях повторяемости.

Критерий Фишера — статистический критерий для оценки значимости различия дисперсий двух случайных выборок.

Издание	2	Дата введения	01.01.2025	стр. 8 из 25
---------	---	---------------	------------	--------------

	Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
--	-------------------------------------	--	--------------

Тестовая статистика – эмпирическое значение критерия Фишера ($F_{\text{эмп}}$) представляет собой отношение квадратов стандартных отклонений 2-х или более участников по формуле:

$$F_{\text{эмп.}} = \frac{s_1^2}{s_2^2}$$

При этом $s_1 > s_2$

s_1^2 – квадрат стандартного отклонения (дисперсия) одного участника;

s_2^2 – квадрат стандартного отклонения (дисперсия) второго участника.

Для этого лаборатории участники должны выполнить несколько параллельных (повторных) определений для одной и той же пробы, но не менее 6.

Поскольку $S_1 \geq S_2$, F всегда должен быть больше или равен единице. Чем больше F , тем больше вероятность того, что, дисперсии (т.е. разброс) результатов отличаются. В то же время разброс результатов, полученных с помощью одного и того же метода в разных лабораториях должен быть сопоставим.

Значение полученное $F_{\text{эмп.}}$ сравнивается с критическим значением $F_{\text{крит.}}$

Если дисперсии результатов полученных в разных лабораториях сопоставимы между собой, то

$$F_{\text{эмп.}} < F_{\text{крит.}}$$

Критические значения ($F_{\text{крит.}}$) критерия Фишера табулированы для разного числа степеней свободы и уровня значимости.

Для сравнения результатов испытаний и контроля обычно принимается уровень значимости $\alpha = 0,05$ ($P=0,95$)

k_1 - число степеней свободы для большей дисперсии;

k_2 - число степеней свободы для меньшей дисперсии;

Число степеней свободы на 1 меньше числа выполненных параллельных/повторных измерений $k = n-1$.

Таблица значений F-критерия Фишера при уровне значимости $\alpha = 0,05$ ($P=95\%$)

$k_1 \backslash k_2$	1	2	3	4	5	6	8	12	24	∞
1	161,5	199,5	215,7	224,6	230,2	233,9	238,9	243,9	249,0	254,3
2	18,51	19,00	19,16	19,25	19,30	19,33	19,37	19,41	19,45	19,50
3	10,13	9,55	9,28	9,12	9,01	8,94	8,84	8,74	8,64	8,53
4	7,71	6,94	6,59	6,39	6,26	6,16	6,04	5,91	5,77	5,63
5	6,61	5,79	5,41	5,19	5,05	4,95	4,82	4,68	4,53	4,36
6	5,99	5,14	4,76	4,53	4,39	4,28	4,15	4,00	3,84	3,67
7	5,59	4,74	4,35	4,12	3,97	3,87	3,73	3,57	3,41	3,23
8	5,32	4,46	4,07	3,84	3,69	3,58	3,44	3,28	3,12	2,93
9	5,12	4,26	3,86	3,63	3,48	3,37	3,23	3,07	2,90	2,71
10	4,96	4,10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,07	2,91	2,74	2,54
11	4,84	3,98	3,59	3,36	3,20	3,09	2,95	2,79	2,61	2,40
12	4,75	3,88	3,49	3,26	3,11	3,00	2,85	2,69	2,50	2,30
24	4,26	3,40	3,01	2,78	2,62	2,51	2,36	2,18	1,98	1,73
1000	3,85	3,00	2,61	2,38	2,22	2,10	1,95	1,76	1,53	1,03
∞	3,84	2,99	2,60	2,37	2,21	2,09	1,94	1,75	1,52	1

	Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
--	-------------------------------------	--	--------------

Интерпретация: $F_{\text{эмперическое}} \leq F_{\text{критическое}}$ результаты удовлетворительны;

$F_{\text{эмперическое}} \geq F_{\text{критическое}}$ результаты неудовлетворительны;

ПРИМЕР:

Результаты 2-х участников имеют стандартное отклонение 0,89 и 0,91 ($n_1=n_2=6$).

$$F_{\text{эмп.}} = \frac{0,91^2}{0,89^2} = 1,05$$

Значение $F_{\text{крит.}}$ Определяются по таблице с ($k=6-1=5$ степенями свободы),

$F_{\text{крит.}} = 5,05$

$1,05 < 5,05$ – результаты сопоставимы.

Данный подход особенно применим для расчета результатов малых МЛС.

Также критерий Фишера может быть применен для переоценки границ контрольных карт Шухарта при получении большего количества данных для их оценки. В этом случае критическое значение критерия Фишера выбирается для разного числа степеней свободы, так как первоначально границы контрольных карт рассчитываются на основе 15-26 наблюдений, в то время как, в течении года может быть получено намного больше данных для оценки стандартного отклонения.

5.7 Показатели, применяемые в микробиологии

В микробиологии, для количественных методов применяется также понятие - **Выделенный процент** (recovery percentage): Доля предписанного значения целевого микроорганизма, выделенного в лаборатории-участнице. **Целевой микроорганизм** (target organism): Микроорганизм, который является основным анализом для образца, используемого в проверке квалификации.

Выделенный процент рассчитывают путем умножения на 100 количества выделенных колоний, образующих единицы (КОЕ- колониеобразующие единицы) на объем или массу. Выделенный процент рассчитывает провайдер проверки квалификации.

Примечание 1: Выделенный процент может быть значительно ниже 100%, если в образце для проверки квалификации присутствует конкурирующая флора и имитации целевого микроорганизма.

6. Анализ результатов участия в программах проверки квалификации

Кроме общих правил интерпретации результатов ПК и МЛС, приведённых выше, следует рассматривать следующие ситуации.

6.1 Совместное использование статистик функционирования и их интерпретация

ζ -индексы и En – индексы могут быть использованы провайдерами программ проверки квалификации с z-индексами как дополнительное средство для улучшения работы участников.

$z = \frac{X_{lab} - X_{ref}}{\sigma_{PT}}$	$\zeta = \frac{ X_{lab} - X_{ref} }{\sqrt{u_{lab}^2 + u_{ref}^2}}$	$En = \frac{ X_{lab} - X_{ref} }{\sqrt{U_{lab}^2 - U_{ref}^2}}$
$z < 2$	$\zeta > 3$	$En > 1$
Ситуация когда z-индекс в пределах нормы, а и ζ -индекс (En - индекс) находится за пределами критических значений показывает, что лаборатория хорошо выполняет метод, но занижает (недооценивает) свою неопределенность.		

Издание	2	Дата введения	01.01.2025	стр. 10 из 25
---------	---	---------------	------------	---------------

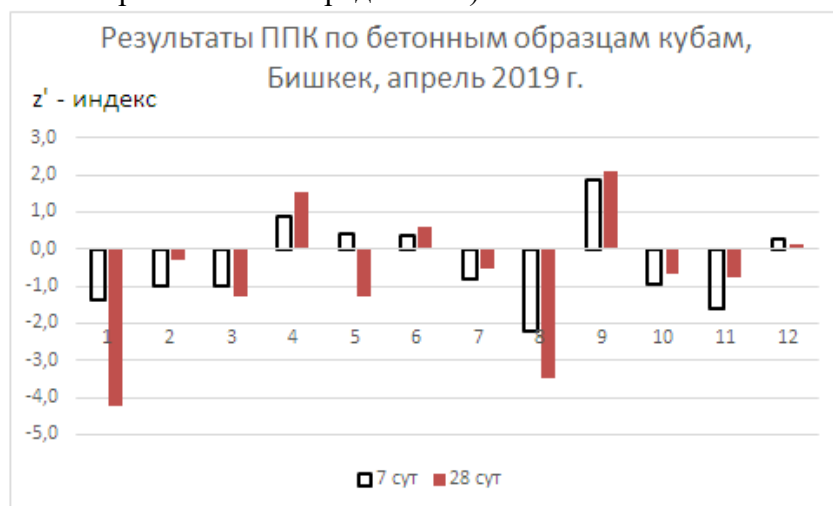
$z < 2$	$\zeta < 1$	$En << 1$
Ситуация когда z-индекс в пределах нормы, а и ζ -индекс (En - индекс) намного меньше 1, показывает, что лаборатория хорошо выполняет метод, но завышает свою неопределенность, т.е. лаборатория представила неопределенность больше чем есть на самом деле.		
$z > 3$	$\zeta > 3$	$En > 1$
Когда участник получает z-индекс и ζ – индекс (En - индекс) превышающие критическое значение, то результат участника находится далеко от приписанного значения, и требуется принятие корректирующих действий. Необходимо проанализировать методику исследований шаг за шагом и получить для нее оценку неопределенности. Оценка неопределенности позволит идентифицировать те шаги в процессе измерений, в которых появляется большая неопределенность , и участники могут увидеть, где необходимо затратить усилия, чтобы добиться улучшений.		
$z > 3$	$\zeta < 2$	$En < 1$
Если z-индекс превышает критическое, а ζ или En – индекс находятся пределах нормальных значений, то участник точно оценивает неопределенность своих результатов, но его результаты не соответствуют ожидаемому уровню работы для программы проверки квалификации. Такая ситуация может расцениваться неоднозначно: 1. Если используется тот же метод, что и другие участники, то возможно требуется дальнейший анализ и принятие корректирующих мер. 2. Если участник использует менее точный метод среди участников в основном применяющих более точные методы (например скрининговый метод, а другие участники применяют количественные методы), то никаких действий проводить не требуется и результаты признаются удовлетворительными.		

6.2 Интерпретация результатов для нескольких образцов

Обычно в пределах одного раунда программы проверки квалификации или в МЛС получают результаты для нескольких образцов или нескольких измеряемых величин.

При получении результатов участнику необходимо обратить внимание на значение индексов для одних и тех же показателей для разных образцов. Следует обращать внимание не только на значение индексов, но и на их значение на разных уровнях.

Ниже приведен простейший пример с двумя уровнями показателей (каждый результат получен на основании 3-х параллельных определений):



	Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
--	-------------------------------------	--	--------------

Код	Интерпретация
5	Результаты удовлетворительны. $z < 2$ для обоих уровней, значения результатов имеют разные отклонения от приписанного значения, что показывает отсутствие внутрилабораторной систематической погрешности.
2, 4, 11	Результаты удовлетворительны. $z < 2$ для обоих уровней, значения z -индекса хотя и одинаковы по знаку, но случайным образом отличаются между собой, что также показывает отсутствие систематической погрешности.
3, 6, 7, 10, 12	Результаты удовлетворительны. $z < 2$ для обоих уровней, значения z -индекса одинаковые по знаку и незначительно отличаются между собой, что показывает влияние одного фактора на результаты испытаний - наличие внутрилабораторной систематической погрешности. Сама погрешность является приемлемой, поэтому анализ причин – это субъективное решение лаборатории.
9	Результаты сомнительны. $z \geq 2$ для обоих уровней, значения z -индекса одинаковые по знаку и незначительно отличаются между собой, что показывает влияние одного фактора на результаты испытаний - наличие внутрилабораторной систематической погрешности. Лаборатории требуется предпринять действия по анализу причин таких результатов.
1, 8	Результаты неудовлетворительны. (1) $z \geq 3$ для одного из уровней, значения z -индекса значительно отличаются между собой, что не доказывает наличия систематической погрешности в результатах. (8) $z \geq 2$ для всех уровней и $z \geq 3$ для одного из уровней, значения z -индекса практически одинаковы по знаку и значению – причины влияния одного фактора на результаты испытаний. Лаборатории требуется предпринять действия по анализу причин и повторно участвовать в ПК чтобы доказать, что причины, оказавшие влияние на результат устранены.

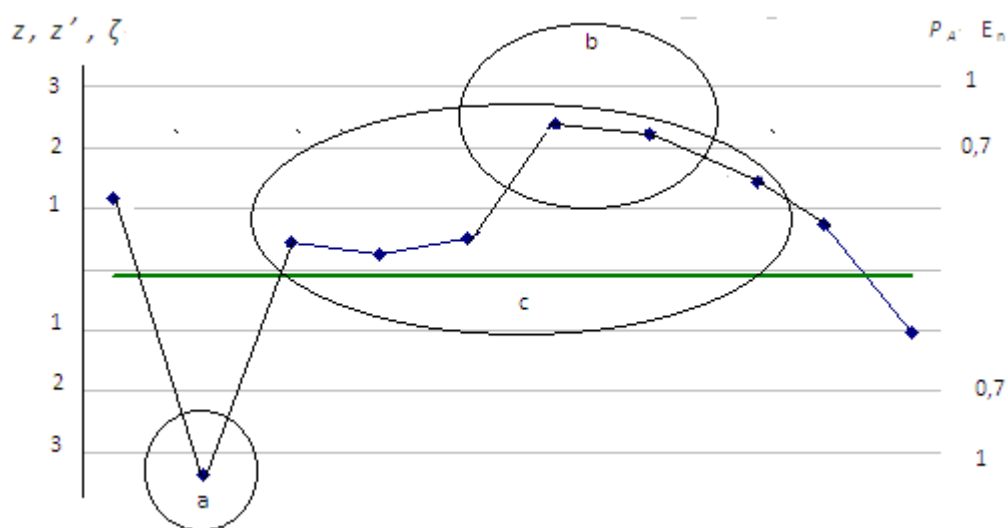
6.3 Мониторинг результатов во времени

Некоторые провайдеры предоставляют лабораториям информацию о результатах нескольких раундов. Но лаборатория может сама проводить мониторинг результатов участия в программах проверки квалификации. Самым простым методом для этого является контрольная карта Шухарта.

Для подготовки карты Шухарта стандартизованные индексы, наносят на карту в виде отдельных точек вместе с границами зон предупреждения и действия. Если в каждом раунде измеряют несколько характеристик, индексы для различных характеристик могут быть представлены на одном графике, но точки для различных характеристик должны быть нанесены разными маркёрами или разным цветом.

Границы предупреждения и действия для z -, z' -, ζ - индексов такие же как для обычных карт Шухарта - 2 и 3, для P_A - и E_n - индексов – граница предупреждения 0,7 (70%), а граница действия - 1 (100 %).

Издание	2	Дата введения	01.01.2025	стр. 12 из 25
---------	---	---------------	------------	---------------



Применяют следующие правила интерпретации такой контрольной карты:

- a) единственная точка выходит за пределы зоны сигнала к действиям ($\pm 3,0$ или $\pm 1,0$);
- b) две из трех последовательных точек лежат вне зоны сигнала предупреждения ($\pm 2,0$ или $\pm 0,7$);
- c) шесть последовательных результатов либо все положительны, либо все отрицательны.

Если контрольная карта Шухарта показывает, что наблюдаемая характеристика выходит за установленные границы, участник должен исследовать возможные причины этого явления.

6.4 Интерпретация МЛС с большим числом аналитов

Обычно в пределах одного раунда программы проверки квалификации получают результаты для нескольких образцов или нескольких измеряемых величин. В этом случае результаты для каждого образца проверки квалификации и каждой измеряемой величины необходимо интерпретировать отдельно. Усреднение или суммирование индексов **для нескольких измеряемых величин** и одних и тех же или разных образцов **может замаскировать смещение результатов** для измеряемой величины.

Такие комбинированные индексы функционирования могут быть полезны в случае использования **нескольких образцов и единственной измеряемой величины** для выявления **постоянного смещения** (см. случай (8) из раздела 6.2).

В схемах проверки квалификации, в которых использовано большое количество измеряемых величин для оценки качества работы, могут быть применены подсчет или соотношение количества сигналов к действиям и сигналов предупреждения.

Чтобы правильно интерпретировать даже неудовлетворительные результаты, требуется проанализировать какие методы использовали участники, отличаются ли результаты, полученные разными методами, сколько участников получило неудовлетворительные результаты. Например, если более 40 участников получили неудовлетворительные результаты, то были проблемы при транспортировке образца. Если часть участников использовала референтный метод, а в качестве приписанного значения использовались результаты всех участников, среднее значение тоже может быть значительно смещено. Иногда подобный анализ может привести к тому, что будет признана несостоятельной сама программа проверки квалификации.

	Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
--	-------------------------------------	--	--------------

7. Оценка результатов сличений качественных методов

Индекс правильности идентификации

Качественный метод - Метод испытаний, результатом которого является установление наличия или отсутствия аналита / свойства, обнаруживаемого прямо или косвенно в определенном количестве образца.

Различают следующие варианты:

- результаты получены по категориальной шкале ("номинальной шкале"), - характеристика свойства не имеет числового значения – например, тип вещества или организма.
- результаты испытаний представлены по бинарной шкале – обнаружено/ не обнаружено, положительный / отрицательный, реактивный / нереактивный и др.
- результаты представлены по порядковой шкале - эти результаты могут быть упорядочены, но для них арифметические соотношения неприменимы. Например, порядковая шкала может иметь значения "высокий", "средний", "низкий" или 1+, 2+, 3+, 1=плохо, 2=неудовлетворительно, 3=удовлетворительно, 4=хорошо, 5=очень хорошо.

Статистическая обработка, предназначенная для непрерывных значений величин, в которых получают количественные данные, не применима к качественным данным. Даже при определении результатов по порядковой шкале не имеет смысла применять средние и стандартные отклонения, **даже если результаты могут быть ранжированы.**

Референтное значение для качественных методов получают:

- на основе экспертной оценки пилотной лаборатории;
- использовании результатов количественного метода;
- использования стандартных образцов в качестве образцов для проверки квалификации;
- сведений о происхождении или подготовке образца(ов);
- на основе данных участников.

В общем случае результату участника приписывают индекс, в зависимости от степени его соответствия рефератному значению, так называемый **индекс правильности идентификации**. Такая система должна присваивать более низкие индексы более хорошей работе для согласования с другими типами индексов (z -, ζ , E_n – индексы). Хотя не все провайдеры следуют этому подходу, и индекс правильности идентификации может выражаться и в обратном порядке.

Пример 1

При оценке клинической патологии присваивается:

- оценка 0 - для абсолютно точной идентификации микробиологического вида,
- оценка 1 - для неверного результата с правильным лечением (например, при идентификации другого микробиологического вида с правильным и аналогичным лечением);
- оценка 3 - для неверной идентификации, приводящей к неправильному лечению пациента.

Пример 2

Для шкалы в которой возможны четыре ранжированных ответа:

- 1 - отсутствие реакции;
- 2 - умеренное покраснение;
- 3 - значительное раздражение или отек;

	Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
--	-------------------------------------	--	--------------

- 4 - тяжелая реакция, в том числе нагноение или кровотечение - соответствующему присваивают индекс 1, и индекс увеличивается на 1 для каждого следующего значения из возможных трех (так, ближайший результат к приписанному значению имеет индекс 1).

X _{ref}	X _{lab}	Оценка
3	3	1 (удов.)
	2; 4	2 (сомн.)
	1	3 (неудов.)

Пример 3

Для качественной шкалы из трех образцов (отр., 1+, 2++), закодированные образцы которой требуется правильно интерпретировать, возможны несколько комбинаций, при получении результатов:

Заданные значения				
Отр.	+	++		
Результаты			Индекс	Пояснение
Отр.	+	++	1 (удов.)	Все 3 результата подтверждены, «+» может подтверждаться в 50 % случаев
Отр.	Отр.	++		
Отр.	+	+	2 (сомн.)	Правильно подтверждены положительный и отрицательный результаты, но имеются проблемы с пределом обнаружения.
Отр.	Отр.	+		
+	+	++	3 (неуд.)	Не подтвержден отрицательный результат – признак перекрестного загрязнения
+	Отр.	++		
+	+	+		
+	Отр.	+		
+	++	++		
++	++	++		
Отр.	Отр.	Отр.	4 (неуд.)	Полностью неверная интерпретация – серьезные проблемы в управлении приёмом и регистрацией проб, хранении проб, методе испытаний и др.
Любые другие комбинации				

В шкалах, подобной последней, как правило, отрицательных контролей включают несколько, отрицательные и положительные образцы зашифровывают; участники получают результаты в параллелях. Такие шкалы используются в практике медицинских лабораторий в программах внешней оценки качества (ВОК).

8. Статистические основы интерпретации результатов

Распределение результатов участников можно представить в виде **гистограммы**. Гистограмма – это распределение измеренных участниками характеристик по частоте встречаемости результатов.

Большинство химических аналитов и различных свойств объектов, которые получают при испытаниях имеют нормальное распределение результатов, что хорошо видно на гистограмме на рисунке ниже.

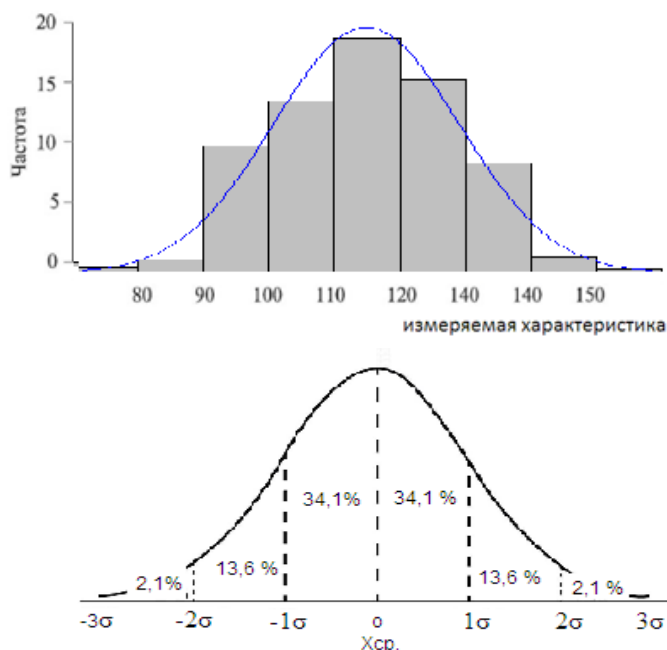


Рис.1 Гистограмма и кривая нормального распределения.

Для нормального распределения целевое значение является средним арифметическим значением $X_{ср.}$, а разброс результатов стандартным отклонением σ . Из сопоставления графиков выше видно, что порядка 70% результатов оказывается внутри отрезка, ограниченного ± 1 стандартным отклонением, по 14% результатов с каждой стороны от центра попадают в диапазон от 1 до 2 стандартных отклонений и всего 4 % всех результатов попадают в диапазон от 2 до 3 стандартных отклонений. Это распределение является основой интерпретации всех характеристик функционирования и контрольных карт Шухарта.

Но не все величины имеют нормальное распределение. Так содержание живых организмов в образцах в микробиологии подчиняется распределению Пуассона. Распределение Пуассона характеризует число независимых случайных событий (деление клеток) в единицу времени.

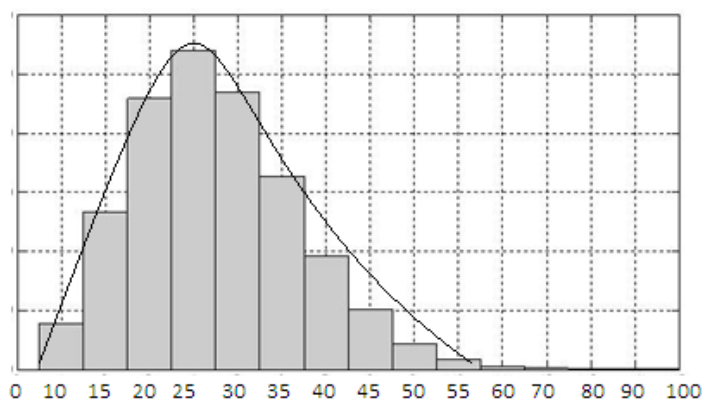


Рис.2 Гистограмма и кривая распределения Пуассона

На графике видно, что целевое значение распределения Пуассона уже нельзя описать с помощью среднего значения - среднее значение уже не будет соответствовать центру распределения результатов. В таких случаях для определения целевого значения пользуются другими статистическими характеристиками, которые не зависят от значения измеряемых показателей – модой или медианой, а разброс результатов величиной размаха (разность наибольшего и наименьшего значений) ряда полученных значений.

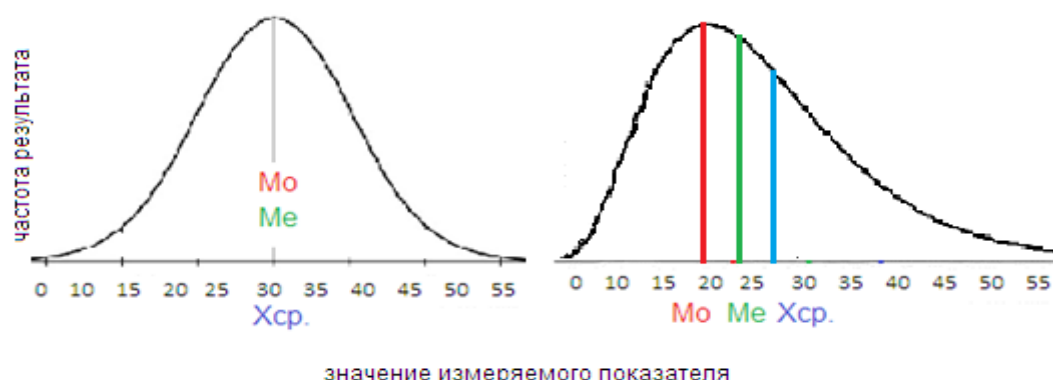


Рис. 3 Сравнение нормального распределения и распределения Пуассона.

Мода (Mo) – наиболее частое наблюдение в ряду результатов, т.е. значение, которое встречается чаще всех;

Медиана (Me) – результат, расположенный в середине ряда полученных результатов, ранжированных по возрастанию, т.е. медиана делит ряд полученных результатов на одинаковое количество результатов справа и слева от неё.

Для нормального распределения среднее арифметическое значение, совпадает с модой и медианой, поэтому для количественных методов эти характеристики применяются редко.

Если, интерпретируются качественные данные, то приписанное (целевое) значение также характеризуется модой и медианой. Мода – универсальная характеристика – она может быть применима для результатов, измеренных по интервальной (количественной), по категориальной или порядковой шкале. Для результатов, полученных по порядковой шкале в качестве приписанного значения также может быть использована медиана.

Иногда, результаты представляют в процетиях (перцентиях). Пояснение этих показателей представлено на рисунке ниже.

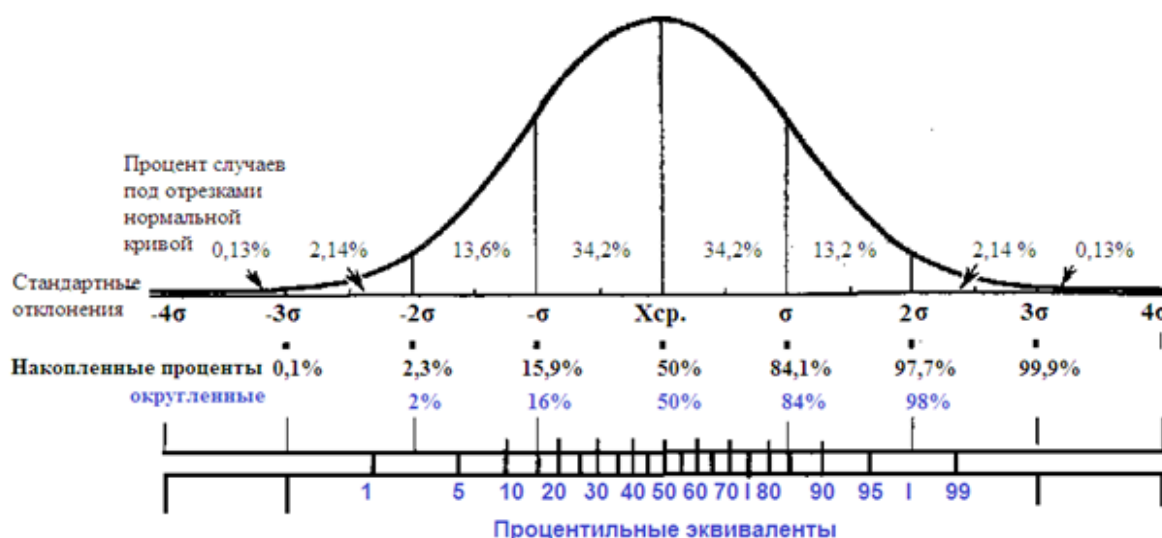


Рис. 4 Стандартные отклонения (z-индексы) и их процентильные эквиваленты

В случае представления результатов в процетиях, их интерпретируют следующим образом:

- Результаты от C10 до C 90 - приемлемый диапазон;
- Результаты в диапазонах от C 5 до C10 или от C90 до C95 - сомнительные;
- Результаты ниже C5 или выше C95 – неприемлемые.

	Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
--	-------------------------------------	--	--------------

В микробиологии часто прибегают к нормализации данных, подчиняющихся распределению Пуассона. Данные преобразуют в значения логарифмов по основанию 10 ($\log_{10}$), чтобы получить кривую нормального распределения.

РАЗДЕЛ II Организация межлабораторных сличений заинтересованными лабораториями

9. Организация МЛС

9.1 Для организации сличений заинтересованные стороны должны:

- определить определяемые показатели;
- диапазон измерений (для количественных методов и методов калибровки);
- метод или методы, которые могут быть использованы;
- выбрать объект сличений (см. параграф 9. Выбор объекта сличений);
- определить, какая лаборатория будет выполнять функции пилотной лаборатории;
- определить, кто приобретает или предоставляет объект сличений, (и другие финансовые вопросы если это необходимо);
- определить способ транспортировки (доставки) объекта сличений;
- условия проведения испытаний;
- сроки проведения испытаний;
- определить форму представления результатов (что сообщается: указывается ли погрешность (неопределённость) и условия окружающей среды, выдаётся протокол по форме методики испытаний, или полностью оформленный отчёт о результатах);
- определить очередность проведения сличений, если в сличениях принимает участие более двух лабораторий.
- и любая другая существенная информация.

9.2 Рекомендуются задокументировать всю перечисленную информация в Программе сличений (техническом протоколе или как бы он ни назывался). Программу сличений готовит лаборатория-пилот и согласовывает её с заинтересованными сторонами.

10. Выбор объекта сличений

Несмотря на то что, при МЛС не может быть гарантирована стабильность и однородность объекта сличений, требуется принять меры чтобы свести к минимуму влияние этих факторов, в противном случае усилия и средства, затраченные на сличения не окупятся. Например, после успешных МЛС могут быть получены неудовлетворительные результаты участия в ПК.

Особое внимание следует уделять выбору объекта в случае его неоднородности (например: пищевые продукты, сухие вещества и их смеси, ткани, шифер и др. биологические объекты, горюче-смазочные материалы и многое другое.)

Способами, снижения влияния неоднородности объекта сличений могут быть.

- Применение в качестве объекта сличений сертифицированного стандартного образца CRM, или контрольной пробы, применяемой пилотной лабораторией в качестве образца для внутреннего контроля качества, или объекта программы проверки квалификации, если срок годности, условия хранения и количество это позволяют.
- Контроль или испытания одного и того же объекта. В сличениях при калибровке всегда используется один объект сличений, который передаётся от лаборатории к лаборатории.

Издание	2	Дата введения	01.01.2025	стр. 18 из 25
---------	---	---------------	------------	---------------

	Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
--	--	--	---------------------

Такой же способ может применяться для определения, например, насыпной плотности, гранулометрического состава, лещадности и дробленых зерен строительных объектов.

- Одновременное испытание или контроль. Например, если объект калибровки стационарный (испытательная машина), то требуется приезд участников сличений со своими динамометрами к одному объекту сличений. Такой же подход может быть применен при организации одновременного отбора образцов бетонной смеси, воздуха, воды и других материалов.

- Могут быть использованы разделенные пробы для выполнения детального сравнения двух участников или в том случае, когда проверка квалификации невозможна и требуется внешняя верификация метода. В этом случае получают пробы нескольких материалов, представляющих широкую амплитуду исследуемых свойств. Каждую пробу разбивают на две части, и каждая лаборатория выполняет несколько повторных и параллельных испытаний. **Такой способ может быть применен в целях валидации и верификации методов испытаний, если будут рассчитаны также показатели повторяемости и воспроизводимости на разных уровнях свойств.**

Эти же способы снижают влияние нестабильности объекта сличений. Еще одним способом снижения влияния нестабильности является проведение анализа в одно и то же время. То есть участникам требуется договориться в какой день после доставки объекта сличений, каждый в своей лаборатории откроет пробу и проведет испытания.

Особенностью сличений при калибровке, является то, что как правило, вклад неопределенности объекта сличений, описывающий несовершенство калибруемого средства измерений, входит в заявляемую наименьшую расширенную неопределенность, которая декларируется в области аккредитации лаборатории (см. КЦА ПЛ 5). Поэтому в качестве объекта сличений следует выбирать средство измерения с наивысшей из возможной точности, которое способна откалибровать лаборатория участник. Предпочтительно, чтобы неопределенность пилотной лаборатории была меньше, чем неопределенность лаборатории участника.

В случае калибровки невозможно гарантировать, что средство измерений не поменяет свои характеристики в процессе транспортировки или измерений участником. Поэтому, средство измерений должно быть откалибровано пилотной лабораторией как минимум дважды – перед отправкой участнику и после получения от участника или цепочки участников. И результаты калибровки до и после калибровки участником должны быть сопоставлены, чтобы обеспечить доказательство того, что характеристики объекта сличений действительно не изменились и результаты сличений относятся к измерительным возможностям участников.

В случае качественных или полуколичественных методов, например в микробиологии, для одного сравнения требуется подготовить несколько объектов (не менее 2-х) с разными качественными характеристиками исследуемого свойства, чтобы обеспечить объективность. Например:

- отрицательный (проверка на наличие ложных положительных результатов за счет, например, перекрестного заражения);

- низкий уровень, означающий, что образцы заражены на пределе обнаружения или немного выше этого предела для используемого метода, в идеале такой уровень должен быть уровнем, на котором 50 % образцов показали бы положительный результат заражения; и 50 % отрицательный);

- высокий уровень - этот уровень приблизительно в 10 раз выше низкого уровня.

Издание	2	Дата введения	01.01.2025	стр. 19 из 25
---------	---	---------------	------------	---------------

	Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
--	--	--	---------------------

Или 1 положительный и 2 отрицательных, 2 положительных и 1 отрицательный, в зависимости от рисков, связанных с методом испытаний.

Для количественных методов (методов подсчета) микроорганизмов целевая концентрация в объекте сличений должна соответствовать концентрациям, выявляемым повседневно. Однако не следует применять образцы, концентрация микроорганизмов в которых так низка, что при использовании рутинных разведений ожидаемое среднее количество организмов в образце будет меньше 10 колоний на чашку.

Желательно, чтобы микроорганизмы, используемые в целях сравнений, прослеживались до соответствующего фонда культур или до достоверных данных, имеющихся у пилотной лаборатории.

Безусловно, реальные объекты сличений, работа с которыми включает стадии работы по подготовке и обработке проб (например, биологического материала) являются наиболее предпочтительными, но для некоторых методов могут использоваться так называемые **виртуальные объекты** - например, фото **микроскопических препаратов**. В этом случае, оценивается правильность сделанных заключений или результатов подсчета исследуемых объектов на основании распознавания их морфологических особенностей.

11.Проведение МЛС

11.1 После того, как все организационные вопросы решены, объект сличений выбран, и при необходимости исследован (испытан, откалиброван), пилотная лаборатория передаёт объект сличений участнику.

11.2 В установленные сроки пилотная лаборатория и участник, каждый на своей территории, с применением своего собственного оборудования, проводят испытания.

В случае межлабораторных сравнений методов калибровки или некоторых видов контроля, испытания не могут быть выполнены одновременно. Поэтому после проведения испытаний пилотной лабораторией, объект в установленные сроки направляется участнику сличений и т.д. согласно схеме сличений.

В некоторых случаях, характер метода испытаний не позволяет проводить испытания последовательно - в этом случае требуется приезд участников к месту проведения сличений (например, сличения по калибровке весов, испытания лифтов, измерения характеристик электромагнитного поля, параметров микроклимата и др.).

11.3 Результаты испытаний в установленной форме, в заранее обговоренные сроки передаются пилотной лаборатории.

11.4 Пилотная лаборатория оценивает результаты сличений и оформляет отчёт о сличениях (обычно в двух экземплярах), один экземпляр передаётся участнику.

Для оценки результатов сличений пилотная лаборатория может применять характеристики функционирования, приведённые в первом разделе настоящего руководства.

12 Отчёт о межлабораторных сличениях

12.1 Если лаборатории договорились не оформлять программу сличений (что возможно), то Отчёт о результатах сличений должен быть оформлен обязательно.

12.2 Отчёт должен содержать следующую информацию:

- название и адрес пилотной лаборатории;
- элементы уникальной идентификации (дату оформления, нумерацию страниц и др.);
- определяемые показатели;

Издание	2	Дата введения	01.01.2025	стр. 20 из 25
---------	---	---------------	------------	---------------

	Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
--	-------------------------------------	--	--------------

- описание используемых объектов сличений. Требуется обосновать выбор объекта сличений с учётом снижения влияния или учёта неоднородности и нестабильности объекта сличений на результаты участников (см. параграф 9).

- используемый метод/ы испытаний;
- способ транспортировки (доставки) объекта сличений;
- условия проведения испытаний;
- сроки проведения испытаний;
- форма представления результатов испытаний;
- применяемая характеристика функционирования;
- сводная таблица результатов испытаний пилотной и участвующей лаборатории(ий) с результатами оценки характеристики функционирования;
- и любая другая существенная информация.

Для калибровочных и поверочных лабораторий также:

- диапазон измерений;
- подробное описание прослеживаемости и неопределённости (доверительной погрешности в соответствии с поверочной схемой и применяемыми эталонами) конкретного приписанного значения;

13. Конфиденциальность

Если в МЛС принимают участие **более двух участников**, то требуется обратить внимание на конфиденциальность результатов одного участника по сравнению с **другим**. В этом случае участникам присваивают коды. Конфиденциальность не может распространяться на пилотную лабораторию, так как от лица пилотной лаборатории оформляется отчёт о сличениях.

При участии в сличениях достаточно большого числа лабораторий результаты рекомендуется представлять также в обобщённой (графической) форме.

Приложение А

Пример отчета о результатах МЛС.

Отчет по сличениям содержания ионов в водной вытяжке грунта

Пилотная лаборатория: ОсОО «XXXX», адрес;

Участвующая лаборатория (/Участники): организация YYYYY

Методы испытаний:

Показатели		Лаборатория-пилот		Лаборатория участник	
Ca ²⁺ , Mg ²⁺		ГОСТ 26428-85 Почвы. Методы определения кальция и магния в водной вытяжке. Комплексонометрия.		ГОСТ 9.015-74 Единая система защиты от коррозии и старения (ЕСЗКС). Подземные сооружения. Общие технические требования	
				Е. В. Аринушкина Руководство по химическому анализу почв. Стр 228-230. Комплексонометрический метод.	
Na ⁺ , K ⁺ .		ГОСТ 26427-85 Почвы.		Р Д Методические указания.	
Издание	2	Дата введения	01.01.2025		стр. 21 из 25

 Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
--	--	--------------

	Метод определения натрия и калия в водной вытяжке. Пламенно-фотометрический метод.	Расчет общего содержания натрия и калия и общего содержания ионов в поверхностных водах суши. (По разности).
Cl ⁻	ГОСТ 26425-85 Почвы. Методы определения иона хлорида в водной вытяжке. Аргентометрия.	
HCO ₃ ⁻	ГОСТ 26424-85 Почвы. Метод определения ионов карбоната и бикарбоната в водной вытяжке. Титриметрия.	
SO ₄ ²⁻	ГОСТ 26486-85 Почвы. Методы определения иона сульфата в водной вытяжке. Весовой метод.	

Объект сличений: Грунт, предоставленный участником.

Меры обеспечения однородности: Грунт массой 200 г был измельчен, путем квартования были отобраны 2 лабораторные пробы массой 30 г.

Транспортировка: нарочным.

Условия проведения испытаний: температура 20 ± 5⁰C

Сроки проведения испытаний: в течении недели со дня получения пробы грунта.

Форма представления результатов испытаний: Протоколы испытаний.

Применяемая характеристика функционирования:

Для оценки результатов сличений: использован ζ - индекс

$$\zeta = \frac{|X_{lab} - X_{ref}|}{\sqrt{u_{lab}^2 + u_{ref}^2}}$$

u_{lab} - стандартная неопределённость результата участника;

u_{ref} - стандартная неопределённость результата пилотной лаборатории.

Интерпретация:

ζ < 2 результаты удовлетворительны;

2 < ζ < 3 результаты сомнительны;

ζ > 3 результаты неудовлетворительны.

Сводная таблица результатов пилотной и участвующей лаборатории

Определяемый показатель	Xref,	Суммарная относительная погрешность (расширенная неопределенность), P=95%	Стандартная неопределенность, ммоль/л	Xlab,	Суммарная относительная погрешность (расширенная неопределенность), P=95%	Стандартная неопределенность, ммоль/л	ζ -индекс
	ммоль/л			ммоль/л			
Кальций	1,43	12,5%	0,09	1,38	12,5%	0,09	0,40
Магний	1,09	12,5%	0,07	1,1	12,5%	0,07	0,10
Натрий, калий	0,63	10%	0,03	0,68	21%	0,07	0,64
Хлориды	0,24	15%	0,02	0,3	15%	0,02	2,08
Гидрокарбонаты	0,55	-	0,07	0,6	-	0,07	0,51
Сульфаты	1,08	10%	0,05	1,17	10%	0,06	1,13

Значение ζ индекса выше 2 может быть вызвана систематическим смещением метода или недооценкой неопределенности результатов измерений участником.

	Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
--	--	--	---------------------

Лист информации о внесенных изменениях в редакции № 2

№ п.п., прилож.	Предыдущая редакция	№ п.п., прилож.	Новая редакция
Раздел 3	3. Нормативные ссылки ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015) Статистические методы. Применение при проверке квалификации посредством межлабораторных испытаний КЦА-ПЛ 5 Политика КЦА Неопределенность измерений Стратегия перехода от поверки средств измерений, используемых в области оценки соответствия к калибровке. Одобрено на заседаниях: подкомитета «Метрология» ТК ЛАБ от 19.04.11г. и ТК ЛАБ от 19.12.11г. ГОСТ ISO/TS 22117 – 2013 Микробиология пищевых продуктов и кормов для животных. Специальные требования и руководство по проверке квалификации лабораторий с помощью межлабораторных сравнительных испытаний.	Раздел 3	3. Нормативные ссылки КМС ISO/IEC 17043-2023 Оценка соответствия. Общие требования к компетентности провайдеров проверки квалификации. ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015) Статистические методы. Применение при проверке квалификации посредством межлабораторных испытаний КЦА-ПЛ 2 Политика КЦА для проверки квалификации и/или межлабораторные сличения, кроме проверки квалификации. КЦА-ПЛ 5 Политика КЦА Неопределенность измерений Стратегия перехода от поверки средств измерений, используемых в области оценки соответствия к калибровке. Одобрено на заседаниях: подкомитета «Метрология» ТК ЛАБ от 19.04.11г. и ТК ЛАБ от 19.12.11г. ГОСТ ISO/TS 22117 – 2013 Микробиология пищевых продуктов и кормов для животных. Специальные требования и руководство по проверке квалификации лабораторий с помощью межлабораторных сравнительных испытаний.
Раздел 4	4. Термины и определения Межлабораторное сличение (МЛС) - организация, выполнение и оценивание измерений или испытаний одного и того же или нескольких подобных образцов двумя или более лабораториями в соответствии с заранее установленными условиями.	Раздел 4	4. Термины и определения Межлабораторное сличение (МЛС) - организация, выполнение и оценивание измерений или испытаний одного и того же или нескольких подобных образцов двумя или более лабораториями в соответствии с заранее установленными условиями. Малые межлабораторные сличения (малые МЛС) - Межлабораторные сличения, организуемые семью или менее лабораториями (EA-4/21 INF:2018).
Раздел 5	-	Раздел 5	5.8 Критерий Фишера (F-test, F-критерий, ф*-критерий) Если отсутствует информация о достоверности самого значения, например, для сличений применяется рядовая проба/образец, а сертифицированный материал недоступен или отсутствует, то оценку результатов сличений можно провести с применением критерия Фишера (F-тест) сопоставляя только разброс результатов участвующих лабораторий, полученных в условиях повторяемости. Критерий Фишера — статистический критерий для оценки значимости различия дисперсий двух случайных выборок. Тестовая статистика – эмпирическое значение критерия Фишера ($F_{эмп}$) представляет собой отношение квадратов стандартных отклонений 2-х или более участников по формуле: $F_{эмп} = \frac{s_1^2}{s_2^2}$ При этом $s_1 > s_2$ s_1^2 квадрат стандартного отклонения (дисперсия) одного участника; s_2^2 квадрат стандартного отклонения (дисперсия) второго участника. Для этого лаборатории участники должны выполнить несколько параллельных (повторных) определений для одной и той же пробы, но не менее 6. Поскольку $S_1 \geq S_2$, F всегда должен быть больше

Издание	2	Дата введения	01.01.2025	стр. 23 из 25
---------	---	---------------	------------	---------------

	Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
--	--	--	---------------------

		или равен единице. Чем больше F, тем больше вероятность того, что, дисперсии (т.е. разброс) результатов отличаются. В то же время разброс результатов, полученных с помощью одного и того же метода в разных лабораториях должен быть сопоставим. Значение полученное $F_{эмп.}$ сравнивается с критическим значением $F_{крит.}$ Если дисперсии результатов полученных в разных лабораториях сопоставимы между собой, то $F_{эмп.} < F_{крит.}$ Критические значения ($F_{крит.}$) критерия Фишера табулированы для разного числа степеней свободы и уровня значимости. Для сравнения результатов испытаний и контроля обычно принимается уровень значимости $\alpha = 0,05$ ($P=0,95$) k_1 - число степеней свободы для большей дисперсии; k_2 - число степеней свободы для меньшей дисперсии; Число степеней свободы на 1 меньше числа выполненных параллельных/повторных измерений $k = n - 1$. Таблица значений F-критерия Фишера при уровне значимости $\alpha = 0,05$ ($P=95\%$) Интерпретация: $F_{эмперическое} \leq F_{критическое}$ результаты удовлетворительны; $F_{эмперическое} \geq F_{критическое}$ результаты неудовлетворительны; ПРИМЕР: Результаты 2-х участников имеют стандартное отклонение 0,89 и 0,91 ($n_1=n_2=6$). $F_{эмп.} = \frac{0,91^2}{0,89^2} = 1,05$ Значение $F_{крит.}$ Определяются по таблице с ($k=6-1=5$ степенями свободы), $F_{крит.} = 5,05$ $1,05 < 5,05$ – результаты сопоставимы. Данный подход особенно применим для расчета результатов малых МЛС. Также критерий Фишера может быть применен для переоценки границ контрольных карт Шухарта при получении большего количества данных для их оценки. В этом случае критическое значение критерия Фишера выбирается для разного числа степеней свободы, так как первоначально границы контрольных карт рассчитываются на основе 15-26 наблюдений, в то время как, в течении года может быть получено намного больше данных для оценки стандартного отклонения.
--	--	--

	Кыргызский центр аккредитации	Руководство по интерпретации результатов ПК и МЛС	КЦА-ПА14 ООС
--	--	--	---------------------

Лист ознакомления с изданием №2

Ф.И.О	Дата	Подпись
Бегалиева Г.		
Дайырбек к П.		
Элдосова М.		
Майлыкова Э.		
Асанкулова Н.		
Колбаев А.		
Дюшеналиева Ч.		
Мусаев С.		