

УДК 620.11:543.08

М. Н. Хайруллаев,
Н. Т. Бойматов,
О. Ш. Хакимов,
Б. Э. Шарипов,
Ж. С. Носиров

РОЛЬ СЕРТИФИЦИРОВАННЫХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ В ПРОВЕРКЕ КВАЛИФИКАЦИИ И В ОБЕСПЕЧЕНИИ ДОСТОВЕРНОСТИ АНАЛИТИЧЕСКИХ МЕТОДОВ

Обеспечение достоверности аналитических измерений и безопасности пищевых продуктов требует применения надежных процедур оценки соответствия и валидации методов испытаний. В работе проведено межлабораторное сличение с использованием сертифицированного стандартного образца, подготовленного аккредитованным производителем по международному стандарту ISO 17034 и потребительских образцов воды. Результаты сличения показали, что неоднородность и нестабильность потребительских образцов приводят к повышенной неопределенности и искажению результатов. Применение сертифицированных стандартных образцов обеспечивает метрологическую прослеживаемость, снижает неопределенность и повышает достоверность испытаний. Анализ 41 испытательной лаборатории Узбекистана подтвердил эффективность регулярного участия в проверке квалификации для повышения стабильности и сопоставимости данных. Разработаны алгоритмы по гармонизации национальных процедур проверки квалификации с международными стандартами ISO 17034, ISO/IEC 17025, ISO/IEC 17043 и политикой ILAC.

Ensuring the reliability of analytical measurements and food safety requires the application of robust conformity assessment procedures and validation of testing methods. This study presents an interlaboratory comparison (proficiency testing program) based on the use of a certified reference material (CRM) prepared by an ISO 17034-accredited producer and consumer water samples. The results showed that the heterogeneity and instability of consumer samples lead to increased uncertainty and biased results, regardless of laboratory competence. The use of CRMs with confirmed metrological traceability reduces measurement uncertainty and enhances the reliability of test results. An analysis of 41 testing laboratories in Uzbekistan demonstrated the effectiveness of regular participation in proficiency testing for improving data stability and comparability. Algorithms have been developed to harmonize national proficiency testing procedures with international standards ISO/IEC 17025, ISO/IEC 17043, and ILAC policy requirements.

Сегодня развитие промышленности неразрывно связано с качеством и конкурентоспособностью продукции, которые, в свою очередь, напрямую зависят от достоверности испытаний и эффективности системы контроля качества. Проведение испытаний и обеспечение достоверности их результатов возложено на испытательные лаборатории, деятельность которых должна соответствовать международным требованиям.

Для этой цели применяется международный стандарт [1], который устанавливает обязательность участия лабораторий в межлабораторных сличениях и схемах проверки квалификации (далее – ПК) как одного из ключевых условий обеспечения достоверности результатов.

Для выполнения данного требования необходимы провайдеры ПК, аккредитованные в соответствии с международными критериями, в частности, согласно стандарту [2]. В мировой практике признано, что наиболее эффективным механизмом подтверждения соответствия установленным требованиям является аккредитация, а многостороннее Соглашение о взаимном при-



Рис. 1. Комбинированный знак ILAC MRA, имеющий международное признание

знании (англ. Mutual Recognition Arrangement, MRA), подписанное членами Международной организации по аккредитации лабораторий (англ. International Laboratory Accreditation Cooperation, ILAC), обеспечивает международное признание результатов испытаний и калибровок, полученных

в аккредитованных лабораториях, имеющих право использовать комбинированный знак ILAC MRA (рисунок 1).

Аккредитационные органы, включая ГУ «Узбекский центр аккредитации» (г. Ташкент), в целях поддержания статуса участника международного соглашения ILAC MRA обеспечивают практическую реализацию положений политики [3] и внутреннего документа [4].

При организации ПК критически важно использовать образцы, отвечающие требованиям однородности и стабильности. Однако на практике, особенно у вновь созданных провайдеров ПК, нередко используется потребительская продукция (например, питьевая вода или пищевые продукты), что может приводить к неоднородности образцов и, как следствие, к неудовлетворительным результатам независимо от компетентности участвующих лабораторий.

В этой связи возникают вопросы: насколько оправдано применение потребительских образцов, в каких случаях это допустимо и насколько необходимо производство специальных образцов в контролируемых условиях? Проведенный сравнительный анализ практики испытательных лабораторий Узбекистана 41 показал, что лаборатории, использующие сертифицированные стандартные образцы, подготовленные аккредитованными производителями в соответствии с международным стандартом [5], достигают более высокого уровня метрологической прослеживаемости и достоверности результатов.

Результаты исследований по данной тематике, опубликованные в статье [6], носят преимущественно обзорный и описательный характер и не содержат экспериментальных данных. В настоящей работе результаты, полученные экспериментальным путем в соответствии с требованиями международных стандартов [2] и [7], были переработаны и сопоставлены, что позволило выявить преимущества применения сертифицированных стандартных образцов при проведении ПК.

Система организации проверок квалификации в Республике Узбекистан находится в стадии активного совершенствования. Расширяется сеть аккредитованных провайдеров, повышается доступность сертифицированных стандартных образцов (далее – ССО), а также стимулируется участие испытательных лабораторий в национальных и международных раундах ПК.

Для дальнейшего развития системы ПК и повышения достоверности результатов измерений целесообразно:

- обеспечить развитие национальных провайдеров ПК с аккредитацией в соответствии с требованиями [2];

- стимулировать производство ССО, имеющих необходимые однородность и стабильность в соответствии с [5];

- обеспечить применение положений документа [4] при аккредитации и периодической оценке испытательных лабораторий;

- усилить участие регулирующих органов в установлении требований об обязательном участии лабораторий в соответствующих схемах ПК, а также в разработке и внедрении критериев оценки их результатов.

При этом следует учитывать специфику методов испытаний, характеристики объектов и связанные с ними риски в конкретных отраслях, что соответствует принципам применимости и целесообразности схем ПК, закрепленным в [2].

Таким образом, системный подход, основанный на требованиях международных стандартов [1, 2, 5] и на политике [3], является ключевым фактором обеспечения достоверности и международного признания результатов испытаний и измерений в Республике Узбекистан.

Целью настоящей работы является определение пригодности потребительских товаров для применения в схемах ПК, а также обоснование преимуществ использования ССО, подготовленных аккредитованными производителями в соответствии с международным стандартом [5].

В рамках исследования поставлены следующие задачи:

- оценить влияние однородности и стабильности образцов на достоверность результатов ПК;

- выявить ограничения использования потребительских товаров в качестве образцов ПК;

- подтвердить корректность методических подходов, применяемых при проведении ПК;

- построить карту результатов для иллюстрации выявленных различий;

- разработать рекомендации для регулирующих органов по установлению требований участия лабораторий в ПК и уточнению роли аккредитации в обеспечении достоверности результатов.

На основе полученных данных запланирована выработка предложений по гармонизации национальной практики с международными требованиями [2] и политикой [3].

В задачи исследования входили:

- выявление рисков, связанных с неоднородностью и нестабильностью потребительских товаров, применяемых в качестве образцов при ПК;

- расчет разброса и показателей неопределенности по результатам, полученным 41 лабораторией;

- установление критериев оценки результатов при использовании различных типов образцов;

- обоснование преимуществ применения ССО с минимальной неопределенностью;
- проверка влияния вида образца на уровень метрологической прослеживаемости и достоверности результатов;
- определение роли аккредитационных требований при обеспечении международного признания компетентности лабораторий;
- проведение сравнительного анализа степени выполнения задач регулирующих органов при ПК, проводимых с использованием ССО и образцов, получаемых из потребительских товаров.

Для изучения поставленной проблемы в качестве объекта испытаний была выбрана питьевая вода, поскольку показатель водородного числа (рН) является одним из ключевых параметров, имеющих важное значение во всех областях. В исследовании в качестве образцов ПК использовались два типа объектов: ССО, подготовленные в соответствии с международными требованиями [5], и питьевая вода из потребительского ассортимента, представленная в свободной продаже.

В ходе исследования мероприятия проводились в последовательности, указанной ниже.

1. В соответствии с требованиями [5] были приобретены ССО показателя водородного числа (рН), подготовленные аккредитованным производителем стандартных образцов. При этом к каждому ССО прилагался сертификат, содержащий сведения о сертифицированном значении, его неопределенности и подтверждении метрологической прослеживаемости.

2. Параллельно с первым этапом было закуплено необходимое количество питьевой воды, представленной в свободной продаже.

3. Среди аккредитованных испытательных лабораторий, а также лабораторий, компетентность которых подтверждена иными процедурами, была объявлена схема (программа) ПК.

4. Учитывая важность обеспечения однородности, стабильности, наличия установленных значений и критериев оценки при проведении ПК, были подтверждены следующие условия организации раунда:

а) для ССО – данные об однородности, стабильности, а также о сертифицированном значении и его неопределенности принимались в соответ-



Рис. 2. Сертифицированные стандартные образцы, использованные при проверке квалификации

ствии с информацией, предоставленной производителем;

б) для питьевой воды требовалась испытательная лаборатория, обладающая достаточной компетентностью для проверки однородности и стабильности, а также использующая метод с низким показателем повторяемости; назначенное значение и его неопределенность определялись как согласованное значение, полученное на основе результатов всех участвующих лабораторий;

в) в обоих случаях критерии оценки ПК, включая стандартное отклонение для оценки квалификации, устанавливались на основе показателей воспроизводимости и повторяемости, характерных для используемого метода испытаний.

5. Были выполнены все организационные мероприятия по проведению ПК, распределены образцы, собраны и обработаны результаты. На основании сравнительного анализа полученных данных были сформулированы соответствующие выводы.

В схеме ПК по измерению рН целесообразным признано использование z -критерия в качестве показателя оценки квалификации участников. Это объясняется тем, что критерии, основанные на неопределенности измерений (например, E_n или ζ), требуют корректного и сопоставимого представления данных о неопределенности. Для неаккредитованных лабораторий существует риск несопоставимости (неэквивалентности) заявленных неопределенностей по сравнению с аккредитованными лабораториями.

Таким образом, для обеспечения объективности оценки выбран z -критерий, который рассчитывается по следующей формуле:

$$z_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sigma_{pt}}, \quad (1)$$

где i – идентификационный номер участника;

z_i – значение z -критерия для i -го участника;

x_i – результат i -го участника;

x_{pt} – приписанное значение образца для ПК;

σ_{pi} – стандартное отклонение для ПК.

Как указано в стандарте [7], z-критерий применяется при условии, что показатели однородности 3-х основных проб (s_i), стабильности ($|\bar{y}_1 - \bar{y}_2|$), а также объединенная неопределенность приписанного значения $u(x_{pi})$, включающая оба этих показателя и другие составляющие, выходят за установленные пределы (согласно [7], первоначальный предел составляет $0,3\sigma_{pi}$). В этом случае используется модифицированный критерий z' , и формула (1) принимает следующий вид:

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

В целом можно сказать, что переход от критерия z к z' приводит к снижению качества результатов ПК, т.к. в этом случае возрастает риск фиксации удовлетворительных результатов не вследствие точности участника, а из-за влияния

дополнительных факторов, связанных с неоднородностью, нестабильностью образцов или повышенной неопределенностью ПК.

Схемы ПК по анализу воды целесообразно разрабатывать с учетом требований регулирующих органов различных отраслей. К таким органам относятся организации водоснабжения, органы по охране окружающей среды, аграрные структуры, учреждения пищевой промышленности, здравоохранения, фармацевтики и биологической безопасности. Этим ведомствам следует устанавливать критерии ПК, исходя из нормативов допустимой погрешности измерения pH в воде.

Регулирующие органы не должны ограничиваться лишь требованием наличия у лабораторий аккредитации или прохождения альтернативной оценки. Поскольку применяемые лабораториями методы могут существенно различаться, их результаты и критерии оценки также будут отличаться. Поэтому

Таблица 1

Результаты раунда ПК по определению pH с применением ССО

№ п/п	Идентификация участника	Результат участника	Значение z-критерия
1	28N	5,14	-24,7
2	1	6,47	-5,7
3	2	6,61	-3,7
4	11	6,61	-3,7
5	8	6,688	-2,6
6	21N	6,78	-1,3
7	7N	6,83	-0,6
8	4	6,83	-0,6
9	7	6,85	-0,3
10	12	6,85	-0,3
11	24	6,85	-0,3
12	3	6,86	-0,1
13	9	6,86	-0,1
14	18	6,86	-0,1
15	21	6,86	-0,1
16	23	6,86	-0,1
17	25	6,86	-0,1
18	13	6,87	0
19	15	6,87	0
20	17	6,87	0
21	19	6,87	0
22	20	6,87	0
23	22	6,87	0
24	14N	6,88	0,1
25	16	6,89	0,3
26	6	6,91	0,6
27	14	6,91	0,6
28	10	6,914	0,6
29	5	6,96	1,3

установление единых и четких критериев оценки имеет решающее значение.

Регулирующие органы:

- анализируют риски и требования, характерные для каждой отрасли;
- разрабатывают нормы погрешности измерения pH и критерии оценки на основе международных стандартов (ISO), межгосударственных стандартов (ГОСТ) и национальных требований.

На основании этих критериев проводят справедливую и точную оценку лабораторных результатов.

Указанный подход обеспечивает установление единых и прозрачных требований для всех лабораторий, позволяет избежать субъективной оценки и способствует эффективному обеспечению качества и безопасности в отрасли.

Таким образом, регулирующие органы должны устанавливать критерии ПК в соответствии с требованиями конкретной отрасли. В схемах ПК по определению pH в воде и большинстве жидкостей значение σ_{pt} , выбранное одним из нескольких способов, описанных в [7], обычно принимается равным 0,07 pH. Например, при выборе σ_{pt} на основе экспертного суждения, если согласно стандарту [8] или [9] допускаемая погрешность определения pH в воде составляет 0,2 pH, то при принятом коэффициенте регулирования, равном 3, данное значение считается допустимым. Следовательно, в программе ПК по определению pH в воде для показателей однородности образцов s_s и стабильности $|\bar{y}_1 - \bar{y}_2|$ можно принять первоначальное предельное значение $0,3\sigma_{pt} = 0,02$ pH.

В представленном исследовании использованные ССО были произведены аккредитованным производителем в соответствии с международным стандартом [5] (рисунок 2). Аккредитация



Рис. 4. Образцы питьевой воды, отобранные для использования в качестве образцов для ПК

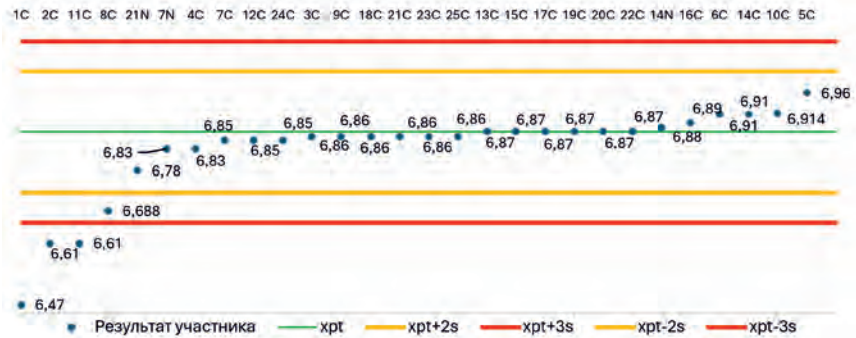


Рис. 3. Результаты раунда ПК по определению pH с применением ССО

была проведена органом, являющимся участником многостороннего соглашения ILAC MRA, что принято в качестве справочной информации.

Из сертификата ССО были использованы данные о стандартной неопределенности, включающей составляющие, связанные с однородностью, стабильностью (краткосрочной и долгосрочной) и характеристикой образца. Стандартная неопределенность ССО составила $u = 0,01$ pH (расширенная неопределенность $U = 0,02$ pH при $k = 2$ и $P = 0,95$), и это значение было принято в качестве неопределенности ПК $u(x_{pt})$.

Поскольку соответствие всем трем показателям – однородности, стабильности и неопределенности – было подтверждено производителем ССО относительно установленного предельного значения ($u(x_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$), проведение дополнительных экспериментов по этим показателям не потребовалось. Для случаев применения ССО использовался z-критерий, а в качестве приписанного значения x_{pt} было принято сертифицированное значение $x_{ref} = 6,87$ pH при температуре +20 °C.

Таким образом, в раунде ПК по определению pH с применением ССО приняли участие 29 лабораторий. Зарегистрированные результаты представлены в таблице 1 в порядке их возрастания. Для наглядности на рисунке 3 приведено распределение

этих результатов по z-фактору (вертикальная ось графика). Поскольку результат участника 28N существенно отличается от результатов остальных участников, он не показан на рисунке 3.

Из полученных данных следует, что 4 лаборатории показали неприемлемые результаты, а 1 лаборатория получила сомнительный результат,

тогда как результаты остальных лабораторий признаны приемлемыми согласно установленному z -критерию.

Если соблюдены условия хранения ССО, указанные в паспорте образца (температура в пределах от +5 °С до +25 °С), стандартный образец может предоставлять результаты ПК, соответствующие требованиям регулирующего органа.

Важно отметить, что участники не знали о том, что раунд проводится с использованием ССО. Если скрыть этот факт невозможно, необходимо убедиться, что участники не предоставляют фиктивные результаты, чтобы сохранить достоверность ПК.

На следующем этапе для ПК в качестве тестового образца была приобретена бутилированная питьевая вода, находящаяся в свободной продаже. При этом было принято во внимание, что производитель не берет на себя обязательств по обеспечению однородности и стабильности продукции в отношении показателя рН.

В соответствии с [7], для оценки однородности из всей партии образцов случайным образом были отобраны 10 бутылок (рисунок 4), каждая из которых была разделена на две порции.

Для испытаний на однородность и стабильность была выбрана аккредитованная лаборатория, ранее успешно участвовавшая в ПК по определению рН. Согласно данным внутреннего контроля качества, предел повторяемости для измерений рН в данной лаборатории не превышает $r = 0,05$ рН, что соответствует [7], так как стандартное отклонение повторяемости метода

$$s_r = \frac{r}{2,8} = 0,018 \text{ рН} < 0,5\sigma_{pt}$$

Результаты, полученные указанной лабораторией при проверке однородности, а также расчеты, выполненные в соответствии с приведенным в [7] алгоритмом оценки однородности, представлены в таблице 2.

Подробная информация о значении \sqrt{c} , указанном в таблице 2, приведена в [7].

По приведенным выше результатам видно, что показатели рН отобранных образцов питьевой воды не соответствуют требованиям по однородности для выбранного значения $\sigma_{pt} = 0,07$.

Для такой ситуации стандарт [7] предлагает несколько вариантов.

Для продолжения ПК можно выбрать расширенное стандартное отклонение ПК σ'_{pt} :

$$\sigma'_{pt} = \sqrt{\sigma_{pt}^2 + s_s^2}, \quad (3)$$

При рассмотрении стабильности образцов, исходя из имеющихся и потенциальных рисков (условия транспортирование и хранение), было проведено следующее экспериментальное исследование.

Поскольку при производстве и упаковке питьевой воды испытания на стабильность не проводятся, исследование включало следующие этапы:

- первичное измерение рН сразу после отбора пробы;

- повторное измерение после хранения воды в пластиковых бутылках в багажнике автомобиля в течение 5 суток;

- измерение после дополнительного хранения той же воды в закрытой пластиковой таре под прямыми солнечными лучами в течение одних суток;

- измерение после нахождения воды в открытой колбе под солнечными лучами в течение одних суток.

На основе полученных результатов была изучена степень разброса показателей рН. Полученные результаты приведены в таблице 3.

На рисунке 5 показаны образцы питьевой воды, отобранные для использования в качестве образцов ПК.

Результаты, полученные для условий №№1–3, были сопоставлены с исходными данными и оценены в соответствии с [7] по следующим формулам:

$$|\bar{y}_0 - \bar{y}_{№1}| = 0,17 \text{ рН} > 0,3\sigma_{pt} = 0,02, \quad (4, \text{ а})$$

$$|\bar{y}_0 - \bar{y}_{№2}| = 0,16 \text{ рН} > 0,3\sigma_{pt} = 0,02, \quad (4, \text{ б})$$

$$|\bar{y}_0 - \bar{y}_{№3}| = 0,35 \text{ рН} > 0,3\sigma_{pt} = 0,02, \quad (4, \text{ в})$$

где $\bar{y}_0, \bar{y}_{№1}, \bar{y}_{№2}, \bar{y}_{№3}$ – средние значения результатов, соответствующие условиям №№0–3 соответственно.

После того как было установлено, что исходный критерий не выполнен, требование стабильности было проверено с учетом расширенного критерия, полученного с добавлением компонента неопределенности, связанного с пределом повторяемости лаборатории ($r = 0,05$ рН) как альтернативного варианта стабильности, указанного в [7]. В этом случае выполнение требований по стабильности определяется следующим образом:

$$|\bar{y}_0 - \bar{y}_{№1}| = 0,17 \text{ рН} > 0,3\sigma_{pt} + r = 0,07, \quad (5, \text{ а})$$

$$|\bar{y}_0 - \bar{y}_{№2}| = 0,16 \text{ рН} > 0,3\sigma_{pt} + r = 0,07, \quad (5, \text{ б})$$

$$|\bar{y}_0 - \bar{y}_{№3}| = 0,35 \text{ рН} > 0,3\sigma_{pt} + r = 0,07. \quad (5, \text{ в})$$

В таком случае стандарт [7] предлагает единственный возможный вариант выбора скорректированного стандартного отклонения ПК σ'_{pt} , который позволяет продолжить ПК:

$$\sigma'_{pt} = \sqrt{\sigma_{pt}^2 + u_{inst}^2}, \quad (6)$$

где u_{inst} – неопределенность, обусловленная нестабильностью.

С учетом рисков, связанных с неоднородностью и нестабильностью, был проведен раунд ПК с использованием образцов, приготовленных из

Таблица 2

Результаты проверки однородности образцов питьевой воды, отобранных для использования в качестве образцов для ПК

Номер образца t	Значение №1 $x_{t,1}$	Значение №2 $x_{t,2}$
1	7,15	7,15
2	7,12	7,11
3	7,12	7,11
4	7,04	7,04
5	6,96	6,97
6	7,08	7,09
7	7,14	7,14
8	6,96	6,97
9	7,00	6,99
10	7,11	7,12
Показатель однородности s_s		7,11
Контрольная значения №1:		7,11
Выполнение условия $s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$		7,04
Контрольная значения №2: \sqrt{c}		6,97
Выполнение условия $s_s \leq \sqrt{c}$		7,15

Таблица 3

Результаты испытаний на стабильность образцов питьевой воды, отобранных для использования в качестве образцов ПК

Идентификация условий	Условия	Результаты		Среднее значение	Примечание
		№1	№2		
№0	Первичный результат	7,07	7,07	7,07	См. рис. 5, а
Initial (№1)	Вода в пластиковой таре после первичных испытаний и хранения в багажнике автомобиля в течение раунда	7,24	7,24	7,24	См. рис. 5, б
Closed (№2)	Вода в пластиковой таре, хранившаяся в закрытом виде под прямыми солнечными лучами в течение одних суток	7,23	7,23	7,23	См. рис. 5, в
Open (№3)	Вода, перелитая из пластиковой тары в колбу и оставленная в открытом виде под прямыми солнечными лучами в течение одних суток	7,41	7,42	7,42	См. рис. 5, г

питьевой воды. В испытании приняли участие 13 лабораторий, из которых 7 были аккредитованными.

Для данного типа ПК было принято значение стандартного отклонения ПК $\sigma_{pt} = 0,07$ рН, т.к. основное внимание в настоящей работе уделено вопросу правильного выбора образцов ПК, соответствующих требованиям регулирующих органов.

Приписанное значение σ_{pt} было определено на основе результатов всех лабораторий с использованием робастной статистики по алгоритму А. Результаты лабораторий и данные, полученные по

алгоритму А робастной статистики, приведены в таблице 4.

Неопределенность ПК и стандартное отклонение, определенное на основе робастной статистики ($s^* = 0,45$ рН), были рассчитаны в соответствии с [7] по приведенным ниже формулам.

Полученное значение неопределенности составило:

$$u(x_{pt}) = 1,25 \frac{s^*}{\sqrt{p}} = 0,16 \text{ рН}. \quad (7)$$

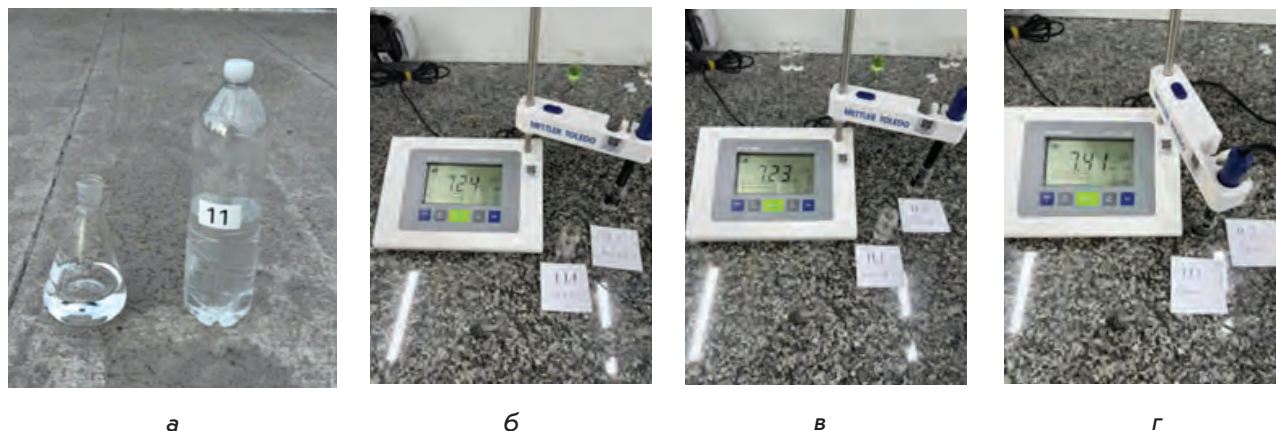


Рис. 5. Образцы питьевой воды, отобранные для использования в качестве образцов ПК:

а — питьевая вода в исходном состоянии; б — вода в пластиковой таре после первичных испытаний и хранения в багажнике автомобиля в течение раунда; в — вода в пластиковой таре, хранившаяся в закрытом виде под прямыми солнечными лучами в течение одних суток; г — вода, перелитая из пластиковой тары в колбу и оставленная в открытом виде под прямыми солнечными лучами в течение одних суток

Таблица 4
Результаты раунда ПК по определению уровня pH с использованием артефакта, подготовленного на основе питьевой воды

№	Идентификация участника	Результат участника	Критерий z_i
1	25N	5,400	-4,6
2	29N	6,860	-1,0
3	17N	6,935	-0,8
4	30N	6,980	-0,7
5	5N	7,000	-0,6
6	0#	7,069	-0,5
7	10N	7,225	-0,1
8	23N	7,320	0,2
9	4N	7,560	0,8
10	15N	7,600	0,9
11	20N	7,605	0,9
12	1N	7,700	1,1
13	12N	8,150	2,2
После последней итерации $x^* = x_{pt}$		7,259	-
После последней итерации s^*		0,449	-

Поскольку полученное значение неопределенности превышает пороговое значение $0,3\sigma_{pt}$, оно признано значимым. В этом случае стандартное отклонение ПК следует рассчитать по следующей формуле:

$$\sigma'_{pt} = \sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})}. \quad (8)$$

Из проведенного анализа следует, что из-за неоднородности и нестабильности образцов, а также из-за того, что неопределенность ПК, рас-

считанная на основе робастной оценки приписанного значения, не соответствует установленным критериям, стандартное отклонение ПК необходимо скорректировать следующим образом:

$$\sigma'_{pt} = \sqrt{\sigma_{pt}^2 + s_s^2 + u_{inst}^2 + u^2(x_{pt})}. \quad (9)$$

С помощью выражения (9) установлено, что значение скорректированного стандартного отклонения ПК σ'_{pt} составило 0,4 pH. Использование

столь большого стандартного отклонения в качестве критерия ПК не позволяет достичь большинства целей программ ПК, т. к. приводит к снижению чувствительности оценки и искажению интерпретации результатов участников.

Подробный анализ данного вопроса приведен ниже.

В таблице 4 представлены результаты, полученные с использованием параметра σ'_{pt} по критерию z' . Те же результаты приведены в виде графика на рисунке 6.

Здесь следует особо отметить, что такие результаты обеспечивают соответствие показателя уровня pH питьевой воды национальному стандарту [10] (от 6 до 9 pH) и международным требованиям [11] (от 6,5 до 9,5 pH). Однако, несмотря на то что такое соответствие освобождает производителя от ответственности, оно не гарантирует, что каждая отдельная емкость питьевой воды с одинаковым наименованием имеет достаточную однородность или стабильность, необходимую для проведения ПК.

Полученные результаты показывают, что даже при использовании существенно расширенного критерия некоторые лаборатории могут получить неудовлетворительные результаты. В свою очередь, это свидетельствует о том, что само наличие как положительных, так и отрицательных результатов участия в ПК не является достаточным основанием для вывода об объективности проведения этой проверки.

Как известно, при валидации и верификации методов существует несколько способов оценки их правильности, а значит, и надежности. Среди них наиболее достоверным считается успешное участие в ПК, организуемой аккредитованным провайдером.

В соответствии с современными требованиями, методы измерения pH в питьевой воде должны обеспечивать точность в диапазоне от 0,05 до 0,1 pH. На основании приведенного анализа можно утверждать, что если для оценки правильности таких методов требуется успешный результат ПК, то проведение этой проверки с использованием ССО является необходимым условием. Это подтверждается тем, что при использовании в качестве тест-объекта потребительской продукции (как во втором эксперименте) стандартное

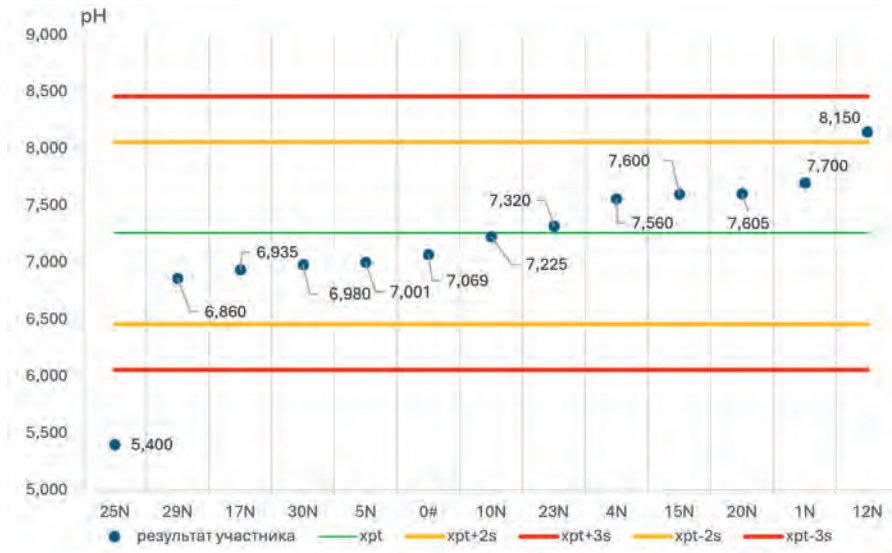


Рис. 6. Результаты раунда ПК по определению уровня pH с использованием питьевой воды

отклонение ПК (0,4 pH) оказалось во много раз больше, чем собственная погрешность метода.

Работы, посвященные анализу путей и алгоритмов оценки правильности методов, будут продолжены в дальнейших исследованиях.

В стандарте [2] приведены различные цели межлабораторных сличений, среди которых перечислены 7 задач, которые могут быть реализованы посредством ПК. На основании вышеуказанных результатов исследований была проведена оценка возможности обеспечения выполнения этих задач. Результаты анализа представлены в таблице 5.

Ниже приведены выводы, сделанные на основании результатов данной работы.

1. Регулирующие органы должны обладать потенциалом для установления собственных критериев проведения раундов ПК в своей сфере. Они должны определять допустимые погрешности при измерении каждого важного показателя, а также увеличивать количество раундов ПК, организуемых регулятором.

2. Результаты проведенного исследования подтвердили необходимость совершенствования системы оценки квалификации лабораторий в соответствии с требованиями международных стандартов [1, 2, 5], совокупное применение которых повышает надежность результатов ПК, метрологическую прослеживаемость и уровень международного признания.

3. В данном исследовании сравнивались результаты ПК, организованных на основе ССО и потребительских товаров (артефактов, питьевой воды). В случае применения ССО разброс между лабораториями минимален, а оценка по z -критерию обеспечивает высокую точность. При использо-

Таблица 5

Анализ выполнения целей межлабораторных сличений по проведенным раундам ПК

Цель межлабораторных сличений	ПК с использованием ССО	ПК с использованием питьевой воды
Оценка деятельности лабораторий по конкретным измерениям, испытаниям, калибровке, оценке, инспекции или отбору образцов	Обеспечивается при правильном выборе ССО	Не может быть обеспечена для уровней, по которым делают выводы регулирующие органы, но может быть обеспечена в соответствии с внутренними требованиями при очень грубом уровне погрешности
Выявление проблем в лабораториях, которые, например, могут быть связаны с методами измерений или испытаний, результативностью обучения персонала и управления им или калибровкой оборудования	Обеспечивается при правильном выборе ССО	В большинстве случаев цель не достигается
Установление результативности методов измерения или испытаний и сопоставимости результатов измерений или испытаний	Обеспечивается при правильном выборе ССО (меньшем по сравнению с точностью метода)	Из-за установления более грубого стандартного критерия по сравнению с точностью, предусмотренной методом, в большинстве случаев цель не достигается
Обеспечение дополнительной уверенности пользователей в результатах измерений или испытаний	Достигается при правильном выборе ССО	Достигается, когда установленный критерий не имеет существенного значения для пользователей
Выявление различий в результатах измерений или испытаний	Может быть обеспечено	Может быть обеспечено
Обучение участвующих лабораторий на основе результатов таких сравнений	Обеспечивается при правильном выборе ССО	Достижение практически невозможно из-за слишком большого значения критерия (стандартного отклонения)
Подтверждение утверждений о неопределенности измерений	Обеспечивается при правильном выборе ССО	Неоднородность и нестабильность образцов могут привести к необъективным результатам подтверждения

вании потребительских товаров требования стандартов [2] и [7] по однородности и стабильности не выполняются, что снижает объективность оценки ПК.

4. Анализ показал практическую эффективность метода оценки, основанного на стандартном отклонении ПК $\sigma_{pr} = 0,07$ рН и выполнении условия $u(\sigma_{pr}) < 0,3 \sigma_{pr}$. На основе формулы (9) предложен новый подход, обеспечивающий надежность оценки даже при неоднородных и нестабильных образцах.

5. Рассмотренные в работе результаты подтвердили, что в аккредитованных лабораториях разброс результатов ПК снижен, а оценка стабильна. Это подтверждает необходимость совершенство-

вания требований к аккредитации в соответствии со стандартом [2] и политиками [3, 4].

6. Научная и практическая значимость проведенного исследования заключается в том, что впервые в Республике Узбекистан разработана модель ПК на основе ССО, соответствующая международным стандартам. Модель обеспечивает метрологическую прослеживаемость результатов лабораторий, гармонизирует процессы аккредитации с международными требованиями и создает научную основу для соблюдения политики Всемирной торговой организации по устранению технических барьеров в торговле.

Таким образом, результаты данной работы обеспечивают прочную научно-практическую базу

для совершенствования национальной системы ПК в Узбекистане на основе стандартов ISO и ILAC, повышения надежности и прозрачности лабораторной деятельности, а также международного признания результатов испытаний.

Научная новизна данной работы состоит в том, что впервые в Республике Узбекистан разработана схема ПК на основе ССО по требованиям международного стандарта [5], обеспечивающая соответствие результатов ПК международным стандартам. Сравнение ПК с использованием ССО и потребительских товаров показало влияние однородности и стабильности образцов на достоверность оценки квалификации.

В частности, в работе предложена формула (9), используемая для расчета стандартного отклонения, а также рекомендован к применению критерий $\sigma_{pr} = 0,07$ pH.

Разработанная схема служит научной основой национальной системы ПК, соответствует международным стандартам [1, 2, 5], обеспечивает международное признание результатов лабораторий и поддержку политики Всемирной торговой организации по устранению технических барьеров в торговле.

 Список использованных источников

1. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories = Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий : ISO/IEC 17025:2017 // International Electrotechnical Commission = Международная электротехническая комиссия.
2. Conformity assessment – General requirements for the competence of proficiency testing providers = Оценка соответствия. Общие требования к компетентности провайдеров проверки квалификации : ISO/IEC 17043:2023 // International Electrotechnical Commission = Международная электротехническая комиссия.
3. ILAC Policy for Proficiency Testing and/or Interlaboratory comparisons other than Proficiency Testing = Политика ILAC в отношении квалификационных испытаний и/или межлабораторных сравнений, отличных от квалификационных испытаний : ILAC-P9:01/2024 // International Laboratory Accreditation Cooperation = Международная организация по аккредитации лабораторий. – URL: <https://ilac.org/?download=3259> (data of access: 21.10.2025).
4. Политика в отношении участия заявителей и аккредитованных лабораторий в проверках квалификации и межлабораторных сличе-

ниях : O'ZAK.P-10 // ООО «MINTAQA SINOV MARKAZI». – URL: <https://akkred.uz:8081/media/file/pdf/2021-09/611d0f9d-c651-4c29-9ef6-f152c410d4e0.pdf> (дата обращения: 21.10.2025).

5. General requirements for the competence of reference material producers = Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов : ISO 17034:2016 // International Organization for Standardization = Международная организация по стандартизации.

6. Шпаков, С. В. Использование стандартных образцов для ПК лабораторий / С. В. Шпаков // Стандартные образцы. – 2014. – № 2.

7. Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison = Статистические методы, применяемые при поверке квалификации лабораторий посредством межлабораторных сличений : ISO 13528:2022 // International Organization for Standardization = Международная организация по стандартизации.

8. Water quality – Determination of pH = Качество воды. Определение pH : ISO 10523:2008 // International Organization for Standardization = Международная организация по стандартизации.

9. Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств : ГОСТ 27384-2002. – Взамен ГОСТ 27384-87 ; введ. РБ 01.09.2003. – 4 с.

10. Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством : O'z DSt 950:2011 // Агентство «Узстандарт».

11. Directive (EU) 2020/2184 of the European Parliament and of the Council of 16 December 2020 on the quality of water intended for human consumption. – URL: <https://eur-lex.europa.eu/eli/dir/2020/2184/oj/eng> (data of access: 22.10.2025).

Махмуд Норкобилович ХАЙРУЛЛАЕВ,
начальник отдела ГУ «Узбекский центр аккредитации», магистр технических наук;
Нормурод Толибович БОЙМАТОВ,
главный специалист ГУ «Узбекский центр аккредитации», магистр технических наук;
Ортогали Шарипович ХАКИМОВ,
профессор Ташкентского архитектурно-строительного университета,
доктор технических наук, профессор;
Бекзод Эркинович ШАРИПОВ,
директор ГУ «Узбекский центр аккредитации», магистр технических наук;
Жавохиржон Собиржон угли НОСИРОВ,
директор калибровочной лаборатории при ООО «Geometr», магистр технических наук.

Дата поступления 20.10.2025