

Оценка соответствия вещества или материала требованиям стандарта или другого регулирующего документа

Что важно знать о рисках принятия ложных решений вследствие неопределенностей измерения

Рассказывает Илья Кусельман,
независимый консультант по метрологии (Израиль)



Публикуемый материал представляет собой основную часть интервью, проведенного организаторами 5-й Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологии», которая прошла 13–16 сентября 2022 года в Екатеринбурге. На английском языке эта часть интервью опубликована в журнале *Chemistry International*, January–March 2023, pp. 18–19, DOI:10.1515/ci-2023-0105.

Что такое «оценка соответствия»? Разве это не бюрократическая процедура?

Международный стандарт ISO/IEC 17000:2004 «Оценка соответствия. Словарь и общие принципы»

определяет оценку соответствия как демонстрацию того, что установленные требования к продукту или системе выполнены. Например, мы хотим пить, есть и водить машину, оставаясь при этом живыми, здоровыми и даже веселыми. Это означает соответствие

воды, вина, продуктов питания и средств передвижения установленным требованиям. Испытательные (химико-аналитические) лаборатории предоставляют потребителю информацию, необходимую для проведения оценки соответствия, и должны осуществить такую оценку в случае заинтересованности потребителя.

Результаты измерений, полученные в таких лабораториях, сопоставляют с требованиями к веществам и материалам, установленным в качестве пределов допускаемых содержаний или концентраций основных компонентов и примесей. Такие лаборатории также проходят оценку соответствия по международному стандарту ISO/IEC 17025:2017 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий». Одним из основных требований стандарта ISO/IEC 17025:2017 является калибровка химико-аналитического оборудования и внутренний контроль качества процесса измерений с использованием в качестве контрольных образцов соответствующих стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов. В свою очередь производители стандартных образцов должны соответствовать положениям международного стандарта ISO 17034:2016 «Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов». На вершине пирамиды оценки соответствия находятся требования Руководства ISO 35:2017 «Стандартные материалы – Руководство по характеристике и оценке однородности и стабильности». ISO Guide 35:2017 рекомендует устанавливать пределы допускаемых содержаний характеризующихся в стандартном образце компонентов, примесей и/или других свойств уже на стадии проекта разработки стандартного образца.

О каких рисках идет речь? Что может быть плохого с материалом, если фактическое содержание какого-либо компонента или примеси немного больше или меньше установленного предела?

Как говорят французы: «Кто ничем не рискует, ничего не получает; кто всем рискует, все теряет». Дома мы рискуем, когда идем в ванную: по статистике больше всего самых тяжелых бытовых травм ждет нас именно там. На дорогах в Израиле, где граждане в целом законопослушны, ежегодно в автомобильных авариях гибнет на порядок больше

людей, чем от террористических актов. Конечно, мы рискуем, выбирая себе друзей, а тем более жен или мужей. Впрочем, наверное, прав русский писатель Иван Бунин, утверждавший, что больше всех рискует тот, кто не рискует. В нашем случае речь идет о рисках ложных решений при оценке соответствия вещества или материала на

основе сопоставления результатов измерений содержания основных компонентов и примесей с их допустимыми установленными пределами. Данный принцип также применим к стандартным образцам. Существует риск производителя, когда годный продукт (партию вещества или материала) ошибочно признают несоответствующим техническим условиям и бракуют. При этом риск потребителя пред-

ставляет собой вероятность принятия ложного решения в отношении товара, не соответствующего тем же спецификациям, но ошибочно признанного соответствующим и выпущенного на рынок. Оба риска могут быть частными, связанными с оценкой соответствия содержания одного конкретного компонента или примеси в веществе или материале. Они называются «конкретными» для конкретной партии, группы или объекта окружающей среды и «глобальными», когда обсуждается бесконечная статистическая совокупность партий, групп или объектов. Кроме того, существуют полные риски при оценке соответствия многокомпонентного объекта или системы в целом, подразделяемые на риски производителя и потребителя, конкретные и глобальные.

Как измерительные неопределенности влияют на риски и при чем тут массовый баланс?

Если бы люди могли знать действительное (истинное) значение измеряемой величины, то ответ на вопрос: «Что такое хорошо и что такое плохо?» – был бы намного проще в рамках оценки соответствия. Однако проблема заключается в том, что, хотя усовершенствование измерительной техники может снизить неопределенность измерений, некоторая неопределенность по-прежнему остается: «Бог только знает истину, а дьявол кроется в деталях». Таким образом, результат измерения состоит из измеренной величины и ассоциированной неопределенности, выраженной в виде стандартного отклонения

или доверительного интервала, в котором находится истинное значение с указанной вероятностью. Неопределенность измерения приводит к формированию «серой зоны» рисков вероятностей ложных решений вокруг допустимых пределов. Чем больше измерительная неопределенность, тем шире «серая зона». Практикующие специалисты учитывают данный принцип на эмпирическом уровне, используя «внутризаводские допуски», которые фактически являются интервалами приемлемости измеренных значений, более жесткими для производителя, чем допустимые спецификации, установленные в стандарте или другом регулирующем документе. Все бы ничего, но результаты измерений для различных компонентов одного и того же вещества или материала могут быть взаимосвязаны или коррелированы по разным причинам. Различают 1) метрологические корреляции, например, в спектральном анализе; 2) природные корреляции, например, из-за стехиометрии веществ, в которых содержание компонентов/элементов является строго постоянным при нормальных условиях; 3) технологические корреляции, обусловленные требованиями к соотношению количества различного сырья. Более того, когда содержание всех основных компонентов подлежит контролю для оценки соответствия и их сумма должна быть равна 100% (или единице, если содержание выражается в массовых или мольных долях), это ограничение, называемое «массовым балансом», вызывает дополнительный вид корреляции. Впервые она была описана английским математиком Карлом Пирсоном в 19 веке как «иллюзорная» корреляция. Отметим, что ранее, в 18 веке, уже были известны труды французского естествоиспытателя Антуана Лавуазье и русского ученого Михаила Ломоносова. Их имена всегда упоминаются в связи с историей всеобъемлющего закона сохранения, в частности, закона сохранения масс. Согласно этому закону, состав вещества или материала, объекта или системы, закрытой для переноса материи и энергии, остается неизменным. Таким образом, массовый баланс и ограничение суммы содержаний компонентов 100% (или единицей) является одним из выражений закона сохранения масс. Как и другие виды корреляции, «иллюзорная» корреляция влияет на результаты оценки соответствия и должна быть учтена при оценке рисков – вероятностей ложных решений о соответствии.

Неопределенность измерения приводит к формированию «серой зоны» рисков вероятностей ложных решений

Где можно найти детальное руководство по оценке рисков?

Совместный комитет для разработки руководств по метрологии выпустил руководство JCGM 106:2012 «Роль неопределенности измерений при оценке соответствия» (опубликовано на сайте: <https://www.bipm.org/en/committees/jc/jcgm/publications>). В нем объясняется методология оценки соответствия путем сравнения результатов измерений или испытаний с их пределами в спецификации при помощи подхода Томаса Байеса, английского математика 18 века. Подход основан на том, что знания об измеряемой величине могут быть дополнены информацией, накопленной до настоящего измерения, представленной в качестве случайной переменной и выраженной как функция плотности вероятности. Документ JCGM 106 относится к одной (конкретной) измеряемой величине и применим в аналитической химии «покомпонентно». Байесовский подход был расширен нами на многокомпонентные системы (многомерные пространства содержания или концентраций компонентов) в Руководстве IUPAC/CITAC Guide «Оценка рисков ложных решений в оценке соответствия многокомпонентного материала или объекта вследствие измерительной неопределенности (Технический отчет IUPAC)», опубликованном в журнале Pure and Applied Chemistry (<https://doi.org/10.1515/pac-2019-0906>) и на веб-сайте Международного сотрудничества по прослеживаемости измерений в аналитической химии CITAC (<https://www.citac.cc/guides/>). Очередное руководство IUPAC/CITAC «Оценка рисков ложных решений в оценке соответствия вещества или материала с ограничением массового баланса (Технический отчет IUPAC)» готовит к публикации рабочая группа проекта IUPAC (<https://iupac.org/project/2019-012-1-500>) предположительно в начале 2023 года. В данном документе байесовский подход применяется в неевклидовом пространстве (симплексе), образуемом содержаниями компонентов при ограничении массового баланса, где привычные трехмерные фигуры становятся плоскими, как тени, и вмещаются в треугольник, а содержание четырех компонентов образует пирамиду и т. д. Решения найдены с помощью метода Монте-Карло и R-программирования. Все указанные документы находятся в открытом доступе.

ilya.kuselman@bezeqint.net



ИЗДАТЕЛЬСТВО «ТЕХНОСФЕРА» ПРЕДСТАВЛЯЕТ КНИГУ:



М. Отто

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

М.: ТЕХНОСФЕРА, 2021. — 656 с.
ISBN 978-5-94836-615-9

Цена 1600 руб.

Аналитическая химия, будучи наукой междисциплинарной, включает в себя множество разнообразных методов, использующих различные химические, физические, а в последнее время — и биологические явления.

В пятом издании известного учебника подробно рассмотрены современные методы математической обработки результатов химического анализа и наиболее актуальные проблемы аналитической химии — автоматизация анализа, анализ материалов, биологических объектов и объектов окружающей среды.

Автор учебника сумел изложить разнообразные методы анализа — от классических до самых современных — с единых позиций, основанных на представлении об аналитическом процессе как процедуре извлечения информации о веществе. Книга, безусловно, будет полезна студентам университетов, изучающим химию, и специалистам-химикам.

Как заказать наши книги?

По почте: 125319, Москва, а/я 91
По факсу: (495) 956-33-46
E-mail: knigi@technosphere.ru
sales@technosphere.ru

ИНФОРМАЦИЯ О НОВИНКАХ
www.technosphere.ru