

Оценка соответствия. Аккредитация лабораторий Compliance verification. Laboratory accreditation

DOI: <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2020-86-4-66-74>

МЕТОДИЧЕСКИЕ ПОДХОДЫ К РАСЧЕТУ ОСНОВНЫХ ПАРАМЕТРОВ ВАЛИДАЦИИ СУДЕБНО-ЭКСПЕРТНЫХ МЕТОДИК

© Галина Ивановна Бебешко^{1*}, Ирина Петровна Любецкая¹,
Георгий Георгиевич Омелянюк^{1,2,3}, Александр Иванович Усов^{1,2,3}

¹ Российский центр судебной экспертизы при Минюсте Российской Федерации, Россия, 109028, Москва, Хохловский пер., д. 13, стр. 1; *e-mail: 109382@mail.ru

² Российский университет дружбы народов, Россия, 117198, Москва, ул. Миклухо-Маклая, д. 6;
e-mail: g.omelyanyuk@sudexpert.ru

³ МГТУ им. Н. Э. Баумана, Россия, 105005, Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1; e-mail: a.usov@sudexpert.ru

*Статья поступила 17 декабря 2019 г. Поступила после доработки 15 января 2020 г.
Принята к публикации 26 февраля 2020 г.*

Одной из основных процедур стандартизации судебно-экспертной деятельности, используемых для контроля достоверности результатов проведенных исследований, является валидация судебно-экспертной методики (СЭМ). Эта процедура широко применяется в организациях, входящих в Европейскую сеть судебно-экспертных учреждений (ENFSI), в которую также входит Российский Федеральный центр судебной экспертизы при Министерстве юстиции Российской Федерации (РФЦСЭ). В метрологическом плане можно выделить два типа СЭМ: судебно-экспертные методики измерения (СЭМИ) и судебно-экспертные методики тестирования (СЭМТ). В более ранней нашей публикации показано, что методические подходы к валидации СЭМИ в основном разработаны, они находят практическое применение в лабораториях РФЦСЭ. В то же время процедура валидации СЭМТ вызывает много вопросов и широко обсуждается в научной литературе. Наибольшие сложности при валидации СЭМ связаны с выбором параметров валидации, разработкой валидационного эксперимента и выполнением статистических расчетов. В связи с этим в настоящей работе предложены методические подходы к статистической оценке параметров СЭМИ и СЭМТ для их практического применения судебными экспертами. В статье представлен ряд рекомендаций по процедуре валидации, перечислены параметры валидации, приведены конкретные схемы экспериментов, выполнение которых позволяет оценить показатели качества СЭМИ и СЭМТ. Для оценки пригодности СЭМИ использованы результаты многократного определения контролируемого показателя в контрольных образцах и стандартных добавках, приведены общепринятые формулы расчета статистических параметров. В качестве примера рассмотрена процедура валидации СЭМТ «Микроскопическое исследование текстильных волокон». Образцами для тестирования служили волокна из лабораторной коллекции, тестируемые признаки которых были известны. В статье также показано, что для характеристики надежности СЭМТ и компетентности экспертов эффективно использовать вероятностную оценку доли ложных результатов тестирования, а также расчет отношения правдоподобия.

Ключевые слова: валидация; судебно-экспертная методика измерения (СЭМИ); судебно-экспертная методика тестирования (СЭМТ); расчет параметров валидации судебно-экспертных методик; отношение правдоподобия.

METHODOLOGICAL APPROACHES TO CALCULATION OF THE MAIN VALIDATION PARAMETERS OF FORENSIC TECHNIQUES

© Galina I. Bebeshko^{1*}, Irina P. Lyubetskaya¹,
Georgiy G. Omel'yanyuk^{1,2,3}, Aleksandr I. Usov^{1,2,3}

¹ Russian Federal Centre of Forensic Science of the Ministry of Justice of Russian Federation (RFCFS), 13-2 Khokhlovsky per., Moscow, 109028, Russia; *e-mail: 109382@mail.ru

² RUDN University, 6 Miklukho-Maklaya ul., Moscow, 117198, Russia; e-mail: g.omelyanyuk@sudexpert.ru

³ Bauman Moscow State Technical University, 5/1 2nd Baumanskaya ul., Moscow, 105005, Russia;
e-mail: a.usov@sudexpert.ru

Received December 17, 2019. Revised January 15, 2020. Accepted February 26, 2020.

Validation of the forensic methods (FM) is one of the main procedures for the standardization of forensic activities used to verify the reliability of the obtained results of the studies. This procedure is widely adopted in the organizations of the European Network of Forensic Science Institutes (ENFSI), which also includes the Russian Federal Centre of Forensic Science of the Ministry of Justice of the Russian Federation (RFCFS). Two types of FM can be distinguished in metrological aspects: forensic method of measurements (FMM) and forensic methods of testing (FMT). We have shown earlier that unlike the developed methodological approaches to the FMM validation which gained practical application in the RFCFS laboratories, the FMT validation procedures give rise to many questions which are widely discussed in the scientific literature. The most significant difficulties in FM validation are attributed to selection of the validation parameters, development of the validation experiment and performance of statistical calculations. We propose methodological approaches to the statistical assessment of the FMM and FMT parameters to be used in practice of forensic experts. Moreover, we present a number of recommendations on the validation procedure, list of the validation parameters, and consider specific schemes of the experiments to be used for assessing the quality indicators of FMM and FMT. The results of multiple determination of the controlled index in the referenced samples and standard additives are presented to assess the suitability of the FMM using common formulas for calculation of the statistical parameters. Case study of the FMT validation procedure "Microscopic Examination of Textile Fibers" is considered. The expediency of using probabilistic estimate of the share of false test results, as well as calculation of the likelihood ratio in assessing the reliability of forensic methods of testing and competence of the experts is demonstrated.

Keywords: validation; forensic method of measurement (FMM); forensic method of testing (FMT); calculation of the validation parameters of forensic methods; likelihood ratio.

Введение

В публикации С. А. Смирновой, Г. Г. Омелянюка, Г. И. Бебешко [1] был представлен алгоритм валидации судебно-экспертных методик, которые включают количественные методики измерений. Были рассмотрены действующие общие (правовые) положения, подробно описаны параметры валидации и способы их определения. Публикация не касалась методик качественного анализа.

На наш взгляд, в метрологическом плане судебно-экспертные методики можно разделить на два типа: судебно-экспертные методики измерения (СЭМИ) и судебно-экспертные методики тестирования (СЭМТ).

СЭМИ представляет собой совокупность операций по количественному анализу объектов судебной экспертизы в целях решения экспертных задач. В СЭМИ выполняют определения, связанные с количественными измерениями тех или иных свойств объектов экспертизы. Под СЭМТ понимается совокупность операций по тестированию объектов судебной экспертизы в целях решения экспертных задач. Контролируемый показатель дает бинарный отклик, например, «наличие/отсутствие вещества», «совпадение/несовпадение признака» и т.п. Эти судебно-экспертные методики, как правило, включают установление совокупности признаков и (или) качественные реакции исследуемых объектов судебной экспертизы на конкретные воздействия при тестировании. При решении классификационных, идентификационных или диагностических экспертных задач СЭМИ и СЭМТ могут использоваться как порознь, так и вместе.

Алгоритм валидации СЭМ включает следующие операции:

- выбор параметров валидации (метрологических характеристик и показателей качества СЭМ);

- разработку схемы эксперимента по изучению параметров валидации;

- получение результатов эксперимента;

- расчеты и оценки параметров валидации с применением методов математической статистики.

Результат выполнения алгоритма — формулирование выводов и принятие решения о соответствии/несоответствии методики назначению и цели, составление протокола валидации.

Практика проведения валидации в лабораториях РФЦСЭ выявила ряд проблем и вопросов. Наибольшие сложности, особенно для СЭМТ, возникают при выборе параметров валидации, разработке валидационного эксперимента и выполнении статистических расчетов. Настоящая статья на конкретных примерах раскрывает методические подходы к расчету основных параметров валидации — показателей качества СЭМИ и СЭМТ.

Процедура валидации СЭМИ

Параметры валидации. На основании обобщения ряда статей и нормативных документов [2–9] для СЭМИ в качестве параметров оценивают:

- 1) метрологические характеристики или свойства СЭМИ — специфичность; линейность; диапазон определяемых величин; предел обна-

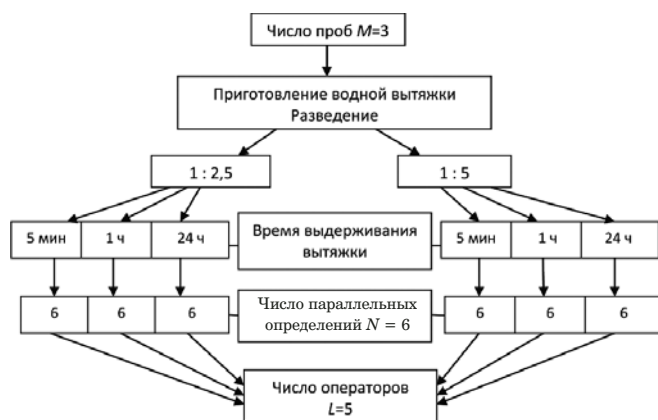


Рис. 1. Схема эксперимента по валидации СЭМИ «Определение pH и удельной электропроводности в объектах почвенно-геологического происхождения для проведения судебно-экологической экспертизы» [10]

Fig. 1. Scheme of the validation experiment for FMM “Determinations of pH and specific electrical conductivity in the samples of soil-geological origin for the conduction of forensic environmental examination” [10]

ружения или предел определения; чувствительность;

2) показатели качества — прецизионность, правильность, точность или неопределенность результата анализа.

Конкретный выбор параметров валидации зависит от типа методики, области ее применения и спецификации требований к проведению судебной экспертизы. В случае, когда в стандартизованную методику вносятся изменения, например, касающиеся области применения, условий проведения, замены средств измерений, материалов и реактивов, проводят валидацию в той части, в которую изменения были внесены. При этом вновь оценивают показатели качества СЭМИ.

Валидационный эксперимент всегда является компромиссом между ценой, риском и техническими возможностями. Он должен удовлетворять требованиям заказчика к точности и качеству анализа и учитывать риск получения ложных результатов.

Валидацию проводят с применением средств измерения, прошедших поверку, при строгом соблюдении требований, указанных в технической документации.

Необходимый объем экспериментальных исследований зависит от области применения экспертной методики, наличия доступной информации об исследуемом объекте, а также наличия в достаточном количестве соответствующих контрольных образцов (образцов для оценивания) с известными характеристиками. Главным требованием, предъявляемым к эксперименту, является получение представительной выборки измеряемых значений контролируемого показателя.

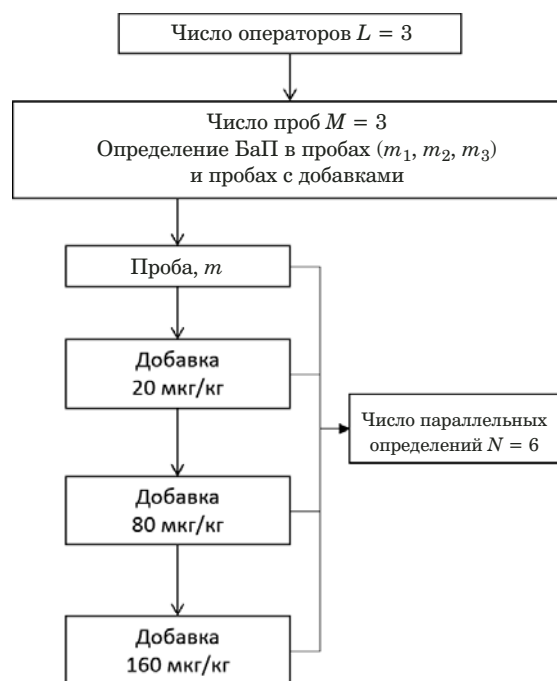


Рис. 2. Схема эксперимента по валидации СЭМИ «Определение бенз[а]пирена в объектах почвенно-геологического происхождения методом ВЭЖХ с флуориметрическим детектированием для проведения судебных эколого-почвоведческих экспертиз» [11]

Fig. 2. Scheme of the validation experiment for FMM “Determination of benzo[a]pyrene in the samples of soil-geological origin using HPLC with fluorometric detection for the conduction of forensic environmental examination” [11]

Порядок проведения эксперимента по изучению параметров валидации СЭМИ в соответствии с разработанным заранее планом может быть разным. Для наглядности порядок проведения эксперимента изображают в виде схемы (рис. 1, 2).

На рис. 1 представлена схема эксперимента по валидации СЭМИ с использованием контрольных образцов [10].

Поскольку в соответствующих регламентирующих нормативных документах условия приготовления водной вытяжки из исследуемых образцов почв существенно различались, СЭМИ унифицировали: уточнили степень разведения пробы и время выдерживания вытяжки. В связи с отсутствием в лаборатории на текущий момент времени необходимых стандартных образцов предварительно были отобраны контрольные образцы почв из реальных объектов. Для этих образцов установили опорные значения pH и удельной электропроводности (УЭП).

В эксперименте участвовали пять операторов ($L = 5$), каждый со своим набором реактивов и оборудования. Они в разное время проводили по 6 ($N = 6$) параллельных определений исследуемых параметров в трех пробах ($M = 3$). Анализировали две вытяжки с разным разведением

через 5 мин, 1 ч и 24 ч после приготовления — всего 6 вариаций условий анализа.

При повторной валидации унифицированной методики через год было установлено, что средние значения рН и УЭП в контрольных образцах почв находились в пределах интервала неопределенности принятых опорных значений. Это подтвердило пригодность унифицированной СЭМИ для проведения судебно-экологических экспертиз.

На рис. 2 представлена схема эксперимента по валидации СЭМИ [11] с использованием стандартных добавок.

СЭМИ [11] представляет собой модификацию стандартизированной методики [12]. Модификация касалась этапа твердофазной экстракции, для которой был выбран другой сорбент.

В результате валидации были оценены основные характеристики модифицированной методики (специфичность, линейность, предел обнаружения, диапазон определяемых концентраций) и показатели качества (прецизионность, правильность методики и неопределенность).

Для оценки прецизионности три контрольных образца почв ($M = 3$) с разным содержанием бенз[а]пирена (БаП) были разделены между тремя независимыми операторами ($L = 3$), которые выполнили по 3 параллельных измерения ($N = 3$). Каждый оператор анализировал пробы в разные дни в течение трех месяцев, использовал свой набор реактивов, оборудования и химической посуды.

Для оценки правильности в контрольную пробу с наименьшим содержанием БаП последовательно вводили 3 добавки стандартного раствора БаП, анализируя пробу до и после введения каждой добавки. В такой последовательности каждый оператор повторял анализ трижды.

Установлено, что неопределенность результатов определения БаП в стандартных добавках не превышала нормативы среднеквадратического отклонения (СКО) воспроизводимости стандартизированной методики. Это подтвердило пригодность СЭМИ для проведения судебных эколого-почвоведческих экспертиз.

Выполнение измерений и обработка результатов. С учетом конкретной схемы эксперимента процедура выполнения измерений включает:

подготовку к измерениям технических средств и, при необходимости, исследуемых образцов;

проведение экспертами измерений контролируемых показателей;

представление экспериментальных данных в виде сводных таблиц, содержащих результаты измерений;

расчеты параметров валидации СЭМИ.

Формулы, используемые в данной работе для расчетов, взяты из публикаций [13 – 15] и нормативно-технических документов [2 – 4].

Введем обозначения:

число исследуемых образцов для оценивания (ОО) $m = 1, \dots, M$;

число экспертов-операторов $l = 1, \dots, L$;

число дней, если измерения в условиях повторяемости выполняют в разные дни, $k = 1, \dots, K$;

число параллельных определений в условиях повторяемости $n = 1, \dots, N$.

Последовательность статистических расчетов.

1. Вначале рассчитывают среднее арифметическое x_{ml} и выборочную дисперсию S_{ml}^2 результатов единичного измерения в m -м ОО в условиях повторяемости.

2. Для исключения из полученных результатов грубых ошибок, или *промахов*, рассчитывают статистики Граббса

$$GR_{ml,\max} = \frac{x_{ml,\max} - x_{ml}}{S_{ml}} \text{ и } GR_{ml,\min} = \frac{x_{ml} - x_{ml,\min}}{S_{ml}},$$

которые сравнивают с критическим значением $GR_{\text{табл}}$ для числа степеней свободы ν , соответствующего числу серий результатов измерений (числу лабораторий или операторов). Значения $GR_{\text{табл}}$ приведены в приложении к РМГ 61–2010.

Если $GR_{ml,\max} > GR_{\text{табл}}$ или/и $GR_{ml,\min} > GR_{\text{табл}}$, то соответствующие результаты $x_{ml,\max}$ или $x_{ml,\min}$ из дальнейших расчетов исключают. Целесообразно исключать из расчетов не более двух результатов, в противном случае необходимо проанализировать полученные данные.

3. Для установления возможности объединения дисперсий S_{ml}^2 оценивают их *однородность* с использованием критерия Кохрена (G), если сравнивают между собой более двух дисперсий, или критерия Фишера (F) для двух дисперсий. При этом в первом случае сравнивают выборки с одинаковым числом измерений, во втором — с разным.

Критерий Кохрена рассчитывают по формуле:

$$G_{m(\max)} = \frac{(S_{m,l}^2)_{\max}}{\sum_{l=1}^L S_{m,l}^2},$$

где m — номер пробы, l — номер оператора.

Значение $G_{m(\max)}$ сравнивают с табличным для числа степеней свободы $\nu = N - 1$, соответствующего максимальной дисперсии, и f , соответствующего числу суммируемых дисперсий и принятой доверительной вероятности. Если при выбранном уровне 95 %-ной вероятности $G_{m(\max)} >$

$> G_{\text{табл}}$, то соответствующее значение $(S_{ml}^2)_{\text{max}}$ исключают из дальнейших расчетов. Целесообразно исключать из расчетов не более двух дисперсий.

Неисключенные выборочные дисперсии считают однородными, и, следовательно, результаты измерений можно объединять в одну совокупность.

Критерий Фишера рассчитывают по формуле: $F = S_1^2 / S_2^2$, при этом $S_1^2 > S_2^2$. Если $F < F_{\text{табл}}$, результаты измерений можно объединять в одну совокупность.

4. Далее по неисключенным значениям величин x_{ml} и S_{ml} рассчитывают общее среднее результатов измерений x_m и СКО разброса средних результатов (x_{ml}) относительно общего среднего значения — S_m^2 .

5. Рассчитывают СКО повторяемости результатов каждого эксперта (или СКО *повторяемости методики*) — $S_{r,m}$.

6. Используя значения величин S_m и $S_{r,m}$, рассчитывают СКО *воспроизводимости методики* — $S_{R,m}$.

7. Для оценки *правильности методики* рассчитывают значение смещения Θ как разность между общим средним значением x_m и аттестованным значением m -го ОО, а в случае использования добавок — разность между найденным средним значением в добавке и значением в стандартной добавке для m -го ОО.

8. Рассчитывают параметр неисключенной систематической погрешности или показатель правильности методики — $\Delta_{c,m}$.

9. Проверяют значимость смещения по критерию Стьюдента (t_m). Если оценка смещения незначима на фоне случайного разброса, в этом случае принимают $\Theta = 0$. Когда смещение значительно, может быть принято решение о введении поправки в результаты определения при реализации методики.

10. Оценка *точности результатов измерений* заключается в расчете расширенной неопределенности. Бюджет, как правило, включает неопределенность случайного разброса результатов $u(x_m)$, которая совпадает с $S_{R,m}$, и неопределенность смещения $\Delta_{c,m}$. Неопределенности подготовки проб к измерению (взвешивание, разбавление) и построения градуировочного графика, как правило, незначимы.

Формулы для расчета показателей качества СЭМИ приведены в табл. 1.

Следует отметить, что с использованием компьютерной программы Excel расчеты по формулам, приведенным в табл. 1, не представляют трудностей.

Процедура валидации СЭМТ

Общие сведения. СЭМТ, основанные на биарном отклике, широко применяются в экспертной практике судебной экспертизы и также требуют подтверждения пригодности и соответствия назначению.

Неопределенность в данном случае не может быть выражена так же, как в количественном анализе, т.е. как параметр, характеризующий дисперсию результатов, или в виде допустимого разброса прогнозируемого значения. Напротив, типичная форма неопределенности носит вероятностный характер и может быть выражена как вероятность принятия неверного решения или получения ложного результата.

Малую неопределенность СЭМТ или надежность тестирования чаще всего характеризуют низким уровнем ошибочных результатов, малой долей ложных (false) результатов в общем количестве тестирований.

Проблемы валидации, вопросы метрологии и терминологии качественных методик активно обсуждаются в отечественной и зарубежной печати [16 – 23]. Однако детализированные стандартизованные способы оценки надежности качественного тестирования пока не разработаны.

Параметры валидации. Для СЭМТ не оценивают линейность, рабочий диапазон и предел определения, а оценивают наиболее критические моменты: надежность (reliability) СЭМТ, компетентность эксперта и в отдельных случаях — предел обнаружения (LoD). Когда целью анализа является определение наличия или отсутствия конкретного вещества, необходимо определить минимальную концентрацию, которая может быть обнаружена.

В настоящей работе, основываясь на указанных публикациях, надежность методики и компетентность экспертов также характеризовали долями ложноположительных и отрицательных результатов тестирования.

Валидационный эксперимент выполняют для подтверждения воспроизводимости результатов тестирования путем многократной реализации СЭМТ несколькими экспертами в разное время. При этом используют образцы тестирования (ОТ) с известными контролируемыми показателями. Для валидации СЭМТ, позволяющих решать классификационные задачи установления наличия/отсутствия компонента, например, конкретного токсиканта, образцами тестирования являются пробы двух видов: с содержанием данного токсиканта выше допустимого предела и холостые пробы, заведомо его не содержащие. Для СЭМТ, устанавливающих наличие/отсутствие конкретной совокупности признаков, в каче-

стве ОТ используют образцы, в которых тестируемые признаки регламентированы.

Сличение результатов тестирования ОТ, полученных судебными экспертами, с соответствующими известными показателями ОТ позволяет сделать вывод о правильном или ложном результате. При этом ошибки могут быть как в содержащих токсикант, так и в холостых пробах. Различают ложные/правильные положительные результаты, получаемые в пробах с токсикантом, и ложные/правильные отрицательные результаты, получаемые в холостых пробах.

На рис. 3 представлена схема эксперимента валидации СЭМТ «Микроскопическое исследование текстильных волокон» [24]. В эксперименте

оценивали набор внешних признаков 11 разнообразных контрольных образцов волокон. Участвовали четыре эксперта-оператора, которые в разное время провели микроскопическое исследование наличия/отсутствия во всех образцах 100 внешних признаков: 36 признаков — в наличии, 64 — отсутствуют.

В зафиксированных экспертами результатах тестирования правильный положительный результат (ПП) означал, что наличие признака было установлено правильно, а ложноположительный результат (ЛП) — ложное наличие признака. Правильный отрицательный результат (ПО) означал, что правильно установлено отсут-

Таблица 1. Наименования, обозначения и формулы для расчета статистических параметров

Table 1. Items, designations, and formulas for calculation of the statistical parameters

Вычисляемый параметр	Формула для расчета
Прецизионность методики	
Среднее арифметическое результатов единичных определений в условиях повторяемости, x_{ml}	$x_{ml} = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N x_{mln}$
Выборочная дисперсия результатов определения в m -м ОО в условиях повторяемости, S_{ml}^2	$S_{ml}^2 = \frac{1}{N-1} \sum_{n=1}^N (x_{mln} - x_{ml})^2$
Число неотброшенных серий результатов, L'	L' — общее число серий результатов за вычетом числа отброшенных серий. Общее число серий результатов совпадает с числом операторов L или, если повторяемость оценивают в течение нескольких дней (K), равна LK
Общее среднее результатов определений, полученных в условиях воспроизводимости, x_m	$x_m = \frac{1}{L'} \sum_{l=1}^{L'} x_{ml}$
Дисперсия разброса средних арифметических результатов (x_{ml}) относительно общего среднего значения (x_m), S_m^2	$S_m^2 = \frac{1}{L'-1} \sum_{l=1}^{L'} (x_{ml} - x_m)^2$
Среднеквадратическое отклонение (СКО) повторяемости результатов определений каждого эксперта или СКО повторяемости методики, $S_{r,m}$	$S_{r,m} = \sqrt{\frac{1}{L'} \sum_{l=1}^{L'} S_{ml}^2}$
СКО воспроизводимости методики, $S_{R,m}$	$S_{R,m} = \sqrt{S_m^2 + \left(1 - \frac{1}{N}\right) S_{r,m}^2}$
Правильность методики	
Смещение, Θ_m	$\Theta_m = x_m - C_m$, где C_m — аттестованное значение в m -м стандартном образце или в стандартной добавке
Параметр значимости смещения, t_m	$t_m = \frac{ \Theta }{\sqrt{S_m^2/L' + \Delta_{0,m}^2/3}}$, где $\Delta_{0,m}$ — погрешность аттестованного значения для ОО
Показатель правильности методики* (границы, в которых систематическая погрешность методики находится с принятой вероятностью), $\Delta_{c,m}$	$\Delta_{c,m} = 1,96 \sqrt{\frac{S_m^2}{L'} + \frac{\Delta_{0,m}^2}{3}} = 1,96 \sigma_{c,m}$ ($\sigma_{c,m}$ — СКО неисключенной систематической погрешности методики для m -го ОО)
Неопределенность результата определения	
Неопределенность результата определения*, $u_{c,m}$	$u_{c,m} = \sqrt{S_{R,m}^2 + (\sigma_{c,m})^2}$
Расширенная неопределенность результата определения*, U	$U = 2u_{c,m}$
Результат определения*	$x \pm U$

Примечание. Параметры со значком * вычисляют при доверительной вероятности 95 % и числе измерений $N \geq 6$.

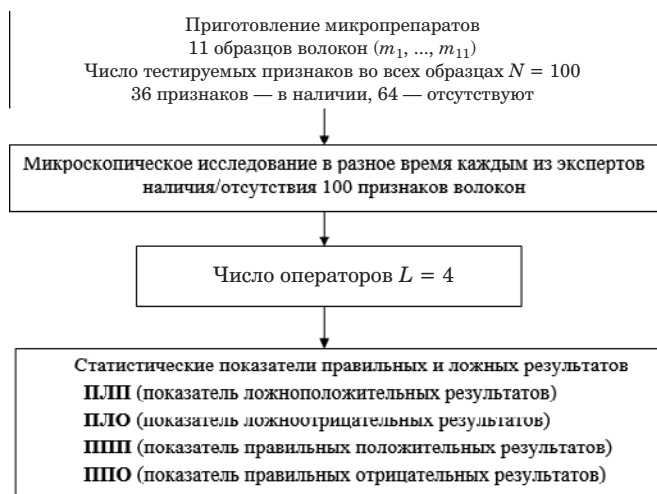


Рис. 3. Схема эксперимента по валидации СЭМТ «Микроскопическое исследование текстильных волокон» [24]

Fig. 3. Scheme of the validation experiment for FMT «Microscopic study of textile fibers» [24]

ствие признака, а ложноотрицательный результат (ЛО) — ложное отсутствие признака.

Для записи результатов испытаний разрабатывают и размещают в локальной сети лаборатории таблицу в электронной форме. В таблицах с перечнем известных признаков ОТ и в таблицах результатов тестирования, полученных экспертами, наличие признака обозначается знаком «+», отсутствие — знаком «-».

В результате проведенного эксперимента было установлено, что вероятности ложных результатов по СЭМТ в целом не превышают 2,2 %, а вероятности ложных результатов у каждого из экспертов не превышают 3,1 %. Это позволило сделать вывод о высокой надежности методики и достаточной компетентности судебных экспертов.

Формулы для расчета показателей качества СЭМТ. Единообразные формулы для расчета показателей или долей ложных результатов

представить затруднительно. Сложности связаны с особенностями проводимого тестирования: положительные и отрицательные результаты могут относиться как к одному и тому же определяемому признаку в разных пробах (исследуемая и холостая), так и к набору отсутствующих/присутствующих независимых признаков в одной и той же пробе. Кроме того, доли ложных положительных/отрицательных результатов могут рассчитываться по отношению к общему числу действительно положительных/отрицательных результатов или к общему числу полученных положительных/отрицательных результатов [16].

Показатели (или частота) соответствующих результатов тестирования по сути носят вероятностный характер. Для расчета вероятностей использовали формулы, приведенные в работах [16, 21].

Итоги валидационного эксперимента рекомендуется представлять в виде сводной таблицы, в частности, как в табл. 2 для рассматриваемой методики [11].

Рассчитаем показатель (вероятность) ложных результатов для случая наличия признаков как отношение числа ложноположительных результатов к общему числу полученных ложноположительных и правильных положительных результатов: $ПЛП = (3/132 + 3) \cdot 100 = 2,2 \%$.

Аналогично рассчитаем вероятность ложноотрицательных результатов для случая отсутствия признаков: $ПЛО = (3/262 + 3) \cdot 100 = 1,1 \%$.

Вероятность правильных результатов для случая наличия признаков $ППП = (132/132 + 3) \cdot 100 = 97,8 \%$, для случая отсутствия признаков $ППО = (262/262 + 3) \cdot 100 = 98,9 \%$.

В табл. 3 приведены оценки компетентности каждого из экспертов, рассчитанные по данным табл. 2.

Для оценки пригодности СЭМТ может быть использовано также отношение правдоподобия (likelihood ratio), которое обозначается как LR .

Таблица 2. Результаты эксперимента по валидации СЭМТ «Микроскопическое исследование текстильных волокон» (общее число признаков во всех образцах тестирования $N = 100$)

Table 2. Results of the validation experiment for «Microscopic examination of textile fibers» (the total number of signs in all test samples $N = 100$)

Вид результата	Число результатов у каждого эксперта				Всего результатов (у всех экспертов)
	А	Б	В	Г	
Положительные результаты (+) — наличие признаков					
ПП (правильный положительный)	34	32	33	33	132
ЛП (ложноположительный)	0	1	1	1	3
Отрицательные результаты (–) — отсутствие признаков					
ПО (правильный отрицательный)	66	66	65	65	262
ЛО (ложноотрицательный)	0	1	1	1	3
Всего	100	100	100	100	400

Таблица 3. Вероятности ложных результатов у каждого из экспертов**Table 3.** Probability of false results for each expert

Наименование вероятностей	Вероятности ложных результатов, %			
	Эксперты			
	А	Б	В	Г
ПЛП (показатель ложноположительных результатов)	0	3,1	2,9	2,9
ПЛО (показатель ложноотрицательных результатов)	0	1,5	1,5	1,5

С математической точки зрения LR является отношением вероятностей двух взаимоисключающих событий, которые образуют полную группу событий, вероятность которой равна 1. Чем больше значение LR , тем более вероятно событие в числителе по сравнению с вероятностью события в знаменателе. При значении $LR = 1$ события равновероятны.

В приведенном выше примере валидации СЭМТ наличие признаков (положительные результаты) обозначим как событие А, отсутствие признаков (отрицательные результаты) — как событие В, а совокупное наличие одних признаков и отсутствие других — как событие АВ. Наибольший интерес представляет расчет LR_{AB} — отношения правдоподобия для совокупности наличия одних признаков и отсутствия других.

Вероятность ложного результата события АВ равна сумме вероятностей ПЛП и ПЛО ($0,022 + 0,011 = 0,033$), так как результат события АВ будет ложным тогда, когда хотя бы одно из событий (А или В) является ложным. Вероятность правильного результата события АВ равна произведению вероятностей ППП и ППО ($0,978 \cdot 0,989 = 0,967$), так как события А и В независимы и происходят одновременно. Правильные и ложные результаты для совокупности наличия/отсутствия признаков являются взаимоисключающими событиями, поэтому справедливо выражение:

$$ППП \cdot ППО = 1 - (ПЛП + ПЛО).$$

Отношение правдоподобия для совокупности наличия и отсутствия признаков $LR_{AB} = (1 - 0,033)/0,033 = 29,3$.

По найденному значению LR_{AB} можно сделать вывод, что вероятность правильного результата установления совокупности наличия и отсутствия признаков в 29,3 раза выше вероятности ложного результата, что указывает на надежность СЭМТ.

По значениям вероятностей правильных и ложных результатов тестирования, полученных всеми экспертами, а также по найденным значениям LR можно судить о надежности СЭМТ в целом, а по значениям вероятностей ложных ре-

зультатов у каждого из экспертов — о компетентности конкретного эксперта.

Заключение

Таким образом, в настоящей работе предпринята попытка обозначить и продемонстрировать методические подходы к решению вопросов валидации судебно-экспертных методик, связанных с расчетами показателей качества СЭМИ и СЭМТ. Однако отметим, что в отношении СЭМИ достаточно тщательно и подробно разработаны приемы оценки параметров валидации, в то время как оценка параметров валидации СЭМТ требует дальнейших уточнений и исследований.

ЛИТЕРАТУРА

1. Смирнова С. А., Омелянюк Г. Г., Бебешко Г. И. Методические подходы к проведению валидации судебно-экспертных методик, включающих методики измерений (МИ) / Теория и практика судебной экспертизы. 2012. № 1(25). С. 50 – 62.
2. ГОСТ Р ИСО 5725–2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Ч. 1 – 6. — М.: Изд-во стандартов, 2002.
3. РМГ-61–2010. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки — М.: Стандартинформ, 2013. — 59 с.
4. Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК, QUAM:2012.P1RU. Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях / Пер. с англ. — СПб.: ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, 2012. — 158 с.
5. Смирнова С. А., Омелянюк Г. Г., Усов А. И., Бебешко Г. И. Специфика применения основных терминов и определений международного стандарта ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 к деятельности судебно-экспертных лабораторий / Теория и практика судебной экспертизы. 2012. № 2(26). С. 57 – 67.
6. Панева В. И. Оценка пригодности методик количественного анализа в лаборатории / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2008. Т. 74. № 8. С. 68 – 72.
7. Причард Э., Барвик В. Контроль качества в аналитической химии. Пер. с англ. под ред. И. В. Болдырева — СПб.: Профессия, 2011. С. 107 – 235.
8. Международный словарь по метрологии / Всерос. науч.-исслед. ин-т метрологии им. Д. И. Менделеева, Белорус. гос. ин-т метрологии. — СПб.: НПО «Профессионал», 2010. — 82 с.
9. ISO Guide 99–2007. International vocabulary of metrology. Basic and general concepts and associated terms (VIM). <http://www.iso.org/standard/45324.html>.
10. Бебешко Г. И., Омелянюк Г. Г., Никулина М. В., Валитова А. Р. Практика валидации методики определения pH и удельной электропроводности в объектах почвенно-геологического происхождения для производства судебно-экологической экспертизы при отсутствии стандартных образцов /

- Теория и практика судебной экспертизы. 2017. Т. 12. № 2. С. 66 – 74.
11. **Смирнова С. А., Омелянюк Г. Г., Бебешко Г. И., Юдин Н. В.** Опыт валидации методики измерений «Определение концентрации бенз(а)пирена в объектах почвенно-геологического происхождения методом ВЭЖХ с флуориметрическим детектированием» для производства судебных эколого-почвоведческих экспертиз / Теория и практика судебной экспертизы. 2012. № 3(27). С. 79 – 91.
 12. МУК 4.1.1274–03. Методы контроля. Химические факторы. Измерение массовой доли бенз(а)пирена в пробах почв, грунтов, донных отложений и твердых отходов методом ВЭЖХ с использованием флуориметрического детектора. — М.: Минздрав России.
 13. **Doerffel K.** Analytical science — a discipline between chemistry and metrology / Fresenius J. Anal. Chem. 1998. Vol. 363. N 5. P. 393 – 394.
 14. **Дюерфель К.** Статистика в аналитической химии / Пер. с нем. под ред. В. В. Налимова — М.: Мир, 1994. — 247 с.
 15. **Gauthier T. D.** Statistical methods / Introduction to environmental forensics. Ed. by B. L. Murphy and R. D. Morrison — London: Elsevier, 2004. Ch. 10. P. 391 – 428.
 16. EUACHEM/CITAC Guide. The Expression of Uncertainty in Qualitative Testing/ Committee Draft. September 2003. LGCN/VAM/2003/048/.
 17. **Pulido A., Ruisainchez I., Boquei R., Rius F. X.** Uncertainty of results in routine qualitative analysis / Trends Anal. Chem. 2003. Vol. 22. N 10. P. 647 – 654. DOI: 10.1016/S0165-9936(03)01104-X.
 18. **Ellison S. L. R., Fearn T.** Characterizing the performance of qualitative analytical methods: Statistics and terminology / Trends Anal. Chem. 2005. Vol. 24. N 6. P. 468 – 476. DOI: 10.1016/j.trac.2005.03.007.
 19. **Trullols E., Ruisachez I., Rius F. X., Huguet J.** Validation of qualitative methods of analysis that use control samples / Trends Anal. Chem. 2004. Vol. 23. N 2. P. 137 – 145. DOI: 10.1016/j.trac.2005.03.007.
 20. **Пантелеймонов А. В., Никитина Н. А., Решетняк Е. А. и др.** Методики качественного анализа с бинарным откликом: метрологические характеристики и вычислительные аспекты / Методы и объекты химического анализа. 2008. Т. 3. № 2. С. 128 – 146.
 21. **Мильман Б. Л.** Введение в химическую идентификацию. — СПб.: ВВМ, 2008. — 179 с.
 22. **Мильман Б. Л., Конопелько Л. А.** Неопределенность результатов качественного химического анализа. Общие положения и бинарные тест-методы / Журн. аналит. химии. 2004. Т. 59. № 12. С. 1244 – 1258.
 23. **Mil'man B. L.** Identification of chemical compounds / Trends Anal. Chem. 2005. Vol. 24. N 6. P. 493 – 508. DOI: 10.1016/j.trac.2005.03.013.
 24. **Смирнова С. А., Бебешко Г. И., Любetskaya И. П. и др.** Вероятностная оценка пригодности судебно-экспертной методики «Микроскопическое исследование текстильных волокон» / Теория и практика судебной экспертизы. 2019. Т. 14. № 2. С. 92 – 99. DOI: 10.30764/1819-2785-2019-14-2-92-99.
 - definitions of the international standard GOST ISO/IEC 17025–2009 in forensic science laboratories / Teor. Prakt. Sud. Ékspert. 2012. N 2(26). P. 57 – 67 [in Russian].
 6. **Paneva V. I.** Assessment of the suitability of quantitative analysis methods in the laboratory / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2008. Vol. 74. N 8. P. 68 – 72 [in Russian].
 7. **Prichard E., Barwik V.** Quality assurance in analytical chemistry. — Wiley, 2007. — 316 p.
 8. International vocabulary of metrology. — St. Petersburg: Professional, 2010. — 82 p. [in Russian].
 9. ISO Guide 99–2007. International vocabulary of metrology. Basic and general concepts and associated terms (VIM). <http://www.iso.org/standard/45324.html>.
 10. **Bebeshko G. I., Omelianyuk G. G., Nikulina M. V., Valitova A. R.** A practice of validation of method of determination of pH and specific electrical conductivity in the objects of soil-geological origin for production of forensic environmental examination in the absence of standard samples / Teor. Prakt. Sud. Ékspert. 2017. Vol. 12. N 2. P. 66 – 74 [in Russian].
 11. **Smirnova S. A., Omelianyuk G. G., Bebeshko G. I., Yudin N. V.** The experience of validation of measurement method “The determination of benzo(a)pyrene concentration in the objects of soil-geological origin by means of HPLC fluorimetry detecting method” for production of forensic environmental examination / Teor. Prakt. Sud. Ékspert. 2012. N 3(27). P. 79 – 91 [in Russian].
 12. Metodical Regulations MUK 4.1.1274–03. Test methods. Chemical factors. Measurement of the mass fraction of benz(a)pyrene in soil, sediment and solid waste samples by HPLC using a fluorimetric detector. — Moscow: Minzdrav Rossii [in Russian].
 13. **Doerffel K.** Analytical science — a discipline between chemistry and metrology / Fresenius J. Anal. Chem. 1998. Vol. 363. N 5. P. 393 – 394.
 14. **Doerffel K.** Statistics in analytical chemistry / Translated from German by V. V. Nalimov (ed.). — Moscow: Mir, 1994. — 247 p. [Russian translation].
 15. **Gauthier T. D.** Statistical methods / Introduction to environmental forensics. Ed. by B. L. Murphy and R. D. Morrison — London: Elsevier, 2004. Ch. 10. P. 391 – 428.
 16. EUACHEM/CITAC Guide. The Expression of Uncertainty in Qualitative Testing/ Committee Draft. September 2003. LGCN/VAM/2003/048/.
 17. **Pulido A., Ruisainchez I., Boquei R., Rius F. X.** Uncertainty of results in routine qualitative analysis / Trends Anal. Chem. 2003. Vol. 22. N 10. P. 647 – 654. DOI: 10.1016/S0165-9936(03)01104-X.
 18. **Ellison S. L. R., Fearn T.** Characterizing the performance of qualitative analytical methods: Statistics and terminology / Trends Anal. Chem. 2005. Vol. 24. N 6. P. 468 – 476. DOI: 10.1016/j.trac.2005.03.007.
 19. **Trullols E., Ruisainchez I., Rius F. X., Huguet J.** Validation of qualitative methods of analysis that use control samples / Trends Anal. Chem. 2004. Vol. 23. N 2. P. 137 – 145. DOI: 10.1016/j.trac.2005.04.001.
 20. **Panteleimonov A. V., Nikitina N. A., Reshetnyak E. A., et al.** Binary response procedures of qualitative analysis: methodological characteristics and calculation aspects / Met. Ob'ekty Khim. Analiza. 2008. Vol. 3. N 2. P. 128 – 146 [in Russian].
 21. **Mil'man B. L.** Introduction to forensic identification. — St. Petersburg: VVM, 2008. — 179 p. [in Russian].
 22. **Mil'man B. L., Konopel'ko L. A.** Uncertainty of qualitative chemical analysis: General methodology and binary test methods / J. Anal. Chem. 2004. Vol. 59. N. 12. P. 1128 – 1141. DOI: 10.1023/B:SANC.0000049712.88066.e7.
 23. **Mil'man B. L.** Identification of chemical compounds / Trends Anal. Chem. 2005. Vol. 24. N 6. P. 493 – 508. DOI: 10.1016/j.trac.2005.03.013.
 24. **Smirnova S. A., Bebeshko G. I., Lyubetskaya I. P., et al.** Probability-Based Validation of the Forensic Method “Microscopic Analysis of Textile Fibers” / Teor. Prakt. Sud. Ékspert. 2019. Vol. 14. N 2. P. 92 – 99. DOI: 10.30764/1819-2785-2019-14-2-92-99 [in Russian].

REFERENCES