МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО МЕЖГОСУДАРСТВЕННОЙ СТАНДАРТИЗАЦИИ

РМГ 58— 2003

Государственная система обеспечения единства измерений

ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РАБОТЫ ИСПЫТАТЕЛЬНОЙ ЛАБОРАТОРИИ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ И ПРОДОВОЛЬСТВЕННОГО СЫРЬЯ

Методика внешнего контроля точности результатов испытаний

Издание официальное

Москва
ИПК Издательство стандартов
2004

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—97 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о рекомендациях

1 РАЗРАБОТАНЫ Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»), Институтом питания РАМН

2 ВНЕСЕНЫ Госстандартом России

3 ПРИНЯТЫ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 23 от 22 мая 2003 г.)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азгосстандарт
Армения	AM	Армгосстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Госстандарт России
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узгосстандарт
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 Настоящие рекомендации разработаны на основе методики МИ 2417—97 «Государственная система обеспечения единства измерений. Оценка качества работы испытательной лаборатории продовольственного сырья и пищевых продуктов. Методика внешнего контроля точности результатов испытаний» и учитывают основные положения следующих документов: Руководство ИСО/МЭК 2:1996 «Стандартизация и смежные виды деятельности. Общий словарь», Руководство ИСО/МЭК 17025:1999 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий», ГОСТ 8.315—97 «Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения», РМГ 57—2003 «Государственная система обеспечения единства измерений. Образцы для контроля точности результатов испытаний пищевой продукции. Общие положения», ГОСТ 8.010—90 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений»

5 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 30 января 2004 г. № 46-ст РМГ 58—2003 введены в действие непосредственно в качестве рекомендаций по метрологии Российской Федерации с 1 июля 2004 г.

6 ВВЕДЕНЫ ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящим рекомендациям публикуется в указателе (каталоге) «Национальные стандарты», а текст изменений — в информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящих рекомендаций соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»

© ИПК Издательство стандартов, 2004

В Российской Федерации настоящие рекомендации не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО МЕЖГОСУДАРСТВЕННОЙ СТАНДАРТИЗАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РАБОТЫ ИСПЫТАТЕЛЬНОЙ ЛАБОРАТОРИИ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ И ПРОДОВОЛЬСТВЕННОГО СЫРЬЯ

Методика внешнего контроля точности результатов испытаний

State system for ensuring the uniformity of measurements. Evaluation of the working quality of foodstuff testing laboratory. Methods for development of the external control of test results accuracy

Дата введения — 2004—07—01

1 Область применения

Настоящие рекомендации определяют один из возможных способов внешнего контроля точности результатов испытаний, выполняемых лабораториями пищевых продуктов (ПП) и продовольственного сырья (ПС), содержат порядок организации контроля и способы обработки его результатов.

Рекомендации предназначены для:

- организаций, осуществляющих внешний контроль качества работы лабораторий;
- лабораторий, осуществляющих испытания ПП и ПС, в том числе для целей обязательного подтверждения соответствия, при их участии в процедуре внешнего контроля в соответствии с настоящими рекомендациями;
- органов, осуществляющих аккредитацию испытательных лабораторий (центров) ПП и ПС (далее — лаборатории) и инспекционный контроль над ними.

Результаты контроля, полученные в соответствии с настоящими рекомендациями, могут быть приняты во внимание при проведении метрологического надзора, осуществляемого органами государственной метрологической службы и метрологическими службами федеральных органов исполнительной власти.

Рекомендации не распространяются на контроль качества испытаний, выполняемых методами микробиологического и качественного химического анализов (например, определение групп бактерий, патогенной микрофлоры и т.п.).

2 Нормативные ссылки

В настоящих рекомендациях использованы ссылки на следующие межгосударственные документы:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 8.532—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ

РМГ 57—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Образцы для контроля точности результатов испытаний пищевой продукции. Общие положения

РМГ 60—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

Примечание — При использовании настоящими рекомендациями целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящими рекомендациями следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Общие положения

3.1 Целями внешнего контроля, осуществляемого в соответствии с настоящими рекомендациями, являются оценка точности результатов испытаний, получаемых испытательной лабораторией ПП и ПС, и выводы о качестве работы лаборатории на основе этой оценки.

3.2 Подготовку и проведение контроля осуществляет организация-координатор, технически компетентная в этой области деятельности, независимая от контролируемой лаборатории и гарантирующая конфиденциальность результатов контроля (далее — координатор).

3.3 В зависимости от решаемых задач и сферы использования результатов контроля координатора назначает (признает) соответствующий компетентный орган (метрологические службы федеральных органов исполнительной власти, метрологические службы юридических лиц или их объединений, аккредитующие органы и т.п.).

3.4 Участие лаборатории в процедуре контроля является добровольным.

3.5 Предлагаемый способ контроля основан на постоянном периодическом выполнении в контролируемой лаборатории испытаний образцов для контроля (ОК), специально приготовленных (приобретенных) координатором. Периодичность проведения контроля (1 раз в 3—12 мес) устанавливает координатор.

3.6 В качестве ОК могут быть использованы государственные стандартные образцы состава ПП и ПС по ГОСТ 8.315, аттестованные смеси состава ПП и ПС по РМГ 60, специальные образцы для проведения межлабораторных сравнительных испытаний по РМГ 57.

4 Порядок организации и проведения контроля

4.1 Контроль проводят на основании договора между координатором и контролируемой лабораторией.

4.2 После заключения договора испытательной лаборатории (ИЛ) присваивают код, известный только координатору и не могущий быть раскрытым без ведома ИЛ. Код ИЛ меняют в каждой серии рассылки ОК.

4.3 Координатор обеспечивает изготовление (или приобретение) ОК надлежащего качества и в необходимом количестве.

4.4 Координатор в установленный период контроля направляет в лабораторию серию из не менее чем двух ОК с установленным значением контролируемого показателя в зашифрованном виде (далее — закрытые ОК). При этом для проведения внутреннего контроля точности результатов испытаний лаборатории могут быть предложены ОК, значения метрологических характеристик (аттестованное значение и погрешность его установления) которых сообщают лаборатории (далее — открытые ОК).

Примечания

1 В каждом ОК может быть установлено содержание нескольких контролируемых показателей.

2 Использование только одного открытого или закрытого ОК нежелательно из-за возможного грубого промаха в анализе.

3 Целесообразно, чтобы содержание контролируемого показателя в каждой последующей серии закрытых ОК, предоставляемой одной и той же лаборатории, отличалось от содержания этого показателя в предыдущей серии. Кроме того, рекомендуется принять меры для предотвращения преднамеренного или случайного угадывания.

4 С целью подготовить ОК для последующего контроля в число направляемых в лабораторию образцов могут дополнительно быть включены образцы, в которых значение контролируемого показателя предварительно не установлено.

В этом случае, если контроль проводят одновременно в нескольких лабораториях, значение контролируемого показателя в одном или нескольких закрытых ОК может быть установлено непосредственно по результатам контроля в соответствии с ГОСТ 8.532.

4.5 Координатор информирует лабораторию о материале ОК, показателях, подлежащих определению, условиях хранения и сроках годности ОК.

4.6 После получения ОК лаборатория для самопроверки проводит испытания открытых ОК (либо других ОК с установленными метрологическими характеристиками, имеющихся в лаборатории). Обработку полученных результатов лаборатория выполняет в соответствии с разделом 5 настоящих рекомендаций.

4.7 Испытания закрытых ОК проводят в ИЛ в течение двух недель со дня получения.

Примечание — При испытаниях ОК рекомендуется использовать методики испытаний, допущенные к применению в установленном порядке. Величины навесок, способ подготовки проб и способ расчета результатов должны соответствовать установленным в использованной методике. Все отклонения от методики описывают в протоколе. Выполняют два параллельных определения контролируемого показателя в каждом ОК, если иное не предусмотрено в прописи методики.

4.8 Протокол результатов испытаний закрытых ОК высылают координатору в течение двух недель после проведения испытаний. В протоколе указывают:

- наименование лаборатории;
- шифр ОК;
- объект испытаний и показатели;
- использованную методику испытаний и отклонения от нее;
- метод испытаний;
- результаты параллельных определений в единицах величин, предусмотренных методикой;
- результат испытаний (среднее арифметическое из результатов параллельных определений);
- дату проведения испытаний;
- фамилии и инициалы заведующего лаборатории и исполнителя (с их подписями).

4.9 Координатор проводит обработку результатов испытаний закрытых ОК в соответствии с разделом 5 настоящих рекомендаций.

4.10 Координатор высылает лаборатории выводы по результатам качества ее работы при испытаниях каждой серии ОК. Выводы сообщают ИЛ строго конфиденциально, и без ее согласия они не могут быть опубликованы или переданы кому-либо, в том числе контролирующей организации, так же как не может быть расшифрован код лаборатории или шифр испытанного ею образца.

Примечание — В том случае, если серия ОК была разослана в несколько ИЛ, лаборатории могут быть сообщены результаты, полученные в других лабораториях (без указания наименований лабораторий), что позволит ИЛ сравнить свои результаты с результатами других лабораторий.

4.11 Координатор информирует ИЛ о сомнениях по результатам испытаний, если они возникли, консультирует, дает рекомендации по улучшению работы, высылает (по возможности) имеющиеся в наличии ОК для проведения в лаборатории внутреннего контроля, а также принимает другие меры, приводящие к повышению качества работы ИЛ.

5 Оценка качества работы лаборатории

5.1 Оценка качества результатов испытаний лаборатории по значению Z-индекса

5.1.1 Для каждого из результатов испытаний закрытых ОК, полученного в каждой лаборатории, координатор вычисляет значение Z-индекса (Z) по формуле

$$Z = (X - m)/\sigma(\Delta), \qquad (1)$$

где X — результат испытания, представленный лабораторией;

m — аттестованное значение ОК;

$\sigma(\Delta)$ — значение среднего квадратического отклонения погрешности результатов испытаний, установленное в методике испытаний, которую использовала лаборатория для получения результата испытаний, и соответствующее аттестованному значению ОК.

Примечания

1 В том случае, если значение $\sigma(\Delta)$ в методике испытаний не установлено, координатор рассчитывает его (до оценки качества работы лаборатории) на основе других характеристик погрешности (или ее составляющих), установленных в методике.

2 В том случае, если в методике не установлены метрологические характеристики, координатор может определить (до оценки качества работы лаборатории) значение $\sigma(\Delta)$ на основе результатов предшествующих межлабораторных испытаний ОК одного и того же типа или (в относительных единицах)* из уравнения Горвитца: $\sigma(\delta) = 2m'^{0,8495}$, где m' — аттестованное значение ОК в массовых долях, %.

3 В том случае, если ОК аттестуют по результатам испытаний ОК лабораториями — участниками внешнего контроля, аттестацию ОК проводят с учетом алгоритмов ГОСТ 8.532 до оценки качества работы лаборатории.

---

* Для обозначения характеристик относительной погрешности символ Δ заменяют на δ: $\Delta = \frac{\delta}{100} m$.

5.1.2 Значения Z-индекса вычисляют для каждого ОК и для каждого показателя. Например, если лаборатория представила данные по содержанию шести элементов в двух закрытых образцах, то вычисляют 12 Z-индексов.

5.1.3 Качество результата испытаний по контролируемому показателю считают:

- удовлетворительным, если $|Z| \le 2$;
- сомнительным и подлежащим дополнительной проверке, если $2 < |Z| \le 3$;
- неудовлетворительным, если $|Z| > 3$.

5.2 Оценка качества работы лаборатории в целом

5.2.1 Если лаборатория выполнила определение нескольких показателей в одном образце, одного показателя в нескольких образцах или нескольких показателей в нескольких образцах, для общей характеристики работы лаборатории координатор может провести дополнительную статистическую обработку. Она направлена как на выявление возможной систематической ошибки в работе лаборатории, так и на оценку качества работы лаборатории в целом. Поскольку причиной систематической ошибки может являться как метод испытаний, так и природа объекта испытаний, проверку обычно проводят в обоих направлениях. Вычисления проводят для показателей, определяемых по одному и тому же методу испытаний или имеющих одну и ту же процедуру пробоподготовки.

5.2.2 Проверку возможности систематической ошибки в работе лаборатории проводят путем вычисления среднего Z-индекса — RSZ по формуле

$$RSZ = \sum_{i=1}^{n} Z_i / \sqrt{n}, \qquad (2)$$

где $\sum_{i=1}^{n} Z_i$ — сумма Z-индексов, вычисленная в зависимости от поставленной задачи (по всем определенным показателям в одном ОК, по одному и тому же показателю в разных ОК или по всем ОК и всем определяемым показателям) с учетом знака каждого Z-индекса;

n — число Z-индексов. Например, при испытаниях двух образцов на 6 токсичных элементов $n = 12$.

5.2.3 Если для рассматриваемой серии Z-индексов $|RSZ| \le 2$, то систематическая ошибка в контролируемом направлении работы* у лаборатории отсутствует. В этом случае работу лаборатории признают удовлетворительной. При $2 < |RSZ| \le 3$ получаемые лабораторией результаты испытаний в контролируемом направлении считают сомнительными. При $|RSZ| > 3$ в работе лаборатории наблюдается систематическая ошибка, связанная с применяемым методом испытаний, с природой объекта испытаний или другими причинами, подлежащими выяснению. Работу лаборатории в контролируемом направлении при этом признают неудовлетворительной.

5.2.4 Проверку качества работы в лаборатории в целом проводят путем вычисления суммы квадратов всех Z-индексов — SSZ по формуле

$$SSZ = \sum_{i=1}^{n} Z_i^2, \qquad (3)$$

где n — число Z-индексов.

Качество работы лаборатории признают удовлетворительным, если SSZ не превышает значение h_1. Если SSZ находится в интервале от h_1 до h_2, качество работы лаборатории вызывает сомнения. Качество работы лаборатории признают неудовлетворительным, если SSZ превышает значение h_2. Значения h_1 и h_2 приведены в таблице 1**.

5.3 Координатор вправе использовать иные способы обработки, позволяющие выявить возможные причины получения неудовлетворительных результатов работы лаборатории.

---

* Определение группы показателей состава группы объектов испытаний с использованием метода испытаний и процедуры пробоподготовки, результаты которых объединяют при расчете RSZ.

** Значения h_1 и h_2 для $n > 12$ могут быть определены по таблицам процентных точек распределения χ^2 для доверительной вероятности 95 % и 99,9 % соответственно ([1]).

Таблица 1 — Значения h_1 и h_2 в зависимости от числа Z-индексов

n	h_1	h_2
2	6,0	13,8
3	7,8	16,3
4	9,5	18,5
5	11,1	20,5
6	12,6	22,5
7	14,1	24,3
8	15,5	26,1
9	16,9	27,9
10	18,3	29,6
11	19,7	31,3
12	21,0	32,9

Библиография

[1] Большев Л.Н., Смирнов Н.В. Таблицы математической статистики. — 3-е изд. — М.: Наука. Главная редакция физико-математической литературы, 1983. — 416 с.

УДК 54-185.389.1:006.354 МКС 17.020 Т80

Ключевые слова: испытательная лаборатория, пищевые продукты и продовольственное сырье, внешний контроль, координатор, образец для контроля, точность результатов испытаний, качество работы лаборатории

Рекомендации по межгосударственной стандартизации

Государственная система обеспечения единства измерений

ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РАБОТЫ ИСПЫТАТЕЛЬНОЙ ЛАБОРАТОРИИ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ И ПРОДОВОЛЬСТВЕННОГО СЫРЬЯ

Методика внешнего контроля точности результатов испытаний

РМГ 58—2003

БЗ 4—2003/7

Редактор *Л.В. Афанасенко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 12.02.2004. Подписано в печать 09.03.2004. Формат 60×84 1/8.
Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 580 экз. Зак. 258.
Изд. № 3164/4. С 1087.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru