

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ
И СЕРТИФИКАЦИИ

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО МЕЖГОСУДАРСТВЕННОЙ СТАНДАРТИЗАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

ОБРАЗЦЫ ДЛЯ КОНТРОЛЯ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ
ИСПЫТАНИЙ ПИЩЕВОЙ ПРОДУКЦИИ

Общие положения

State system for ensuring the uniformity of measurements.
Items for control of food staff test results accuracy. Basic principles

МКС 17.020

Дата введения - 2004-07-01

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»), Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации и сертификации агропромышленной продукции» (ФГУП «ВНИИССагропродукт»), Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»)

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	Узстандарт
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 30 января 2004 г. № 47-ст РМГ 57-2003 введены в действие непосредственно в качестве рекомендаций по метрологии Российской Федерации с 1 июля 2004 г.

5 ВВЕДЕННЫ ВПЕРВЫЕ

1 Область применения

Настоящие рекомендации содержат общие требования к образцам для контроля точности результатов испытаний пищевой продукции.

Настоящие рекомендации предназначены для лабораторий, осуществляющих испытания пищевой продукции (далее - испытательные лаборатории), органов, осуществляющих аккредитацию испытательных лабораторий и инспекционный контроль их деятельности, а также координаторов проведения межлабораторных сравнительных испытаний пищевой продукции.

Настоящие рекомендации не распространяются на образцы, предназначенные для контроля качества испытаний, выполняемых методами микробиологического анализа и качественного химического анализа.

2 Нормативные ссылки

В настоящих рекомендациях использованы ссылки на следующие межгосударственные документы:

ГОСТ 8.010-90¹⁾ Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

¹⁾ На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563-96.

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

ГОСТ 8.531-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава монокристаллических и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности

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

РМГ 29-99 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения

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

МИ 1952-88 Государственная система обеспечения единства измерений. Стабильность стандартных образцов состава веществ и материалов. Методика оценки

Примечание - При пользовании 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.

3 Термины, определения и сокращения

В настоящих рекомендациях применяют следующие термины с соответствующими определениями и сокращениями:

3.1 **стандартный образец**; СО: По ГОСТ 8.315.

3.2 **аттестованная смесь веществ (аттестованная смесь)**; АС: По РМГ 60.

- 3.3 **методика выполнения измерений**; МВИ: По ГОСТ 8.010.
- 3.4 **аттестация МВИ**: По ГОСТ 8.010.
- 3.5 **межлабораторные сравнительные испытания**; МСИ: По [1].
- 3.6 **приписанная погрешность результатов испытаний**: По [2].
- 3.7 **доверительная погрешность**: По РМГ 29.
- 3.8 **образец для контроля точности испытаний (образец для контроля)**; ОК: Вещество (материал) с установленными путем аттестации значениями одной или нескольких величин, характеризующих состав или свойства этого вещества (материала), предназначенное для контроля точности результатов испытаний близких по составу или свойствам веществ (материалов).
- 3.9 **аттестация ОК**: Исследование материала ОК с целью установить значения величин, характеризующих состав или свойства вещества (материала) ОК, и доверительные погрешности этих значений.
- 3.10 **аттестуемая характеристика ОК**: Величина, характеризующая состав или свойства вещества (материала) ОК, значения которой подлежат установлению при аттестации ОК.
- 3.11 **межлабораторная аттестация ОК**: Аттестация ОК, основанная на использовании результатов испытаний (измерений), выполненных независимо в нескольких лабораториях с применением одного или нескольких методов испытаний (измерений).

4 Общие положения

4.1 Образец для контроля точности результатов испытаний пищевой продукции по показателям безопасности (далее - ОК) представляет собой материал с установленными путем аттестации значениями величин, характеризующих состав этого материала и являющихся показателями качества или безопасности близкой по составу пищевой продукции.

4.2 ОК используют при проведении внутрилабораторного и внешнего контроля точности результатов испытаний пищевой продукции по показателям качества или безопасности, в том числе при проверке технической компетентности лабораторий при их аккредитации и инспекционном контроле.

Примечание - Одним из способов проведения контроля точности результатов испытаний являются межлабораторные сравнительные испытания (далее - МСИ).

4.3 В качестве ОК при контроле точности результатов испытаний пищевой продукции используют:

- стандартные образцы состава пищевой продукции (далее - СО) по ГОСТ 8.315;
- аттестованные смеси (далее - АС) по РМГ 60;
- специальные образцы для МСИ.

Примечание - Специальные образцы для МСИ применяют только при проведении внешнего контроля точности результатов испытаний посредством МСИ.

4.4 Метрологическими характеристиками ОК являются установленные путем аттестации значения величин, характеризующих состав материала ОК (аттестованные значения ОК), и доверительные погрешности этих значений (погрешности аттестованных значений ОК).

4.5 Аттестованное значение ОК должно находиться в диапазоне определяемых значений методики испытаний пищевой продукции.

Примечания

1 При проверке технической компетентности лабораторий в проведении испытаний пищевой продукции по показателям безопасности, как правило, применяют ОК, аттестованное значение которого составляет от 50 % до 200 % допустимого уровня показателя безопасности соответствующей пищевой продукции, установленного нормативными документами (государственными стандартами, санитарными нормами и правилами, нормативами Государственной ветеринарной службы и т. п.).

2 При проведении внутрилабораторного контроля точности результатов испытаний аттестованное значение ОК, как правило, выбирают близким к значениям контролируемого показателя в рабочих пробах объекта испытаний.

4.6 Погрешность аттестованного значения ОК не должна превышать одной трети значения приписанной погрешности методики испытаний или, в обоснованных случаях, одной трети значения нормы погрешности результатов испытаний пищевой продукции по контролируемому

показателю.

Примечание - При использовании в необходимых случаях ОК, не соответствующего 4.6, погрешность аттестованного значения ОК учитывают при назначении норматива контроля точности результатов испытаний.

4.7 Материал ОК должен быть однороден и стабилен по составу в течение времени проведения контроля точности.

Примечания

1 При использовании СО в качестве ОК однородность и стабильность материала гарантирована изготовителем в пределах срока годности экземпляра СО и при соблюдении указанных в технических документах на СО условий применения.

2 При использовании АС и специальных образцов для МСИ в качестве ОК однородность и стабильность материала исследуют (устанавливают) на стадии разработки. АС и специальные образцы для МСИ применяют в соответствии с установленным назначением в пределах срока годности экземпляра.

5 Образцы для контроля, представляющие собой аттестованные смеси состава пищевой продукции

5.1 В качестве исходного материала для приготовления АС используют естественный материал соответствующей пищевой продукции с установленным содержанием (или отсутствием) компонента, являющегося показателем качества или безопасности (аттестуемого компонента АС).

5.2 АС готовят путем внесения в исходный материал известного дополнительного количества (добавки) аттестуемого компонента. В качестве добавки могут быть использованы СО, вещества гарантированной чистоты и их растворы, аттестованный материал пищевой продукции.

5.3 Необходимое количество материала АС определяют в зависимости от ее назначения (внутрилабораторный или внешний контроль), стабильности состава материала АС и обеспечения однородного распределения по материалу АС внесенной добавки аттестуемого компонента.

Примечание - В случае затруднений с обеспечением однородности материала АС его готовят непосредственно перед проведением контроля точности результатов испытаний в количестве, необходимом для однократного выполнения процедуры испытаний (например, в количестве, равном аналитической навеске). Если при этом контролируемая методика испытаний предусматривает выполнение нескольких параллельных (последовательных) определений, аттестованную смесь готовят в необходимом числе экземпляров.

5.4 Разработку АС выполняют в соответствии с РМГ 60.

5.5 Подготовку, проведение необходимых исследований и аттестацию ОК, представляющих собой АС и предназначенных для внешнего контроля точности результатов испытаний (в том числе для проверки технической компетентности лабораторий), осуществляют контролирующие органы, уполномоченные организации по аккредитации лабораторий и другие. АС, предназначенные для внутрилабораторного контроля, готовят, как правило, непосредственно в лаборатории.

Примечание - При необходимости к подготовке и аттестации АС, предназначенных для внешнего контроля, могут быть привлечены испытательные лаборатории, не заинтересованные в результатах проводимого контроля.

5.6 АС, предназначенная для проверки технической компетентности лабораторий, должна быть подвергнута экспериментальной проверке, подтверждающей ее аттестованное значение и его стабильность (срок годности экземпляра АС), а также возможность применения АС в соответствии с назначением. Экспериментальную проверку проводит лаборатория, осуществляющая приготовление АС. Результаты проверки оформляют протоколом.

6 Специальные образцы для межлабораторных сравнительных испытаний

6.1 При проведении МСИ наряду с СО и АС используют специальные образцы для МСИ, представляющие собой специально подготовленный материал пищевой продукции с

установленными значениями величин, характеризующих состав этого материала.

Примечание - Материал специального образца для МСИ должен быть однородным и стабильным по составу в течение времени проведения МСИ.

6.2 В качестве исходного материала специального образца для МСИ используют:

- материал пищевой продукции с естественным уровнем аттестуемого компонента;
- материал пищевой продукции, в котором естественный уровень аттестуемого компонента изменен обработкой (разбавлением, термической обработкой и т. п.) или внесением добавки вещества (материала), содержащего аттестуемый компонент;
- материал пищевой продукции, не содержащий аттестуемого компонента, с внесенной добавкой этого компонента;
- материал, получаемый из пищевой продукции в процессе пробоподготовки.

Примечания

1 Для внесения добавки аттестуемого компонента используют СО и вещества гарантированной чистоты или их растворы.

2 Материал, получаемый из пищевой продукции в процессе пробоподготовки, может представлять собой пищевой продукт, обработанный химическими реагентами, золу или раствор после минерализации, экстракт и т. п.

6.3 Исследования однородности материала специального образца для МСИ в необходимых случаях проводят в соответствии с ГОСТ 8.531.

Примечание - Исследования однородности проводят при отсутствии сведений, подтверждающих равномерное распределение аттестуемого компонента по материалу образца. Подобные сведения могут быть основаны на природе материала, результатах ранее выполненных исследований, а также на литературных данных. Например, исследования однородности не проводят для материалов, представляющих собой истинные растворы (твердые, жидкие и газообразные), а также для материалов, однородность которых обеспечена технологией их получения и подтверждена ранее проведенными исследованиями.

6.4 Аттестованное значение (значения) специального образца для МСИ и его погрешность устанавливают до начала проведения МСИ или непосредственно в процессе проведения МСИ - на основе полученных в МСИ результатов испытаний.

6.5 К аттестации специального образца для МСИ, как правило, привлекают лаборатории, аккредитованные на техническую компетентность в проведении испытаний пищевой продукции по показателям качества и безопасности.

6.6 Аттестацию специальных образцов для МСИ осуществляют с использованием методик испытаний, соответствующих требованиям ГОСТ 8.010, или методик испытаний, допущенных к применению при определении показателей качества и безопасности пищевой продукции.

6.7 Установление аттестованного значения (значений) и его погрешности специального образца для МСИ методом межлабораторной аттестации осуществляют в соответствии с ГОСТ 8.532. При аттестации используют не менее 10 независимых результатов испытаний. При установлении погрешности аттестованного значения специального образца для МСИ в необходимых случаях учитывают погрешность, обусловленную неоднородностью материала образца.

6.8 Срок годности экземпляра специального образца для МСИ устанавливают по результатам исследований стабильности состава материала ОК, выполненных в соответствии с МИ 1952, на основании сведений о сроке годности экземпляров СО, близких по составу, или сведений, полученных из литературных источников.

6.9 Экземпляр специального образца для МСИ должен отвечать следующим условиям:

- количество материала в экземпляре ОК, предоставляемом каждому участнику МСИ, должно быть определено исходя из максимальной пробы материала, необходимой для получения одного результата испытания по каждому контролируемому показателю по любой из методик испытаний, которые будут применены участниками МСИ, и числа результатов испытаний по выбранной схеме проведения МСИ;
- упаковка экземпляра ОК должна обеспечивать защиту материала ОК от влияющих факторов внешней среды и пересылку ОК участникам МСИ;
- каждый экземпляр ОК, направляемый участникам МСИ, должен иметь этикетку, содержащую обозначение (шифр) ОК, а также инструкцию по применению.

6.10 По результатам приготовления и аттестации специального образца для МСИ составляют

протокол, содержащий краткое описание процедуры приготовления материала образца, экспериментальные данные, полученные при исследовании его однородности и стабильности (в необходимых случаях), описание способа аттестации и результаты аттестации образца.

6.11 Приготовление материала, проведение необходимых исследований и аттестацию специальных образцов для МСИ осуществляют организации, аккредитованные на техническую компетентность в проведении МСИ (координаторы проведения МСИ).

Примечание - Отдельные этапы работы по созданию специального образца для МСИ могут быть выполнены одной или несколькими специализированными организациями.

6.12 Специальные образцы для МСИ, предназначенные для проверки технической компетентности испытательных лабораторий при аккредитации и инспекционном контроле их деятельности, допускают к применению в порядке, установленном соответствующей системой аккредитации.

6.13 В случае повторного использования экземпляров специального образца для МСИ ранее выпущенной партии (при наличии достаточного количества и в пределах срока годности экземпляров образца) или при повторном выпуске партии специальный образец для МСИ утверждают в качестве СО в порядке, установленном ГОСТ 8.315.

Библиография

- [1] Руководство ИСО/МЭК Проверка на качество проведения испытаний посредством
43-1:1997 межлабораторных сличений. Часть 1: Разработка и реализация
(ISO/IEC Guide 43-1:1997) программ проверки на качество проведения испытаний
(Proficiency testing by Interlaboratory Comparisons. Part 1:
Development and Operation of Proficiency Testing Schemes)
- [2] Рекомендации по Государственная система обеспечения единства измерений.
метрологии Р 50.2.011-2001 Проверка аккредитованных испытательных лабораторий пищевых
продуктов и продовольственного сырья на качество проведения
испытаний

Ключевые слова: образец для контроля, пищевая продукция, стандартный образец, аттестованная смесь, межлабораторные сравнительные испытания, аттестация образца для контроля, специальный образец для межлабораторных сравнительных испытаний