
**Микробиология пищевых продуктов и
кормов для животных. Специальные
требования и руководство по проверке
квалификации лабораторий с
помощью межлабораторных
сравнительных испытаний**

*Microbiology of food and animal feeding stuffs – Specific requirements
and guidance for proficiency testing by interlaboratory comparison*

ISO/TS 22117:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f3c43e3-7f61-454b-91b6-afb5cb8e152e/iso-ts-22117-2010>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO/TS 22117:2010(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на установку интегрированных шрифтов в компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 22117:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f3c43e3-7f61-454b-91b6-afb5cb8e152e/iso-ts-22117-2010>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2010

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без разрешения в письменной форме от ISO или IDF, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org

Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие.....	iv
Введение	v
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	2
4 Разработка программ проверки квалификации и их цель	3
4.1 Общие положения	3
4.2 Цели программы	3
4.3 Требования к лабораториям, участвующим в программе	3
4.4 Выбор матрицы	3
4.5 Информация по методам испытания, используемым провайдером проверки квалификации	3
4.6 Статистическое планирование	4
5 Технические требования и руководство по матрице образца и содержанию	4
5.1 Концентрация целевых микроорганизмов	4
5.2 Источники, характеристика и прослеживаемость микроорганизмов	5
5.3 Фоновая и конкурентная флора	5
5.4 Выбор матрицы и матричные эффекты.....	5
6 Верификация образца провайдером.....	6
6.1 Общие положения	6
6.2 Испытание образцов на однородность. Общие проблемы	6
6.3 Испытание на однородность образцов для количественного анализа (подсчета)	6
6.4 Определение однородности материала для качественных методов.....	8
6.5 Испытание на стабильность, выполняемое провайдером	8
7 Обращение с образцами	9
7.1 Общие положения	9
7.2 Инструкции для участников	9
8 Оценки показателей лабораторий, участвующих в программе проверки квалификации	10
8.1 Общие положения	10
8.2 Предварительная оценка	10
8.3 Количественные методы	11
8.4 Оценка качественных методов	18
Приложение А (информативное) Пример деталей, которые необходимо включить в план программы проверки квалификации лабораторий.....	23
Приложение В (информативное) Методы определения изменчивости анализируемых проб испытываемого материала.....	25
Приложение С (информативное) Практический метод оценки долгосрочных показателей участников программы проверки квалификации с использованием методом подсчета	28
Приложение D (информативное) Пример справочного листка по безопасности	30
Библиография.....	32

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Для опубликования их в качестве международного стандарта требуется одобрение не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

При других обстоятельствах, особенно при наличии настоятельных требований рынка, технический комитет может решить опубликовать другие типы нормативных документов:

- общедоступные технические условия ISO (ISO/PAS), представляющие собой соглашение между техническими экспертами рабочей группы ISO, и публикуемые при условии получения одобрения более чем 50% голосов членов головного технического комитета, принимавших участие в голосовании;
- технические условия ISO (ISO/TS), представляющие собой соглашение между членами технического комитета и публикуемые при условии утверждения 2/3 голосов членов комитета, принимавших участие в голосовании.

Документы ISO/PAS или ISO/TS пересматриваются через три года с целью принятия решения либо о продлении их действия на следующие три года, либо о пересмотре и публикации в качестве международного стандарта, либо прекращении действия. Если принимается решение о продлении действия ISO/PAS и ISO/TS, они должны быть пересмотрены через следующие три года, когда они должны быть либо преобразованы в международный стандарт, либо отменены.

Следует учитывать возможность того, что некоторые элементы настоящего документа могут быть предметом патентного права. ISO не несет ответственности за идентификацию любого из таких патентных прав.

ISO/TS 22117 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 9, *Микробиология*.

Введение

Общие требования к организации программ проверки квалификации (лабораторий) (PT) всех типов описываются Комитетом ISO/CASCO (Комитет по оценке соответствия) в ISO/IEC 17043; кроме того, общее руководство можно получить в Международном союзе теоретической и прикладной химии (International Union of Pure and Applied Chemistry = IUPAC, см Ссылку [9]) и Международной организации по аккредитации лабораторий (Laboratory Accreditation Cooperation = ILAC, см Ссылку [8]). В то же время эти рекомендации можно применять напрямую не во всех случаях, и их следует толковать конкретно в каждом лабораторном секторе, где организуются программы PT. По этой причине возникла необходимость в разработке документа, в котором устанавливаются критерии, которым провайдер (и его коллеги) программ PT должны следовать, чтобы их признали компетентными в составлении программ PT по микробиологическому анализу. Это применимо, в частности, к конкретным техническим требованиям, необходимым для работы с живыми микроорганизмами, оперирования такими понятиями, как однородность и стабильность пробы, а также толкования тестов на присутствие /отсутствие (выявление), которые не описываются в данном документе.

Программы проверки квалификации лабораторий для микробиологических лабораторий используется, главным образом, для оценки показателей лабораторий-участниц (участников (программы)), в частности правильности (систематической погрешности) и, в некоторых случаях прецизионности, микробиологических исследований пищевых продуктов в конкретных микробиологических лабораториях.

Кроме того, данные таких программ PT можно использовать, чтобы:

- a) обеспечить информацию организациям, ответственным за лабораторную приемку в рамках официального контроля, и дать возможность проведения непрерывного мониторинга;
- b) содействовать аккредитации лабораторий в рамках общего менеджмента качества;
- c) информировать сотрудников, ответственных за качество, в лабораториях-участницах, в порядке обучения выполнению внешней оценки правильности (систематической погрешности).

Информацию, полученную в ходе выполнения программ, можно также использовать для:

- 1) идентификации возможных источников погрешностей, особенно составляющей систематической погрешности - неопределенности, с целью повышения результативности;
- 2) оценки неопределенности измерений для методов подсчета (см. ISO/TS 19036^[6]) и пределы обнаружения для методов испытания на присутствие/отсутствие;
- 3) демонстрации компетентности персонала в выполнении специальных микробиологических исследований;
- 4) оценки или валидации данного метода путем изучения правильности и прецизионности;
- 5) идентификации изменчивости между отдельными лабораториями;
- 6) предписание "целевого" значения аналиту (анализируемому микроорганизму) в материале, чтобы создать стандартный образец (референтный материал).

Однако настоящие Технические условия специально этими аспектами не занимается.

Программы проверки квалификации, поэтому, чтобы выполнить критерии и программы испытаний (частота, количество образцов, число повторов, и т.д.) должны выполнять требования используемого метода и анализируемой продукции, чтобы достичь уровня контроля, желательного для всех участвующих сторон.

Микробиология пищевых продуктов и кормов для животных. Специальные требования и руководство по проверке квалификации лабораторий с помощью межлабораторных сравнительных испытаний

1 Область применения

Настоящие Технические условия устанавливают требования и руководство по организации программ проверки квалификации (лабораторий) для микробиологических исследований:

- a) пищевых продуктов и напитков;
- b) кормов для животных;
- c) окружающей среды при производстве пищевых продуктов и обращении с ними;
- d) первичных стадий производства.

Настоящие Технические условия также потенциально применимы к микробиологическому исследованию воды, которая используется либо в производстве пищевых продуктов, либо сама считается пищевым продуктом по национальному законодательству.

Настоящие Технические условия касаются технической организации и осуществления программ проверки квалификации, а также статистической обработки результатов микробиологических исследований.

Настоящие Технические условия разработаны для использования совместно с ISO/IEC 17043 и ISO 13528, и относятся только к областям, где необходимо конкретные или дополнительные детали, необходимые для проверки квалификации и обработки микробиологических анализов для областей, установленных в первом абзаце.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные документы обязательны для применения данного документа. Для датированных ссылок применяется только указанное издание. Для недатированных ссылок применяется самое последнее издание указанного документа (включая все изменения).

ISO 3534-1, *Статистика. Словарь и условные обозначения. Часть 1. Общие термины и термины, используемые в теории вероятности*

ISO 3534-2, *Статистика. Словарь и условные обозначения. Часть 2. Прикладная статистика*

ISO 5725-1, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения*

ISO 5725-5, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений*

ISO 7218, *Микробиология пищевых продуктов и кормов для животных. Общие требования и*

рекомендации по микробиологическим исследованиям

ISO 13528, *Статистические методы для проверки квалификации методом межлабораторных сличений*

ISO/IEC 17043:2010, *Оценка соответствия. Общие требования к проверке квалификации лабораторий*

3 Термины и определения

Применительно к данному документу используются термины и определения, приведенные в ISO 3534-1, ISO 3534-2, ISO 5725-1, ISO 13528, ISO/IEC 17043 а также следующие.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Некоторые термины, используемые в тексте, имеют разные значения в микробиологии и статистике, например, гомогенность, гетерогенность, тест, проба (образец), распределение. Контекст поясняет, относятся ли данные термины к микробиологическим пробам для испытания или наборам данных, используемых для статистического анализа.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Некоторые провайдеры проверки квалификации лабораторий используют термин «Внешняя оценка качества (EQA)» для указания программ с более широким применением во всех областях работы лаборатории и конкретно в образовательной сфере. Требования настоящего Международного стандарта охватывают только ту деятельность EQA, которая соответствует определению проверки квалификации лабораторий.

3.1 целевой микроорганизм target organism

микроорганизм, который является назначенным аналитом для образца, используемого в проверке квалификации

3.2 background flora

микроорганизмы, включенные в образцы для проверки квалификации, которые могут быть введены для конкуренции или имитации целевого микроорганизма

3.3 контрольный штамм reference strain

микроорганизм, полученный непосредственно из официального банка культур и определенный на уровне рода и вида, каталогизированный и описанный в соответствии со своими характеристиками и предпочтительно выделенный из воды или пищевого продукта, в зависимости от рассматриваемого случая

[ISO/TS 11133-1:2009^[3], 3.3.2]

3.4 выделенный процент recovery percentage

доля предписанного значения целевого микроорганизма, выделенного в лаборатории-участнице

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Выделенный процент рассчитывают путем умножения на 100 количества выделенных колоний, образующих единицы (КОЕ- колониеобразующие единицы) на объем или на массу.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Выделенный процент может быть значительно ниже 100 %, если в образце для проверки квалификации присутствует конкурирующая флора и матричные эффекты.

4 Разработка программ проверки квалификации и их цель

4.1 Общие положения

Общие требования к разработке программ РТ приводятся в ISO/IEC 17043; в данном случае обсуждаются только области, требующие специального рассмотрения для программ проверки квалификации микробиологических лабораторий в контексте общих принципов.

4.2 Цели программы

Первоочередная цель программы проверки квалификации любой лаборатории заключается в получении информации для приобретения доверия к надежности результатов, полученных в этой лаборатории.

Детальные требования к документированному плану проведения программы проверки описаны в ISO/IEC 17043:2010, 4.4.1.3, этот план должен включать ссылку на соответствующие законы. Пример плана для типичной программы микробиологического исследования продуктов питания приведен в Приложении А.

Исследования, необходимые для разработки новой программы проверки квалификации, являются пространственными и требуют четкого определения целей программы. Сюда должны быть включены, как минимум, требования, приведенные в Разделе 5. Требования проверки отдельных раундов тестирования, включая тесты на однородность и стабильность, также должны быть установлены в плане программы и должны соответствовать целям программы.

4.3 Требования к лабораториям, участвующим в программе

Общие требования в отношении соответствия средств и оборудования лабораторий для участия в программе проверки квалификации приведены в ISO/IEC 17043:2010, 4.3.1, а требования к безопасности описаны в ISO/IEC 17043:2010, 4.6.2.4.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f3c43e3-7f61-454b-91b6-af5cb8e152e/iso-7218-2007>
Для программ проверки микробиологических лабораторий, провайдеры должны иметь документированные правила доведения до сведения участников опасностей и обеспечения соответствующих рекомендаций по безопасности (см. Раздел 7). Например, лаборатории по микробиологии пищевых продуктов должны иметь помещения, средства и оборудование для работы с микроорганизмами категорий риска 1, 2, и 3, в зависимости от рассматриваемого случая (см. ISO 7218:2007, 3.2).

4.4 Выбор матрицы

Общие требования по документированию порядка проведения испытаний в плане программы проверки квалификации приведены в ISO/IEC 17043:2010, 4.4.1.3, а выбор таких матриц образцов испытания, которые отражают типы образцов рутинных испытаний ISO/IEC 17043:2010, 4.4.2.3.

Следует установить причины и смысл выбора матрицы именно такого типа, например, чтобы обеспечить уровни стабильности и однородности образца в соответствии с предполагаемой целью программы.

Описание объектов испытания должно задавать матрицу образца (природную или имитированную); зараженную искусственно или естественным образом; источник и страну происхождения в соответствии с регламентом по международным перевозкам; и используемый метод сохранения, например, с помощью сублимационной сушки или сушки на воздухе.

4.5 Информация по методам испытания, используемым провайдером проверки квалификации

Общие требования по методам, используемым провайдером проверки квалификации, приведены в ISO/IEC 17043:2010, 4.4.1.3.

Если программа нацелена на одно или несколько установленных в технических условиях испытаний или требуемых нормативами испытаний, то повседневные испытания по контролю качества образцов, используемых в программе проверки (например, на однородность и стабильность) должны выполняться по методам, установленным нормативами, и это должно быть заявлено (ISO/IEC 17043:2010, 4.5.1).

Участники должны поощряться в использовании своих повседневных методов но, там где они выполняют испытания в соответствии с нормами, необходимо дать руководящие указания, например, ссылку на методы ISO, тексты нормативных документов или публикаций, написанных специалистами той же области (ISO/IEC 17043:2010, 4.5.1).

4.6 Статистическое планирование

Общие требования к статистическому планированию приведены в ISO/IEC 17043:2010, 4.4.4.

Принципы статистического планирования в отношении программ проверки квалификации лабораторий в области микробиологии должны указывать, что на статистические испытания, которые предполагается использовать, будет влиять уровень однородности испытуемого материала, на который, в свою очередь, будет влиять случайная вариация в распределении микроорганизмов.

За исключением случаев низких концентраций, распределение количественных результатов испытаний обычно происходит по логарифмически-нормальному закону, и необходимо использовать подходящие методы статистического анализа для таких данных [ISO/IEC 17043:2010, В.3.1.4 d)]. Там где требуются низкие уровни концентрации в количественных определениях (например, при исследовании воды или напитков), более часто применяется случайная модель Пуассона, поскольку вариация количеств организмов между различными образцами материала становится относительно большой и может скрыть вариации в показателях лабораторий-участниц.

Однородность образца обычно должна быть такой, чтобы не влиять заметным образом на наблюдаемую вариацию между лабораториями.

Испытания по полуколичественному подсчету и качественному обнаружению требуют различных статистических методов анализа данных, что обсуждается далее, в 8.3 и 8.4.

План программы проверки квалификации должен разъяснить различия между испытанием результативности методов выявления и методов подсчета целевых микроорганизмов.

5 Технические требования и руководство по матрице образца и содержанию

5.1 Концентрация целевых микроорганизмов

Целевые микроорганизмы должны предоставляться в концентрациях, удобных для демонстрации того, что методы испытания пригодны для данной цели, и таких, чтобы их можно было обнаружить в анализируемых матрицах образца (ISO/IEC 17043:2010, 4.4.2.3). Если целевыми являются патогенные микроорганизмы, то концентрации необходимо учитывать с точки зрения опасности для здоровья человека и, при определенных обстоятельствах, пределов, устанавливаемых в микробиологических критериях.

ПРИМЕЧАНИЕ Концентрация, представляющая опасность для здоровья человека, не всегда известна точно и зависит от восприимчивости отдельных людей. Цель исследования патогенности заключается в предотвращении заболевания, а также в выявлении патогенных микроорганизмов в очень малых концентрациях, пока они не выросли до более высокого уровня.

Для количественных методов (методов подсчета) целевая концентрация должна соответствовать концентрациям, выявляемым повседневно, и любые установленные законом спецификации должны применяться к используемым матрицам образцов. Целевая концентрация также иногда может использоваться близко к пределу применения количественных рутинных методов, чтобы проверить результативность участников а применяемом диапазоне метода. Однако не следует применять образцы, концентрация микроорганизмов в которых так низка, что при использовании рутинных

разведений ожидаемое среднее количество организмов в образце будет меньше 10 колоний на чашку.

Для качественных методов (методов выявления) обычно достаточно присутствия целевых микроорганизмов в низких концентрациях, чтобы обеспечить действительное заражение в данной методологии и получить для валидации, чтобы установить или проверить пределы обнаружения для отдельных лабораторий-участниц.

5.2 Источники, характеристика и прослеживаемость микроорганизмов

Характеристики целевых микроорганизмов должны быть установлены перед их использованием, чтобы надежно оценить результативность, особенно в программах, где всем участникам разрешается использовать различные методологии.

Как типичные, так и атипичные штаммы следует рассмотреть и включить в программу контроля результативности лаборатории.

Признанные контрольные штаммы, полученные из международных банков, следует использовать там где они наиболее всего подходят для цели программы; однако, для более близкого отражения повседневных ситуаций используют полученные в лаборатории изоляты или “дикие” штаммы, выделенные из матриц, используемых в программах проверки квалификации лабораторий. Там где они применяются, они должны быть достаточно охарактеризованы в соответствии со стандартными методами соответствующего международного стандарта, чтобы обеспечить очевидность для организаторов всех атипичных реакций до применения таких штаммов.

В любом случае микроорганизмы, используемые в образцах программ проверки квалификации, должны прослеживаться до соответствующего фонда культур или до достоверных данных, имеющихся у организаторов.

В определенных обстоятельствах невозможно использовать контрольные культуры или стандартные образцы (референтные материалы) из признанных на международном уровне банков или выращенных в лаборатории штаммов, например, для программ проверки квалификации в отношении некультивируемых организмов, таких как норовирусы человека. В таких обстоятельствах клинический материал можно использовать для искусственного заражения испытываемой матрицы, при погружении, распылении, в случае двустворчатого моллюска, или посредством бионакопления. Метод искусственного заражения должен быть максимально приближен к “естественному” пути заражения. Особое внимание необходимо уделить при работе с клиническим материалом человека, пробами фекальных или рвотных масс, которые необходимо обеспечить защитой от сторонних патогенных организмов перед использованием. Целевые вирусы должны быть полностью описаны с точки зрения концентрации штамма с помощью стандартной цепной полимеразной реакции с последующим секвенированием.

5.3 Фоновая и конкурентная флора

Общая флора образцов, искусственно привнесенная или полученная естественным образом, должны быть выбрана для оценки способности участников обнаружить и/или подсчитать целевые микроорганизмы в присутствии нецелевой флоры (типичной для матрицы образца) и презумптивных целевых микроорганизмов, которые, без соответствующих подтверждений, могут привести к ложным положительным результатам.

Любые штаммы, используемые для имитации фоновой флоры, должны соответствовать требованиям 5.2 в отношении описания и прослеживаемости. В образцах, зараженных естественным образом, влияние фоновой флоры на целевые микроорганизмы необходимо определить.

5.4 Выбор матрицы и матричные эффекты

Все матрицы необходимо оценить, прежде чем использовать их для проверки на какое-либо влияние на целевые микроорганизмы и фоновую флору, например, когда матрицы уменьшают восстановление введенных микроорганизмов.

Участники должны быть внимательны к природе матрицы пищевого продукта, если известно, что такие матрицы неблагоприятно влияют на восстановление микроорганизмов (например, те, которые связывают и удерживают клетки, например, жирные материалы) или обладают бактерицидными или бактериостатическими свойствами. Для информации участников необходимо включить подходящие и подтвержденные методики подготовки матриц.

Матрицы образцов, используемые для программ проверки квалификации микробиологических лабораторий, зачастую, но необязательно, стерилизуют перед применением. Там где распределяют натуральные, нестерилизованные, образцы, организаторам необходимо определить влияние фоновой микрофлоры образцов.

6 Верификация образца провайдером

6.1 Общие положения

Общие требования к верификации образца приведены в ISO/IEC 17043 и ISO 13528 (для дополнительной информации также см. Ссылку [9]); в данном разделе описаны конкретные требования и проблемы испытаний на однородность и стабильность материалов, содержащих живые микроорганизмы.

6.2 Испытание образцов на однородность. Общие проблемы

(См. также ISO/IEC 17043:2010, 4.4.3 и В.5.)

Проверка квалификации лабораторий может включать подготовку массу материала для испытания, которая затем будет разделена на отдельные порции, максимально подобные друг другу, для распределения по участникам. В другом случае такие порции можно до распределения по участникам засеять культурой.

Независимо от того, какой метод подготовки был использован, испытуемый материал необходимо оценить на однородность, обычно для нестабильных свежих материалов это выполняют до или во время испытаний.

Испытание на однородность следует выполнять на каждой партии образцов, на основе соответствующих статистических принципов (ISO/IEC 17043:2010, 4.4.3.2 и В.5). такие испытания приводятся в ISO 13528 или как альтернатива в Приложении В.

Испытание на однородность также необходимо выполнить в том случае, если материалы необходимо хранить в течение длительного периода, чтобы обеспечить соответствие критериям до начала испытаний. Количество образцов для испытания от каждой партии также должно быть достаточным, чтобы получить достаточную информацию об однородности партии; предлагается испытать 10 образцов (в параллельных определениях, если требуется).

Материал для испытания, который является недостаточно однородным, они всё же могут использоваться как образцы для проверки квалификации лабораторий, (ISO/IEC 17043:2010, 4.4.3.1 ПРИМЕЧАНИЕ 3), при условии использования соответствующих статистических принципов, чтобы учесть большее расхождение между образцами (см. ISO 13528). Статистический план для гетерогенных материалов, включая анализ повторных проб нескольких образцов (см. ISO 5725-5), следует использовать для минимизации влияния недостатка однородности на оценку показателей лаборатории- участницы.

6.3 Испытание на однородность образцов для количественного анализа (подсчета)

Общие требования и методы испытания на однородность образцов для проверки квалификации лабораторий в количественном анализе приведены в ISO/IEC 17043:2010, 4.4.3 и В.5, а также в ISO 13528.

Материалы, которые показывают достаточно большую изменчивость между параметрами образцов, значительно влияющую на оценку показателей лабораторий-участниц, не следует использовать в межлабораторных исследованиях, если только не применяются специальные требования и методы анализа данных, например, низкое количество микроорганизмов в питьевой воде и других образцах.

Критерий для оценки “достаточно однородный (материал)” определяется требованиями межлабораторного сравнения (см. ISO 13528 и Приложение В). В то же время, в общем, достаточно однородным считается материал, для которого стандартное отклонение между образцами (на соответствующем образе модифицированной шкале) будет $\leq 0,3\sigma_p$, где σ_p – целевое стандартное отклонение, используемое для оценки показателей лабораторий (см. ISO 13528).

Любое альтернативное испытание на однородность должно удовлетворять следующим критериям (взято из Ссылки [9]):

- a) вероятность браковки достаточно однородного материала должна быть $\leq 5\%$;
- b) вероятность браковки испытываемого материала, для которого вариация между образцами составляет $1,5\sigma_p$, а σ_p является приемлемой межлабораторной изменчивостью (выраженной как целевое стандартное отклонение), будет $\geq 80\%$.

Вероятность браковки материала, равная 80 %, там где изменчивость образцов составляет $1,5\sigma_p$, основана на исследовании с помощью моделирования параллельного анализа 10 образцов методом, имеющим аналитическое стандартное отклонение $0,5\sigma_p$ (т.е. 0,125 логарифмических единиц), и критическое значение для T_2 (см. Приложение В), которое удовлетворяет критерию a) предыдущего абзаца. Она представляет то, чего можно достичь при целесообразном анализе

Испытания на однородность основаны на оценках дисперсии образцов и дисперсии анализа (повторяемости), полученных в условиях повторяемости. Подходящие методы измерения изменчивости приведены в Приложении В.

Дисперсию анализа (повторяемость) следует оценивать по анализам повторных образцов исходных суспензий, полученных из анализируемых проб (Ссылки [15][16]). Такую аналитическую дисперсию можно также рассчитать по количеству подсчитанных колоний и прецизионности используемых аналитических материалов (Ссылка [10]).

В микробиологии, изменчивость образцов должна оцениваться в условиях повторяемости (за один раз). Если это невозможно, дисперсия между образцами включает внутрилабораторную воспроизводимость и может привести к ложной браковке удовлетворительного материала.

Если число подсчитанных колоний достаточно высоко (более 35 - 40 колоний на чашку), аналитическое стандартное отклонение, σ_{an} , обычно удовлетворяет неравенству

$$\frac{\sigma_{an}}{\sigma_p} < 0,5$$

где σ_p целевое стандартное отклонение, и следует использовать испытание на достаточную однородность, предложенное в Ссылке [11] (см. Приложение В). Если число подсчитанных колоний меньше (меньше 35 - 40 колоний на чашку), то рекомендуется измерить разность $T_1 - T_2$ (см. Приложение В).

Если для лабораторий-участниц предусмотрены повторные образцы, то изменчивость образцов, полученная участниками подлежит изучению провайдером, чтобы оценить однородность материала. Хотя такая изменчивость включает внутрилабораторную воспроизводимость, большее число лабораторий-участниц увеличивает статистическую мощность анализа и может стать хорошим индикатором успешных этапов исследования.

Если число подсчитанных колоний совсем невелико (скажем, меньше 20), аналитическая дисперсия (повторяемость) будет высокой. В этом случае провайдеру следует рекомендовать лабораториям-