

---

---

**Молоко. Определение и оценка общей  
точности альтернативных методов  
анализа молока.**

Часть 1.

**Аналитические признаки  
альтернативных методов**

*Milk — Definition and evaluation of the overall accuracy of alternative  
methods of milk analysis —*

*Part 1: Analytical attributes of alternative methods*

ISO 8196-1:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfe8714a-63f3-4ad0-a783-3cfdbc5f1c73/iso-8196-1-2009>

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



Ссылочные номера  
ISO 8196-1:2009(R)  
IDF 128-1:2009(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 Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF 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, просим информировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 8196-1:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfe8714a-63f3-4ad0-a783-3cfd9c5f1c73/iso-8196-1-2009>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO и IDF 2009

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 предварительного письменного согласия 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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

International Dairy Federation  
Diamant Building • Boulevard Auguste Reyers 80 • B-1030 Brussels  
Tel. + 32 2 733 98 88  
Fax + 32 2 733 04 13  
E-mail [info@fil-idf.org](mailto:info@fil-idf.org)  
Web [www.fil-idf.org](http://www.fil-idf.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

Предисловие .....	iv
Предисловие .....	v
Введение .....	vi
<b>1 Область применения .....</b>	<b>1</b>
<b>2 Нормативные ссылки .....</b>	<b>1</b>
<b>3 Термины и определения .....</b>	<b>1</b>
3.1 Общие термины и определения .....	1
3.2 Термины и определения по прецизионности .....	2
3.3 Термины и определения по точности .....	3
3.4 Другие аналитические характеристики .....	4
<b>4 Пояснение определений .....</b>	<b>5</b>
4.1 Точность — Общее описание .....	5
4.2 Прецизионность .....	5
4.3 Правильность .....	7
<b>5 Оценка прецизионности и точности .....</b>	<b>8</b>
5.1 Общие положения .....	8
5.2 Прецизионность: Межлабораторное исследование .....	8
5.3 Точность .....	10
<b>Приложение А (нормативное) Иллюстрация различных критериев, включенных в общую точность альтернативного метода .....</b>	<b>14</b>
<b>Библиография .....</b>	<b>15</b>

## 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 этой работе. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Проекты международных стандартов разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов — разработка международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что, возможно, некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за определение некоторых или всех таких патентных прав.

ISO 8196-1|IDF 128-1 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*, и Международной федерацией молочной промышленности (IDF). Стандарт опубликован ISO совместно с IDF

Настоящее второе издание ISO 8196-1|IDF 128-1 отменяет и заменяет первое издание (ISO 8196-1:2000), которое прошло технический пересмотр.

ISO 8196|IDF 128 состоит из следующих частей под общим заголовком *Молоко. Определение и оценка общей точности альтернативных методов анализа молока*:

- *Часть 1. Аналитические признаки альтернативных методов*
- *Часть 2. Калибровка и контроль качества в лаборатории по анализу молочной продукции*
- *Часть 3. Протокол оценки и валидации альтернативных количественных методов анализа молока*

## Предисловие

**Международная федерация молочной промышленности (IDF)** является всемирной федерацией предприятий молочной отрасли, каждый член которой представлен в ней своим национальным комитетом. Каждый национальный комитет имеет право быть представленным в постоянных комитетах IDF, осуществляющих техническую работу. IDF сотрудничает с ISO и AOAC International по вопросам разработки стандартных методов анализа и отбора проб молока и молочных продуктов.

Проекты международных стандартов, принятые постоянными комитетами и рабочими группами, рассылаются национальным комитетам для голосования. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 50 % национальных комитетов IDF, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что, возможно, некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за определение некоторых или всех таких патентных прав.

ISO 8196-1|IDF 128-1 был разработан Международной федерацией молочной промышленности (IDF) и Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*. Он публикуется совместно ISO и IDF.

Вся работа была выполнена Совместной рабочей группой IDF-ISO по *Автоматизированным методам* Постоянного комитета по *Контролю качества, статистике данных анализа и отбору проб* под эгидой руководителя проекта, г-на О. Лерея (FR).

Настоящее издание ISO 8196-1|IDF 128-1, наряду с ISO 8196-2|IDF 128-2 и ISO 8196-3|IDF 128-3, отменяет и заменяет IDF 128:1985, который прошел технический пересмотр.

ISO 8196|IDF 128 состоит из следующих частей под общим заголовком *Молоко. Определение и оценка общей точности альтернативных методов анализа молока*:

- *Часть 1. Аналитические признаки альтернативных методов*
- *Часть 2. Калибровка и контроль качества в лаборатории по анализу молочной продукции*
- *Часть 3. Протокол оценки и валидации альтернативных количественных методов анализа молока*

## Введение

Основной задачей данной части ISO 8196|IDF 128 является определение соответствующих рабочих характеристик для количественной оценки общей точности аналитического метода посредством применения надлежащего планирования эксперимента и рекомендуемых статистических методик.

Рабочие характеристики аналитического метода можно определить как набор количественных и экспериментально определенных значений или как критерии, имеющие фундаментальное значение в оценке пригодности метода для данной задачи. Ко всем аналитическим методам применяются общие концепции но особое ударение делается на физико-химические экспресс-методы, которые в настоящее время используются для определения композиционного состава молока.

В аналитических методах, в которых измерения получают по комбинации выходных сигналов от множества измерительных каналов либо последовательно, либо параллельно (например, методы, в которых используются многовариантные математические модели), процесс соединения первичной необработанной информации рассматривается как часть самого метода. Применительно к ISO 8196|IDF 128 (все части), этот процесс рассматривается как «закрытый прибор» («черный ящик»). Предполагается, что этот процесс будет оптимизирован перед оценкой и оценением, выполняемыми в рамках международного стандарта ISO 8196|IDF 128 (все части).

В международном стандарте ISO 8196-2|IDF 128-2 представлены практические детали и рекомендации по калибровке контрольно-измерительных приборов и контролю качества в обычных лабораториях по анализу молочной продукции, включая проверку соответствия значению или пределу, приведенному в спецификации.

ISO 8196-3|IDF 128-3 предназначен для дополнения данной части ISO 8196|IDF 128 как альтернатива оценивания новых методов, к которым данную часть ISO 8196|IDF 128 применить невозможно, например, когда организация межлабораторных исследований затрудняется количеством имеющихся новых приборов, которых недостаточно для протокола межлабораторных испытаний.

В то время как настоящая часть ISO 8196|IDF 128 и ISO 8196-3|IDF 128-3 предназначены, главным образом, в помощь экспертам при оценке новых методов анализа, ISO 8196-2|IDF 128-2 является руководством для обычных лабораторий, пользующихся этими методами.

ISO 8196|IDF 128 (все части) устанавливает только одну модель линейной регрессии в качестве упрощенного подхода, чтобы позволить пользователям определить эквивалентность альтернативного метода стандартному методу. Тем не менее, применение линейной регрессии эффективно, поскольку определение равноценности метода получается только в ограниченных условиях или при высокой корреляции между результатами стандартного метода и повседневного метода. Если высокой степени корреляции не достигается, необходимо обратиться к другой технике моделирования обработки данных и погрешности измерений. Сами способы моделирования, хотя и широко используются, в международном стандарте ISO 8196|IDF 128 (все части) не устанавливаются.

# Молоко. Определение и оценка общей точности альтернативных методов анализа молока.

## Часть 1.

### Аналитические признаки альтернативных методов

#### 1 Область применения

Настоящая часть ISO 8196|IDF 128 устанавливает различные рабочие характеристики, которые задают общую точность аналитического метода и служат ее характеристике. Здесь также устанавливаются общие принципы планирования экспериментов и дается руководство по методикам, которые используются для количественной оценки этих характеристик.

#### 2 Нормативные ссылки

Следующие нормативные документы необходимы для применения настоящего международного стандарта. Для жестких ссылок применяется только то издание, на которое дается ссылка. Для плавающих ссылок применяется самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 3534 (все части), *Статистика. Словарь и обозначения*

ISO 5725 (все части), *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерения*

#### 3 Термины и определения

Применительно к данной части ISO 8196|IDF 128 используются термины и определения, приведенные в ISO 3534 (все части) и ISO 5725-1, а также следующие.

##### 3.1 Общие термины и определения

###### 3.1.1

**истинное значение величины**

**true quantity value**

true value of a quantity

истинное значение

true value

значение величины, согласующееся с ее определением

**ПРИМЕЧАНИЕ 1** При подходе к описанию измерения с точки зрения погрешности истинное значение величины считается единственным и на практике недостижимым. Подход с точки зрения неопределенности заключается в признании, что за счет в действительности неполного объема деталей при определении величины, не существует одного истинного значения величины, скорее существует набор истинных значений величины, согласующихся с ее определением. Однако, этот набор значений, в принципе и на практике, непознаваемых. Другие подходы освобождаются от концепции истинного значения величины и опираются на концепцию методологической совместимости результатов измерения для оценки их достоверности.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 В конкретном случае фундаментальной константы считается, что данная величина имеет одно истинное значение.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Когда дефиниционная неопределенность, связанная с измеряемой величиной, считается пренебрежимо малой по сравнению с неопределенностью измерения других компонентов, можно считать, что измеряемая величина имеет "по существу единственное" истинное значение. Такой подход использует ISO/IEC Guide 98-3:2008<sup>[3]</sup> и связанные с ним документы, в которых слово "истинный" считается избыточным.

[ISO/IEC Guide 99:2007<sup>[4]</sup>, 2.11]

### 3.1.2

#### **стандартный метод** **reference method**

опорный метод

anchor method

метод анализа, признанный экспертами на международном уровне, или согласованный между сторонами контракта

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Взято из ISO 21187|IDF 196:2004<sup>[1]</sup>, 3.2.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Стандартный метод дает "истинное значение" или "присвоенное значение" величины измеряемого параметра.

### 3.1.3

#### **альтернативный метод** **alternative method**

распространенный метод

routine method

метод анализа, позволяющий количественно оценить статус анализируемой пробы

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Взято из ISO 21187|IDF 196:2004<sup>[1]</sup>, 3.1.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Альтернативный метод демонстрирует или оценивает, для данной категории продукции, ту же самую измеряемую величину, которая определяется соответствующим **стандартным методом** (3.1.2).

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Альтернативный метод может быть либо непрямым методом — т.е. методом, в котором компонент или характеристика, которую необходимо измерить, определяется не напрямую, а вместо этого определяют один или несколько параметров или величин, которые функционально связаны с искомым компонентом — либо прямым методом. Такой метод может иметь адаптации для удобства пользователя (например, скорость, автоматизация, миниатюризация, стоимость), которые могут ввести отклонение в аналитический процесс (например, неполное измерение компонента или характеристики) и, таким образом, помешать прямому оцениванию и дать отличающуюся точность.

## 3.2 Термины и определения по прецизионности

### 3.2.1

#### **прецизионность** **precision**

близость согласования между независимыми результатами испытания/измерения, полученными в предписанных условиях

[ISO 3534-2:2006, 3.3.4]



**3.2.2**  
**предел повторяемости (сходимости)**  
**repeatability limit**

*r*

значение, которое с доверительной вероятностью 95 % не превышает абсолютной величиной разности между результатами двух измерений (или испытаний), каждый из которых представляет серию результатов измерений (или испытаний), полученных одним и тем же методом на идентичных объектах испытания/измерения в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором, использующим одно и то же оборудование, в течение коротких интервалов времени

Примечание Взято из ISO 3534-2:2006, 3.3.6, 3.3.8, 3.3.9.

**3.2.3**  
**предел воспроизводимости**  
**reproducibility limit**

*R*

значение, которое с доверительной вероятностью 95 % не превышает абсолютной величиной разности между двумя конечными значениями, каждое из которых представляет серию результатов измерений (или испытаний), полученных одним и тем же методом на идентичных объектах испытания/измерения в разных лабораториях разными операторами на разном оборудовании

ПРИМЕЧАНИЕ Взято из ISO 3534-2:2006, 3.3.11, 3.3.13, 3.3.14.

**3.3 Термины и определения по точности**

Термины и определения по точности применяются конкретно к непрямым альтернативным методам для целей настоящей части ISO 8196|IDF 128.

**3.3.1**  
**точность**  
**accuracy**

степень близости результата испытания или измерения к **истинному значению** (3.1.1)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfe8714a-63f3-4ad0-a783-3cfdbe5f1c73/iso-8196-1-2009>  
ПРИМЕЧАНИЕ 1 На практике истинное значение заменяется принятым опорным значением.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Термин “точность” применительно к серии результатов испытаний или измерений включает комбинацию случайных составляющих и общую систематическую погрешность или смещение.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Точность относится к комбинации **правильности** (3.3.2) и **прецизионности** (3.2.1).

[ISO 3534-2:2006, 3.3.1]

**3.3.2**  
**правильность**  
**trueeness**

степень близости между ожидаемым результатом испытания или измерения и **истинным значением** (3.1.1)

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Мера правильности обычно выражается в пересчете на систематическую погрешность.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Правильность иногда называют “точностью среднего”. Такое использование термина не рекомендуется.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 На практике истинное значение заменяется принятым опорным значением.

[ISO 3534-2:2006, 3.3.3]

### 3.3.3

#### **точность калибровки** **exactness of calibration**

степень близости, при каждом значении измеряемой величины, между значением, полученным альтернативным методом и оцененным средним истинным значением по всем индивидуальным выборкам на соответствующем уровне

### 3.3.4

#### **точность оценки** **accuracy of estimate**

степень близости между средним результатом испытания, полученным стандартным методом, и средним результатом испытания, полученным альтернативным методом, на идентичных материалах, при условии, что калибровка альтернативного метода является точной

ПРИМЕЧАНИЕ Точность оценки измеряется как часть систематической погрешности, вызванной не погрешностью калибровки, а другими причинами.

## 3.4 Другие аналитические характеристики

### 3.4.1

#### **селективность (избирательность)** **selectivity**

свойство метода отвечать исключительно на характеристику или анализируемый объект, или степень точности, в которой метод может количественно оценить эту характеристику или анализируемый объект в присутствии мешающих компонентов

ПРИМЕЧАНИЕ Как общий принцип, селективность достаточно высока, если мешающими воздействиями (компонентами) можно пренебречь. От селективности зависит правильность.

### 3.4.2

#### **чувствительность** **sensitivity**

минимальное изменение концентрации, которое можно измерить с помощью аналитического метода

ПРИМЕЧАНИЕ Чувствительность рассчитывают как отношение вариации отклика метода к вариации концентрации измеряемого компонента. Поскольку это обычно произвольная величина, зависящая от настройки прибора, она обычно не применяется при валидации. Однако ее можно использовать при обеспечении качества для проверки работы контрольно-измерительного прибора по соответствующему и удовлетворительному стандарту.

### 3.4.3

#### **предел обнаружения (детектирования)** **limit of detection**

#### **LOD**

минимальное количество (или минимальная концентрация) анализируемого вещества в испытуемой пробе, которое можно обнаружить с достаточной степенью надежности, но не обязательно количественно, что подтверждается совместными испытаниями или другим способом валидации

[ISO 24276:2006<sup>[2]</sup>, 3.1.6]

ПРИМЕЧАНИЕ Для методов с применением приборов чувствительность и предел обнаружения обычно определяются чувствительностью детектора и отношением сигнал / шум.

#### 3.4.4

**предел определения**

**limit of determination**

**предел количественной оценки**

**limit of quantitation**

**LOQ**

(аналитический метод) наименьшая концентрация или количество анализируемого вещества в испытываемой пробе, которое можно определить количественно с приемлемым уровнем прецизионности и точности, что подтверждается совместными испытаниями или другим способом валидации

[ISO 24276:2006<sup>[2]</sup>, 3.1.7]

## 4 Пояснение определений

### 4.1 Точность. Общее описание

Эта концепция применяется, главным образом, к результату испытания, полученному альтернативным методом, калиброванным по принятому значению стандартного метода или по стандартному образцу, или если истинное значение концентрации компонента известно.

Точность является показателем объема вовлеченных погрешностей и обычно выражается через погрешность, ассоциирующаяся с используемым методом и рассчитанная в соответствующих условиях.

Если отдельное количественное измерение,  $x_i$ , конкретной измеряемой величины (или переменной) выполняется с помощью данного аналитического метода, то это измерение всегда будет оценкой его истинного значения,  $\mu$ . Погрешность метода задается разностью,  $x_i - \mu$ . Точность будет наилучшей, когда разность,  $x_i - \mu$  будет минимальной.

По существу, вышеупомянутая разность зависит от следующих главных аналитических характеристик метода:

- a) прецизионность;
- b) правильность;
- c) селективность;
- d) чувствительность;
- e) предел обнаружения и предел определения.

В настоящей части ISO 8196|IDF 128 рассматриваются только прецизионность и правильность.

### 4.2 Прецизионность

#### 4.2.1 Общее описание

Прецизионность является общей характеристикой, применяемой ко всем аналитическим методам. В основном, она охватывает все типы случайных и несистематических погрешностей, которых невозможно полностью избежать, и главные характеристики которых меняются от испытания к испытанию (объем, подаваемый пипеткой, условия окружающей среды, стабильность прибора, электронные помехи, и т.д.). Ошибки, такие как неправильное снятие показания или ошибки оператора, или, в более общем случае, любое значение, попавшее в выбросы при испытании, но которое стоит учесть, в данные прецизионности не включаются.