
Стандартные образцы. Надлежащая практика применения стандартных образцов

Reference materials — Good practice in using reference materials

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO Guide 33:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46fdbd10-ed9a-4af4-b1fd-679d8abea56e/iso-guide-33-2015>

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



Ссылочный номер
ISO GUIDE 33:2015(R)

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO Guide 33:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46fdbd10-ed9a-4af4-b1fd-679d8abca56e/iso-guide-33-2015>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2015

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, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

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	v
Введение	vi
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	2
4 Символы	3
5 Принятые допущения	4
6 СО и их роль в измерении	5
6.1 Общие сведения о применении СО	5
6.2 Значение свойства	7
6.2.1 Общие сведения	7
6.2.2 Описание рассматриваемого свойства	7
6.3 Указание неопределенности	8
6.4 Утверждение о прослеживаемости	9
7 Обращение с СО и ССО	10
8 Оценивание прецизионности	10
8.1 Общие сведения	10
8.2 Число повторных измерений	11
8.3 Требования к СО	12
8.4 Измерение	12
8.5 Обработка данных	12
8.6 Расчет и оценивание прецизионности	13
9 Оценка смещения	14
9.1 Общие сведения	14
9.2 Подход к проверке смещения	14
9.3 Применение данных со смещением	15
10 Калибровка	16
10.1 Общие сведения	16
10.2 Установление метрологической прослеживаемости	16
10.3 Модели калибровки	16
11 Приписывание значений другим материалам	17
11.1 Общие сведения	17
11.2 Чистые материалы	18
11.3 Гравиметрия и волюмометрия	19
12 Принятые шкалы	20
12.1 Общие сведения	20
12.2 Шкала pH	21
12.3 Октановое число	21
13 Выбор ССО и СО	21
13.1 Общие сведения	21
13.2 Выбор ССО	22
13.3 Выбор СО	25
13.4 Пригодность для измерительной системы	25
Приложение А (информативное) Ключевые характеристики стандартного образца по отношению к наиболее распространенным областям его применения	27
Приложение В (информативное) Модели калибровки и связанные с ними модели неопределенности	28

Приложение С (информативное) Ошибки решения	31
Библиография	32

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO Guide 33:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46fdbd10-ed9a-4af4-b1fd-679d8abca56e/iso-guide-33-2015>

Предисловие

ISO (Международная организация по стандартизации) является всемирной федерацией национальных учреждений по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка Международных стандартов обычно проводится техническими комитетами ISO. Каждый член ISO, имеющий интерес к тематической области, для которой установлен технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Сотрудничающие с ISO международные организации, как правительственные, так и неправительственные, также принимают участие в работе ISO. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Процедуры, используемые для разработки и дальнейшего поддержания настоящего документа, установлены в Директивах ISO/IEC Directives, Часть 1. В частности, следует отметить различные критерии утверждения различных типов документов ISO. Этот документ был разработан в соответствии с редакционными правилами Директив ISO/IEC Directives, Часть 2. (см. <http://www.iso.org/directives>).

Следует обратить внимание на то, что некоторые элементы настоящего документа могут быть предметом патентных прав. ISO не несет ответственности за обнаружение каких-либо или всех таких патентных прав. Сведения о каких-либо патентных правах, обнаруженных во время разработки документа, будут указаны во Введении и/или в Перечне ISO полученных патентных деклараций (см. <http://www.iso.org/patents>).

Любое торговое название, использованное в этом документе, является информацией, представленной для удобства потребителей, и не означает одобрение.

Для разъяснения значения специальных терминов и выражений ISO, относящихся к оценке соответствия, а также для информации о соблюдении ISO принципов ВТО в отношении к Техническим барьерам в торговле (TBT) см. следующий URL: Foreword – Supplementary information.

Комитетом, ответственным за этот документ, является ISO/REMCO, *Комитет по стандартным образцам*. standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46fdbd10-ed9a-4af4-b1fd-679d8abea56e/iso-guide-33-2015

Это третье издание отменяет и заменяет второе издание (ISO Guide 33:2000) и ISO Guide 32: 1997, которые были технически пересмотрены.

Введение

Целью данного Руководства является предоставление общих рекомендаций по использованию СО. Эти рекомендации проиллюстрированы реальными примерами, которые в какой-то степени также отражают степень сложности, связанной с СО. Эта степень детализации считается полезной для тех, кто отвечает за менеджмент качества в лабораториях разработчиков, проверяющих, менеджеров и экспертов по оценке методик, рабочих инструкций, стандартных действующих процедур и т.д.

Основными областями применения СО являются калибровка, установление прослеживаемости, валидация методов, приписывание значений другим материалам и контроль качества.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO Guide 33:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46fdbd10-ed9a-4af4-b1fd-679d8abca56e/iso-guide-33-2015>

Стандартные образцы. Надлежащая практика применения стандартных образцов

1 Область применения

1.1 В настоящем Руководстве описана надлежащая практика применения стандартных образцов (СО) и сертифицированных стандартных образцов (ССО), в частности — в измерительном процессе. Эти области применения включают оценку прецизионности и правильности методов измерений, контроль качества, приписывание значений материалам, калибровку и установление принятых шкал. В настоящем Руководстве также представлена связь ключевых характеристик различных типов СО с различными областями измерений.

1.2 Для ССО установлена метрологическая прослеживаемость значений свойств к международным шкалам или другим эталонам. Для СО, не являющихся ССО, этот вид прослеживаемости значений свойств часто не установлен. Тем не менее, эти СО все же могут использоваться для оценивания некоторых этапов измерительных процедур, включая оценивание различных уровней прецизионности.

1.3 Основные области применения СО включают контроль прецизионности (Раздел 8), калибровку (Раздел 10), изготовление СО для калибровки (Раздел 11) и поддержание принятых шкал (Раздел 12).

ПРИМЕЧАНИЕ Не все виды СО могут использоваться для всех указанных целей.

1.4 Подготовка СО для калибровки — это часть области распространения ISO Guide 34^[1] и ISO Guide 35^[2]. Рассмотрение этих вопросов в настоящем документе ограничено основными принципами изготовления СО и приписывания значений, используемых лабораториями для калибровки своего оборудования. Крупномасштабное производство таких СО с возможной целью их дальнейшего распространения выходит за рамки настоящего документа. Этот вид деятельности рассматривается в ISO Guide 34^[1] и ISO Guide 35^[2].

1.5 Разработка рабочих эталонов, применяемых, например, в анализе природного газа, клинической химии, и фармацевтической промышленности не рассматривается в настоящем документе. Этот вид деятельности рассматривается в ISO Guide 34^[1] и ISO Guide 35^[2].

2 Нормативные ссылки

ISO 3534-1, *Статистика. Словарь и условные обозначения. Часть 1. Термины по теории вероятности и общие статистические термины*

ISO Guide 30, *Термины и определения, используемые в области стандартных образцов*

ISO/IEC, *Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности в измерении (GUM:1995)*

ISO/IEC Guide 99:2007, *Международный словарь по метрологии. Основные и общие понятия и соответствующие термины (VIM)*

ПРИМЕЧАНИЕ «Руководство по выражению неопределенности в измерении» называется «GUM», а «Международный словарь основных и общих терминов в метрологии» называется «VIM».

3 Термины и определения

Для целей настоящего Руководства используются термины и определения из ISO/IEC Guide 98-3, ISO/IEC Guide 99 и ISO Guide 30, а также следующие термины и определения.

ПРИМЕЧАНИЕ Дополнительные определения можно найти на онлайн платформе просмотров ИСО <https://www.iso.org/OBP/ui/>

3.1 стандартный образец (CO) reference material (RM)

материал, достаточно однородный и стабильный по отношению к одному или нескольким определенным свойствам, которые были установлены для того, чтобы использовать его по назначению в измерительном процессе

Примечание 1 к статье CO – это общее понятие.

Примечание 2 к статье Свойства могут быть количественными или качественными например, идентичность веществ или объектов.

Примечание 3 к статье Применение может включать калибровку измерительной системы, оценивание пригодности методики измерений, приписывание значений свойств другим материалам и контроль качества.

Примечание 4 к статье ISO/IEC Guide 99:2007 ^[1] имеет аналогичное определение (5.13), но ограничивает распространение термина «измерение» только на количественные значения, не включая качественные свойства. Однако в Примечание 3 ISO/IEC Guide 99:2007 ^[1], 5.13 (VIM), специально включено понятие качественных признаков, называемых номинальными свойствами.

[ИСТОЧНИК: ISO Guide 30]

3.2 сертифицированный стандартный образец (CCO) certified reference material (CRM)

стандартный образец (CO), одно или несколько определенных свойств которого установлены метрологически обоснованной процедурой, сопровождаемый сертификатом CO, в котором приведено значение этого свойства, связанной с ним неопределенности, и утверждение о метрологической прослеживаемости

Примечание 1 к статье Понятие значения включает номинальное свойство или качественный признак такой, как идентичность или последовательность. Неопределенности для таких признаков могут быть выражены как вероятности или уровни доверия.

Примечание 2 к статье Метрологически обоснованные процедуры производства и сертификации CO, описаны, в том числе, в ISO Guide 34^[2] и Guide 35^[3].

Примечание 3 к статье В ISO Guide 31^[17] приведены рекомендации по содержанию сертификатов CO.

Примечание 4 к статье ISO/IEC Guide 99:2007 имеет аналогичное определение (5.14).

[ИСТОЧНИК: ISO Guide 30]

3.3 значение свойства property value

<стандартного образца (CO)> значение, соответствующее величине, представляющей физическое, химическое или биологическое свойство CO

[ИСТОЧНИК: ISO Guide 30]

3.4**сертифицированное значение
certified value**

значение, приписанное свойству стандартного образца (СО), сопровождаемое установленной неопределенностью и установленной метрологической прослеживаемостью, указанное в сертификате СО.

[ИСТОЧНИК: ISO Guide 30]

3.5**справочное значение
indicative value**

информационное значение

information value

информативное значение

informative value

значение величины или свойства стандартного образца, представляемое только для информации

Примечание 1 к статье Справочное значение не может использоваться в качестве основы для сравнения в цепи метрологической прослеживаемости

[ИСТОЧНИК: ISO Guide 30]

3.6**калибрانت
calibrant**

стандартный образец, используемый для калибровки оборудования или измерительной процедуры.

[ИСТОЧНИК: ISO Guide 30]

3.7**материал для контроля качества
quality control material**

стандартный образец, используемый для контроля качества измерения.

[ИСТОЧНИК: ISO Guide 30]

4 Символы

α	риск ошибки первого рода (ошибка типа I)
β	риск ошибки второго рода (ошибка типа II)
χ^2	Хи-квадрат
d	смещение измерения
k	коэффициент охвата
S_w	стандартное отклонение, рассчитанное по повторным наблюдениям
σ_{wo}	требуемое внутрилабораторное стандартное отклонение
$u()$	стандартная неопределенность параметра в скобках
$U()$	расширенная неопределенность параметра в скобках

U_{CRM}	стандартная неопределенность, связанная со значением свойства ССО
U_{meas}	стандартная неопределенность, связанная со значением, полученным путем измерения ССО
U_{prep}	неопределенность, связанная со значением, полученным путем приготовления калибратора
X_{CRM}	значение определенного свойства ССО
X_{meas}	значение, полученное путем измерения ССО
X_{prep}	значение, полученное путем приготовления калибратора
$\bar{x}$	среднее арифметическое повторных наблюдений

5 Принятые допущения

В настоящем Руководстве используются следующие принятые допущения.

1.1 Измеряемая величина указывается таким образом, что существует уникальное, неизвестное «истинное значение».

5.2 Все статистические методы, описанные в настоящем Руководстве, основаны на следующих допущениях.

- a) Сертифицированное значение является наилучшей оценкой истинного значения свойства ССО.
- b) Все вариации, независимо от того, связаны они с материалом (т.е. однородность) или с измерительным процессом являются случайными и следуют нормальному распределению вероятностей. Значения вероятностей, указанные в настоящем документе, предполагают нормальное распределение. Вероятность может быть другой при отклонении от нормальности.

5.3 Понятие «сертифицированный стандартный образец» (ССО), в том смысле, как используется в настоящем документе, также включает СО, значения свойств которых сопровождаются утверждениями о метрологической прослеживаемости или указаниями неопределенности измерений. Предполагается, что эти значения свойства получены в процессе характеристики в соответствии с ISO Guide 34^[1] и ISO Guide 35^[2].

5.4 В тех случаях, где термин СО используется в настоящем документе, это значит, что любой СО можно использовать для указанной цели. ССО используется как вариант, но, как правило, не самый экономный. На практике, в большинстве случаев используется СО, поступающий без значений свойства, неопределенностей и утверждения о прослеживаемости.

5.5 Значения, указанные как «справочные», «информативные», «для информации» или иным способом обозначенные как неохваченные утверждениями о метрологической прослеживаемости или указаниями неопределенности измерения, рассматриваются как несоответствующие для использования в метрологических областях, где требуется значение, приписанное измеряемой величине, например при калибровке или приписывании значений другим материалам. Тем не менее, эти значения полезны для подтверждения возможности использования СО для контроля прецизионности или в других областях, не требующих значения свойства.

5.6 В тексте настоящего Руководства используется закон распределения неопределенностей. Могут также применяться другие способы распределения неопределенностей, и в некоторых случаях такие альтернативные способы обусловлены условиями их применения. Дополнительное руководство по этим вопросам дано в GUM и его приложениях.

6 СО и их роль в измерении

6.1 Общие сведения о применении СО

6.1.1 СО и ССО в частности, широко используются для следующих целей:

- калибровка оборудования или измерительной процедуры (Раздел 10);
- установление метрологической прослеживаемости (Разделы 9, 10 и 11);
- валидация метода (Разделы 8 и 9);
- приписывание значений другим материалам (Раздел 11);
- контроль качества измерения или измерительной процедуры (Разделы 8 и 9);
- поддержание принятых шкал (Раздел 12).

На Рисунке 1 представлено схематическое изображение измерения, включая отбор и приготовление проб. Указана роль/роли ССО.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO Guide 33:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46fdbd10-ed9a-4af4-b1fd-679d8abca56e/iso-guide-33-2015>

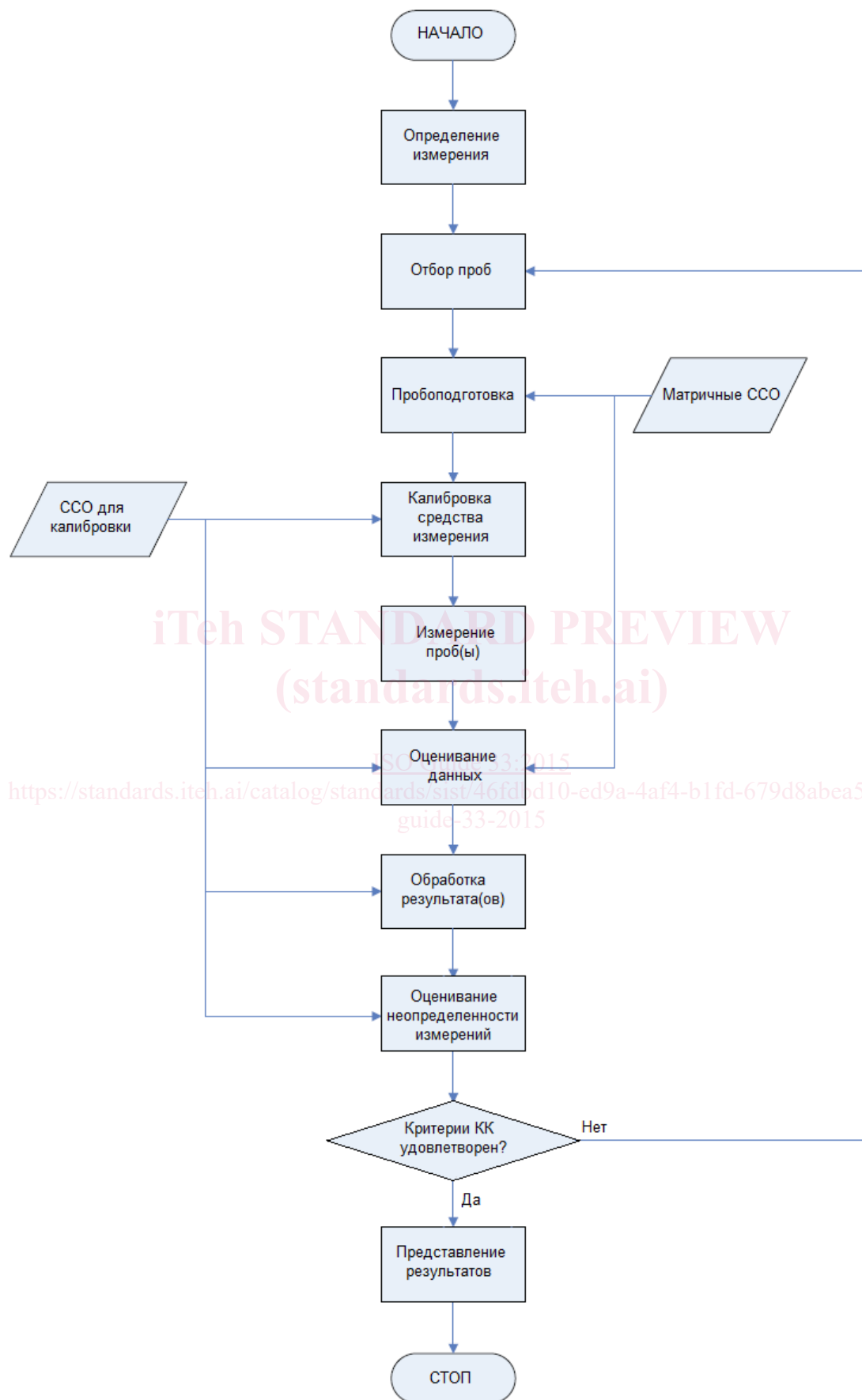


Рисунок 1 — Схематическое изображение измерения и роль в нем ССО

6.1.2 Стандарты, предусмотренные для применения в рамках систем качества лабораторий, например, ISO/IEC 17025^[4] и ISO 15189^[5] требуют, чтобы результаты измерений были метрологически прослеживаемы и измерительное оборудование было откалибровано. Метрологическая прослеживаемость является необходимым условием достижения сравнимых и сопоставимых результатов измерений.

ПРИМЕР Вино с объемной долей 12 % алкоголя можно успешно сравнить с другим вином с объемной долей 13,5 % алкоголя.

6.1.3 Широкий круг лиц принимает как должное, что результаты измерений, выраженные в соответствующих единицах, сопоставимы. Для удовлетворения этого безусловного ожидания от результатов измерений лаборатории должны обеспечить надлежащую калибровку всего оборудования с применением эталонов, которые в свою очередь метрологически прослеживаемы к реализации соответствующей единицы. Во многих случаях эта единица является частью СИ - Международной системы единиц.

6.1.4 Краткий перечень ключевых характеристик СО с перекрестными ссылками на наиболее распространенные области применения СО, приведен в Приложении А к настоящему Руководству.

6.2 Значение свойства

6.2.1 Общие сведения

6.2.1.1 ССО охарактеризованы на одно или несколько свойств. Значения этих свойств сопровождаются:

- a) четким описанием исследуемого свойства;
- b) указанием неопределенности;
- c) утверждением о метрологической прослеживаемости;
- d) указанием срока действия сертификата.

Потребитель должен убедиться, что вся эта информация доступна в недвусмысленном виде.

6.2.1.2 Справочные значения не должны использоваться ни в одной из областей применения ССО, указанных в настоящем Руководстве.

ПРИМЕЧАНИЕ Терминология, применяемая на практике для справочных значений, не всегда согласуется с настоящим Руководством.

6.2.2 Описание рассматриваемого свойства

6.2.2.1 Недвусмысленное описание рассматриваемого свойства значительно способствует принятию решения относительно соответствия ССО его назначению. Потребитель ССО отвечает за оценку пригодности материала для его назначения.

ПРИМЕР Для следовых элементов в почве важно определить, являются ли они общим содержанием, содержанием, полученным в результате неполного разрушения (например, aqua regia), выщелачиваемым содержанием или конкретными видами, содержащими следовые элементы.

6.2.2.2 Значения свойства должны быть выражены в соответствующих единицах, предпочтительно в единицах СИ. Значения свойства следует выражать соответствующим числом цифр, избегая с одной стороны неоправданной потери точности и создания ложного впечатления о точности, с другой.

ПРИМЕЧАНИЕ В GUM (ISO/IEC Guide 98-3:2008, раздел 7) даны рекомендации по округлению результатов измерения и связанных с ними неопределенностей.