
**Качество воды. Межлабораторные
сравнения испытания эффективности
работы аналитических химических
лабораторий**

*Water quality interlaboratory comparisons for proficiency testing of
analytical chemistry laboratories*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 20612:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d4fef4be-2029-4aa2-81b7-c0c3f1d9c53e/iso-ts-20612-2007>

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



Ссылочный номер
ISO/TS 20612:2007(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 интегрированные шрифты и они не будут установлены на 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, использованные 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 20612:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d4fef4be-2029-4aa2-81b7-c0c3f1d9c53e/iso-ts-20612-2007>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2007

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 22 734 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 Условные обозначения	2
5 Требования, относящиеся к провайдеру испытания на компетентность.....	4
6 Участники	4
7 Схема испытания на компетентность	4
8 Проведение испытаний на компетентность	6
9 Оценка испытания на компетентность.....	8
10 Представление результатов	15
11 Организация хранения и обработки данных	15
Приложение А (информативное) Пример принципа оценки по Q-методу	16
Приложение В (информативное) Определение стандартного отклонения повторяемости, s_r	18
Приложение С (информативное) Пример метода оценки в Разделе 9	19
Приложение D (информативное) Пример вычисления функции дисперсии (9.3).....	21
Библиография.....	25

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Деятельность по разработке международных стандартов, как правило, осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованной в той или иной теме, для решения которой был образован соответствующий технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, сотрудничающие с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Части 2, Директив ISO/IEC.

Основное назначение технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, направляются комитетам-членам на голосование. Для опубликования международного стандарта требуется собрать не менее 75 % голосов комитетов-членов.

В иных обстоятельствах, в особенности, когда существует настоятельная необходимость в подобных документах, обусловленная рыночным спросом, технический комитет вправе решать вопрос опубликования других типов нормативного документа, как-то:

- общедоступная публикация ISO (ISO/PAS), отображающая достижение соглашения между техническими экспертами в рабочей группе ISO, принимается для опубликования, если она будет утверждена более чем 50 % членами главного комитета;
- технические условия ISO (ISO/TS), отображающие достижение соглашения между членами технического комитета, принимаются для опубликования, если они будут утверждены 2/3 членами комитета.

Документ ISO/PAS или ISO/TS пересматривается по истечении трех лет для того, чтобы решить вопрос о его повторном утверждении на последующие три года, преобразовании в международный стандарт или аннулировании. Если документ ISO/PAS или ISO/TS будет повторно утвержден, он вновь рассматривается по прошествии трех лет, и уже в этот период времени должен быть преобразован в международный стандарт или быть аннулированным.

Внимание обращается на вероятность того, что отдельные элементы настоящего документа могут составлять предмет патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию каких-либо или всех означенных прав.

ISO/TS 20612 были разработаны Техническим Комитетом ISO/TC 147, *Качество воды*, Подкомитетом SC 2, *Физические, химические и биохимические методы*.

Введение

Участие в межлабораторных испытаниях в различных областях предоставляет любой испытательной лаборатории возможность получения объективной картины своей компетенции. Подобные испытания служат критерием повышения доверия, как для самой лаборатории, так и для потенциальных клиентов.

В основу настоящих технических условий были положены следующие общепризнанные документы:

- ISO/IEC Guides 43-1 и 43-2;
- ISO 13528;
- *Международный гармонизированный протокол для проверки компетенции аналитических химических лабораторий* – (IUPAC, ISO, AOAC);
- ILAC Guide 13;
- ISO/IEC 17025;
- ISO 5725-1 и ISO 5725-2.

Поскольку эти документы определяют только общие принципы подготовки, проведения и оценки испытания на компетентность путем сличения работы между метрологическими учреждениями, настоящие технические условия подробно описывают методику оценки, которую особенно целесообразно применять в секторе исследования воды, отработанной воды и стоков, где результаты межлабораторного сличения играют важную роль в вопросе допуска лабораторий к выполнению некоторых аналитических задач. Следовательно, гарантия достоверности оценки лабораторий является необходимой. Эта оценка не должна зависеть от провайдера, даты или метода анализа.

Качество воды. Межлабораторные сравнения испытания эффективности работы аналитических химических лабораторий

1 Область применения

Настоящие технические условия устанавливают критерии, относящиеся к проверке компетенции путем сличения данных между метрологическими учреждениями в области анализа воды, отработанной воды и стоков. В частности, эти условия устанавливают требования к провайдерам проверок на компетентность и планирование, а также к проведению и оценке данных сличения этих лабораторий.

Данный документ может использоваться, если детерминанты межлабораторного испытания можно рассматривать как измеряемые с некоторой степенью сплошности. Данное условие представляется общим для химических компонентов и физико-химических детерминант, однако, сплошность не всегда существует в случае биологических и/или микробиологических определяющих факторов.

2 Нормативные ссылки

Нижеследующие справочные документы рассматриваются как обязательные для применения настоящего документа. В отношении датированных ссылок будет действительно только указанное издание. В отношении недатированных ссылок применимо последнее издание указанного документа, включая его любые изменения.

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

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

ISO 5725-1:1994/Cor.1:1998, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерения. Часть 1. Общие принципы и определения. Техническая поправка 1*

ISO 5725-2, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерения. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения*

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

ISO/IEC Guide 43-1, *Проверка компетенции путем межлабораторных сравнений. Часть 1. Разработка и применение программ проверки*

ISO/IEC Guide 43-2, *Проверка компетенции путем межлабораторных сравнений. Часть 2: Выбор и использование программ компетентности органами аккредитации лабораторий*

ISO/IEC 17025, *Общие требования к компетенции испытательных и калибровочных лабораторий*

ISO/IEC 17020, *Общие критерии работы различных типов контролируемых органов*

3 Термины и определения

Исходя из назначения настоящего документа, применимы термины и определения, приведенные в ISO 3534-1, ISO 5725-1, ISO 5725-2, ISO/IEC Guide 43-1, ISO/IEC Guide 43-2 и нижеследующие.

3.1
точка отказа
breakdown point
наименьший процент лабораторий с резко отклоняющимися значения, выше которого данный метод оценки может оказаться неприемлемым

3.2
эффективность
efficiency
отношение дисперсии метода оптимальной оценки для нормального распределения к дисперсии рассматриваемого метода оценки, при этом каждый допускает нормальное распределение

ПРИМЕЧАНИЕ Она выражается в процентном отношении.

3.3
проба
sample
совокупность гомогенного аналитического материала идентичной композиции или качества (аналогично термину 'партия')

3.4
аналитическая проба
subsample
определенная часть пробы, полученная соответствующим ее делением, и идентичная по композиции

4 Условные обозначения

- d_i Абсолютная разность между логарифмической функцией дисперсии и логарифмом стандартного отклонения воспроизводимости
- $G_1(x_i)$ Обобщенная функция распределения межлабораторных различий с коррекцией сплошности (s_R)
- $G_2(x_i)$ Обобщенная функция распределения внутрилабораторных различий с коррекцией сплошности (s_r)
- g Предел качества
- $H_1(x_i)$ Обобщенная функция распределения межлабораторных различий (s_R)
- $H_2(x_i)$ Обобщенная функция распределения внутрилабораторных различий (s_r)
- i Индекс, обозначающий серийный номер одной из p выборок
- J_i Число участников в случае выборки I
- j Индекс, обозначающий серийный номер одной из J участвующих лабораторий
- k_1, k_2 Поправочные коэффициенты для вычисления z_U -значения
- μ Общее среднее

μ_i	Общее среднее i -ой выборки
x_a	Приписанное значение
n_j	Число измерений, проведенных лабораторией j
q	Квантильный параметр
p	Число выборок (уровней)
PG_0, PG_1	Экспериментальные значения для функции дисперсии испытания
s_R	Стандартное отклонение воспроизводимости
s_{R_i}	Стандартное отклонение воспроизводимости i -ой выборки
\hat{s}_{R_i}	Стандартное отклонение воспроизводимости для выборки i , скорректированной с использованием функции дисперсии
s_r	Стандартное отклонение повторяемости
σ	Стандартное отклонение для оценки компетентности
W	Весовая матрица
X	Матрица плана
X^T	Транспозированная матрица плана
x_i	Точка разрыва непрерывности
y	Среднеарифметическое результатов испытаний точно не установленной лабораторией
y_{ji}	Результат измерения для i -ого измерения, проведенного лабораторией j
y_j	Среднеарифметическое результатов измерений лаборатории j
z	z -значение, т.е. нормированное отклонение лабораторного результата от приписанного значения
z_U	Скорректированное z -значение
Ψ	Функция для определения оценки Хемпеля
$\chi^2_{p-2; 0,95}$	95 % хи-квадратный квантиль для $p - 2$ степеней свободы
Φ	Функция распределения стандартного нормального распределения
α	Значимый уровень
ν	Стандартное отклонение относительной воспроизводимости
γ	Вектор логарифмов стандартных отклонений
θ_0, θ_1	Параметры логарифмической функции дисперсии

$\tilde{\theta}_0$ Оценка логарифма стандартного отклонения относительной воспроизводимости, если она независима от уровня концентрации

5 Требования, относящиеся к провайдеру испытания на компетентность

Ответственность за проведение испытания на компетентность посредством сличения данных между метрологическими учреждениями несут специалисты, которые знакомы не только с требованиями, относящимися к планированию, проведению и оценке межлабораторных испытаний, но также с аналитическими методами, применяемыми в ходе испытаний; эти специалисты должны подтвердить свои специализированные знания. Вопреки этим исходным данным рекомендуется, чтобы провайдер тестов регулярно организовывал межлабораторные испытания в соответствующей области применения.

Провайдер испытания на компетентность должен располагать документированной соответствующим образом системой управления качеством, основанной на критериях, заданных в ISO/IEC 17020 или ISO/IEC 17025, которая охватывала бы все необходимые структурные условия, ответственности и установившиеся порядки действий.

Кроме того, все измерения в рамках предусмотренного испытания на компетентность должны удовлетворять техническим требованиям, установленным в ISO/IEC 17025.

Консультативная группа, которая включала бы специалистов во всем соответствующим областям, должна быть назначена для того, чтобы привести соответствующую систему межлабораторного испытания в соответствие с современным состоянием науки и техники; при этом надлежащее внимание должно быть уделено специальным требованиям, которые относятся к межлабораторным испытаниям. Рекомендуется хранить письменные отчеты решений этой группы.

6 Участники

ISO/TS 20612:2007

Только лаборатории, которые укомплектованы необходимым персоналом и оборудованием для проведения испытаний, могут принимать участие в межлабораторном испытании. Каждая участвующая лаборатория должна назначить своего представителя, который отвечал бы за обеспечения контакта с руководителем испытания на компетентность и гарантий того, что все исследования будет проведены корректным образом и в соответствии с инструкциями руководителя данного испытания на компетентность.

7 Схема испытания на компетентность

7.1 План испытания на компетентность

Все детали схемы испытания на компетентность должны быть изложены в соответствующем плане до проведения межлабораторного испытания. В частности, это касается:

- сотрудников, принимающих участие в работе;
- матрицы выборки;
- детерминант, подлежащих анализу;
- концентрационного уровня детерминант;
- числа проб;
- контейнеров с пробами;

- сохранности проб;
- распределения выборок;
- связи с участниками испытания на компетентность (PT);
- метода гомогенизации;
- проверки на гомогенность и стабильность;
- метода выведения приписанного значения;
- планирования;
- методика оценки и анализа.

Все соответствующие инструкции, перечисленные в ISO Guide 43-1, должны быть выполнены.

7.2 Извлечение выборки

При извлечении материала выборки необходимо учитывать назначение межлабораторного испытания, целевые концентрационные уровни, требуемую гомогенность и устойчивость, а также средства транспортировки и хранения. В общем, предпочтение следует отдавать не синтетическим, а действительным или вброшенным действительным выборкам. Уровни выборочной матрицы и концентрации должны отражать повседневные условия.

7.3 Извлечение детерминант

Детерминанты, выбранные в частном случае, и их число должны точно определяться в соответствии с целевой группой участников или обоснованием проведения межлабораторного испытания. Детерминанты должны быть определены точно, т.е. определяться некая форма (например, растворимая) или суммарная концентрация.

7.4 Вбрасывание

При приготовлении образцов провайдер испытания на компетентность может сделать их слабо концентрационными. Этот способ целесообразен при установлении требуемых сочетаний концентраций отдельных веществ, определяемых при анализе. Вместе с тем, он не применим или не является возможным во всех случаях, в особенности, если тип вещества, определяемого при анализе, связанный в начальной пробе, значительно отличается от того, который находится во вброшенных растворах, когда изменяется степень трудности применения аналитических методов.

7.5 Число участников

Если статистические методы используются для вычисления приписанного значения из данных участников, их число оказывает влияние на надежность статистически вычисленных данных. В связи с этим целесообразно добиться того, чтобы число лабораторий, принимающих участие в межлабораторном исследовании, оказалось достаточно большим и не опускалось бы ниже двенадцати, если приписанное значение выводится из данных участников.

7.6 Число проб

Тестирование нескольких проб в отношении одного и того же вещества, определяемого при анализе, дает более надежную картину компетентности лаборатории и, следовательно, участникам целесообразно анализировать несколько проб, имеющих различные концентрации отдельных веществ, определяемых при анализе.

Должны быть приняты меры для обеспечения того, чтобы никто из участников не получил бы пробы с высокой или низкой концентрацией.

7.7 Многократные измерения и размер пробы

Для обеспечения того, что межлабораторные испытания проводятся при условиях, которые отображают, насколько это возможно, повседневную работу, участники должны провести одинаковое число многократных измерений, как если бы это была их повседневная работа. Внимание следует обратить на любое техническое описание числа параллельных измерений, требуемых инструкциями или провайдером испытания на компетентность.

Для уменьшения вероятности того, что многократные измерения не окажутся в соответствии с повседневными, или выйдут за число, установленное в межлабораторном испытании, провайдер испытания на компетентность должен, если это практично, ограничить размер выборки, требуемой для заданного испытания.

Разбавления концентратов участниками до испытания по возможности следует избегать.

8 Проведение испытания на компетентность

8.1 Общие положения

Хранению подлежат документы, которые подтверждают корректное соблюдение всех требований плана испытания на компетентность, а равно любые необходимые отклонения от заданной методики.

8.2 Подготовка образца

Всевозможные меры, предпринимаемые для получения материала пробы, которые охватили бы отбор и чистку сосудов для перевозки, отбор проб и транспортирование в лабораторию для дозирования, маркировки и упаковки аналитических проб, должны быть документированы в установленном порядке действий. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d4fef4be-2029-4aa2-81b7-c0c3f1d9c53e/iso-ts-20612-2007>

Если приготавливают синтетические пробы, или реальные пробы подвергают вбросу, провайдер теста на компетентность должен предоставить доказательства пригодности используемых материалов (веществ) в плане возможности контроля химического состава и стехиометрии.

Все методики обеспечения корректного вброса, например, определение точности пипеток или измерения объема, основанного на массе, должны быть однозначно документированы. Кроме того, подлежат определению и принимают во внимание примеси и потери веществ, определяемых при анализе. Ответственность за эти этапы определяют перед проведением испытания на компетентность.

Изменение в концентрациях аналитических проб не должно быть чрезмерно завышенным во время процедуры приготовления, так как стандартное отклонение воспроизводимости данных испытания в противном случае будет принимать нереально высокие значения. Это необходимо учитывать, в частности, в отношении неустойчивых и высоко летучих веществ.

Контейнеры для проб и аналитических проб должны быть такими, чтобы можно было свести к минимуму примеси со стороны материала и потери вследствие адсорбции, дегазации и т.д.

8.3 Испытание на устойчивость и гомогенность

Провайдер теста на компетентность должен предоставить доказательства устойчивости и гомогенности аналитических проб и, в частности, определяемых веществ для каждого этапа межлабораторного испытания. С этой целью дополнительные резервные пробы, подлежащие исследованию в соответствующие интервалы времени в ходе межлабораторного испытания провайдером на проверку устойчивости, должны подготавливаться при дозировании аналитических проб.