

C O D E X A L I M E N T A R I U S

Международные стандарты на пищевые продукты



Продовольственная и
сельскохозяйственная
организация
Объединенных Наций



Всемирная
организация
здравоохранения

E-mail: codex@fao.org - www.codexalimentarius.org

РЕКОМЕНДАЦИИ В ОТНОШЕНИИ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ

CXG 54-2004

Приняты в 2004 году. Пересмотрены в 2021 году.

1. Результаты аналитических измерений используются в контроле пищевых продуктов для оценки соответствия пищевых продуктов установленным требованиям. На точность результатов измерения влияют различные составляющие погрешности, и важно, чтобы эти погрешности были должным образом учтены. Поскольку истинное значение измеряемой величины неизвестно, точное значение погрешностей определить нельзя. В силу этого основное внимание при проведении измерений уделяется оценке неопределенности результата измерения. Со всеми результатами измерений связана соответствующая неопределенность; отсутствие оценки неопределенности измерения не означает отсутствия неопределенности. Оценка неопределенности измерения требуется для установления сопоставимости результатов. Соответственно неопределенность измерений имеет важнейшее значение при проведении аналитических испытаний и последующем принятии решений.
2. Настоящие Рекомендации не содержат указаний по оценке вклада неопределенности, связанной с процессом выборки, в общую неопределенность и не содержат указаний по учету неопределенности измерений при составлении плана выборочного приемочного контроля в партиях продукции. Комиссия "Кодекс Алиментариус" разработала "Руководящие принципы оценки компетентности испытательных лабораторий, работающих в области контроля продуктов питания при импорте и экспорте" (СХГ 27-1997), рекомендуя лабораториям, занимающимся контролем пищевых продуктов при импорте/экспорте внедрить общие критерии, установленные в стандарте ИСО/МЭК 17025. Этот стандарт требует, чтобы информация о неопределенности измерений указывалась в отчетах об испытаниях в тех случаях, когда это имеет отношение к достоверности или применению результатов испытаний, этого требует заказчик либо неопределенность измерения влияет на соответствие установленному пределу.

Сфера охвата

3. Настоящие Рекомендации охватывают общие аспекты неопределенности измерения для количественного анализа, приводят определения неопределенности измерения и связанных с ней терминов и уточняют роль неопределенности измерения в интерпретации результатов измерения при оценке соответствия и определении планов отбора проб для проведения контроля партий. В настоящих Рекомендациях не рассматривается составляющая неопределенности, связанная с отбором проб, и основное внимание уделяется вкладу неопределенности, возникающей в связи с отбором пробы для анализа из лабораторной пробы, взятия навески (части образца для анализа) из пробы для анализа (т. е. погрешностям из-за неоднородности¹ навесок пробы) и анализом навески в лаборатории.
4. Аналитические измерения в контроле пищевых продуктов зачастую являются *количественными*, но результаты *качественного* анализа также имеют значение. Хотя оценка неопределенности измерения в случае качественного анализа не требуется, рекомендуется, чтобы лаборатории определили факторы, которые влияют на результаты таких анализов и установили процедуры контроля качества для контроля соответствующих эффектов.

Предварительные условия

5. Лаборатории, выполняющие аналитические измерения, должны использовать эффективные процедуры обеспечения качества (должным образом обученный персонал, техническое обслуживание и калибровка оборудования, наличие справочных материалов и стандартов, документация, участие в аттестационных испытаниях, карты контроля качества и т.д.), которые могут использоваться для оценки неопределенности измерений. Кроме того, рекомендуется наличие статистических знаний у квалифицированного персонала либо у внешних консультантов, достаточных, чтобы обеспечить правильное применение статистических методов, математических формул и правил принятия решений, а также соблюдение критериев риска для производителя и потребителя (JCGM 106: и ИСО 10576).

¹ Неоднородность навесок состоит из композиционной неоднородности (КН) и пространственной неоднородности (ПН). Оба типа ведут к случайным погрешностям при отборе навески, известным как фундаментальная погрешность отбора (также называемая фундаментальной изменчивостью) и погрешность группирования и сегрегации. Результаты фундаментальной изменчивости образуют КН и оказывают доминирующее влияние на общую изменчивость в тех случаях, когда целевое соединение преимущественно содержится в определенной доле частиц (имеется небольшое количество частиц с относительно высокой концентрацией целевого соединения). Фундаментальную изменчивость можно контролировать, отбирая достаточно большое количество материала для навески. Погрешность группирования и сегрегации обусловлена ПН и представляет собой неслучайное распределение (пространственное или временное) целевого соединения в материале, из которого отбирается навеска. Погрешность группирования и сегрегации можно контролировать, отбирая достаточное количество случайных точечных проб для формирования навески.

Термины и определения

6. Для целей настоящих Рекомендаций используются термины и определения из следующих документов:

- СХГ 72-2009 ("Рекомендации по аналитической терминологии")
- Международный словарь по метрологии. Основные и общие понятия и соответствующие термины. Объединенный комитет по руководствам в области метрологии.
- ISO 3534-1 Статистические методы. Словарь и условные обозначения. Часть 1: Общие статистические термины и термины, используемые в теории вероятностей.
- ISO 3534-2 Статистические методы. Словарь и условные обозначения. Часть 2: Прикладная статистика.
- ISO 2859-1 Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по альтернативному признаку. Часть 1. Планы выборочного контроля последовательных партий на основе приемлемого уровня качества.
- ISO 3951-1 Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по количественному признаку. Часть 1. Требования к одноступенчатым планам на основе AQL при контроле последовательных партий по единственной характеристике и единственному AQL
- ISO 6498 Корма для животных. Подготовка проб для испытаний
- ISO 10725 Планы приемочного выборочного контроля и методы контроля сыпучих материалов
- ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

7. Для удобства пользования приведены следующие определения:

- **Контроль по количественному признаку:** Контроль на основе измерений характеристики качества единицы продукции.
- **Единица продукции:** Объект, который может быть рассмотрен и описан индивидуально.
- **Лабораторная проба:** Проба, подготовленная (от партии) для отправки в лабораторию и предназначенная для осмотра или исследований.
- **Партия:** Определенное количество продукта, изготовленного или произведенного в одних и тех же условиях.
- **Неопределенность измерения:** Параметр, связанный с результатом измерения, и характеризующий рассеяние значений, которые могли бы быть обоснованно приписаны измеряемой величине (т. е. количеству, предназначенному для измерения).
- **Выборка:** Набор элементов из партии, состоящий из одной или нескольких единиц продукции, предназначенный для получения информации о партии.
- **План отбора проб:** Заданные объем выборки, методология отбора образцов и критерии приемлемости партии.
- **Объем выборки:** Количество единиц продукции в выборке.
- **Навеска:** Количество материала, взятого из анализируемой пробы (или из лабораторной пробы, если это одно и то же).
- **Анализируемая проба:** Подвыборка или проба, взятая из лабораторной пробы, из которой далее могут взять навески для исследований.

Общие соображения

8. При выполнении измерения обычно предполагается, что существует "истинное значение" измеряемой величины. Однако это истинное значение неизвестно и, значит, доступно только как эталонное значение или условное истинное значение. Поэтому погрешность измерения нельзя достоверно оценить, и фокус смещается на оценку неопределенности измерения. Неопределенность измерения выражается как интервал, в пределах которого значения, которые можно обоснованно приписать измеряемой величине, будут лежать с заданным уровнем доверия. Результат неопределенности измерения отражает отсутствие точного знания о значении измеряемой величины. Поскольку все результаты измерения допускают наличие погрешности, от лабораторий ожидается, что они будут оценивать и при необходимости указывать в отчетах о результатах исследования неопределенность

измерения, связанную с каждым результатом.

9. На измерения влияет множество факторов – например, факторы, связанные с изменениями температуры, давления, влажности, матричным эффектом или оценочными суждениями оператора (лаборанта-аналитика). Эти погрешности можно разделить на *систематические* и *случайные*. Систематическую погрешность часто называют "стандартной ошибкой". Даже если бы все компоненты систематической погрешности можно было оценивать и вводить на них поправку, результаты измерения оставались бы подверженными случайным погрешностям, которые невозможно учесть и которые приводили бы к неопределенности. Примером проявления случайной погрешности является дисперсия результатов измерений, наблюдаемая при выполнении измерений в одной лаборатории в почти идентичных условиях, т. е. в условиях повторяемости. И систематические, и случайные составляющие неопределенности измерения следует суммарно выражать в количественной форме. Составляющие неопределенности измерения могут быть оценены на основе статистического распределения результатов серии измерений и охарактеризованы стандартными отклонениями. Другие составляющие, которые также могут быть охарактеризованы стандартными отклонениями, оцениваются на основе предположений о характере распределения, полученных из опыта или другой информации. Все элементы неопределенности, включая вытекающие из систематических эффектов, таких как неопределенность поправок на стандартные ошибки и аналитические стандарты, вносят вклад в дисперсию.
10. Важно отметить, что время и финансовые ресурсы не позволяют оценивать и корректировать все погрешности измерения. По этой причине основной упор делается на выявление и оценку *главных* составляющих неопределенности измерения. Однако крайне важно выявить и оценить систематические составляющие неопределенности измерения, поскольку их нельзя уменьшить повторными измерениями. По возможности, следует использовать аналитические методы, которые прошли валидацию в межлабораторных исследованиях. При наличии двух методов с одинаковой неопределенностью измерений следует предпочесть метод с более низкой систематической погрешностью.

Составляющие неопределенности

11. При выполнении измерения важно учитывать все возможные составляющие неопределенности, которые повлияют на результат измерения. Типичные составляющие неопределенности включают эффекты, связанные с инструментальным оборудованием, оператором, матрицей пробы, методом, калибровкой, временем и условиями окружающей среды. Эти составляющие могут быть взаимозависимыми, в случае чего соответствующие корреляции следует учитывать в бюджете неопределенности, т. е. в отчете о неопределенности измерений, составляющих неопределенности, их вычислении и суммировании. Кроме того, в определенных обстоятельствах эффект, связанный с конкретной составляющей неопределенности, может измениться со временем, что потребует новой оценки неопределенности измерения. С более подробной информацией по этому вопросу можно ознакомиться в Руководстве ЕВРАХИМ/СИТАК "Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях", разделы 7.3.1, 7.13.2 и 7.13.3.

Процедуры оценки неопределенности измерений

12. Существует целый ряд подходов к оценке неопределенности результатов измерения, описанных, в частности, в документе Объединенного комитета по руководствам в метрологии JCGM 100:2008 "Оценивание данных измерений. Руководство по выражению неопределенности измерения" и Руководстве ЕВРАХИМ/СИТАК "Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях". Настоящие Рекомендации Кодекса не рекомендуют какой-либо конкретный подход для оценки неопределенности измерений, но важно, чтобы любой используемый подход был научно приемлемым². Среди таких научно приемлемых подходов нельзя выделить какой-то более эффективный – другими словами, "иерархии подходов" не существует. Выбор нужного подхода зависит от типа измерения или анализа, используемого метода, требуемого уровня надежности и срочности запроса на оценку неопределенности измерения. Обычно в таких процедурах используется либо восходящий подход, основанный на оценке отдельных составляющих неопределенности (подход "снизу вверх"), либо нисходящий подход (подход "сверху вниз"), основанный на данных, полученных в ходе межлабораторных сравнительных испытаний, оценки квалификации исполнителей, валидационных испытаний, внутрилабораторного контроля качества проб, или на комбинации таких данных. Для микробиологических испытаний процедура, описанная в ISO 19036, использует подход

² "Научно приемлемый" здесь означает, что используемый подход уже описан в международном стандарте или руководстве либо после экспертного изучения будет признан целесообразным.

"сверху вниз".

13. Наиболее распространенные подходы к оценке неопределенности измерений:
- Моделирование (ISO GUM)
 - Восходящий подход, основанный на оценке отдельных составляющих неопределенности, описанный в JCGM 100 и в JCGM 101 (метод Монте-Карло)
 - Внутрिलाбораторная валидация
 - Нисходящий подход, например, описанный в документе Nordtest TR 537, Процедуре №5 NMKL и в Руководстве ЕВРАХИМ/СИТАК "Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях" (неопределенность результатов, полученных с использованием одной и той же процедуры в одной лаборатории при различных условиях)
 - Межлабораторная валидация
 - Нисходящий подход, использующий стандартное отклонение воспроизводимости (ISO 5725-2, ISO 5725-3 и ISO 21748) (неопределенность результатов, полученных с использованием одной и той же процедуры в разных лабораториях)
 - Проверка квалификации
 - Нисходящий подход, использующий стандартное отклонение оценки компетенции (неопределенность результатов, полученных при анализе одного и того же образца (образцов) в разных лабораториях)
14. Эти процедуры не являются эквивалентными и могут давать различные оценки неопределенности измерения. При использовании нисходящего подхода стандартное отклонение воспроизводимости, полученное в межлабораторных исследованиях, часто используется как оценка неопределенности измерений. При оценке неопределенности измерений следует должным образом учитывать такое составляющее неопределенности, как несоответствие матриц. Для устранения этого недостатка можно использовать разные матрицы и уровни концентрации (в зависимости от области применения метода). В случае использования внутрिलाбораторной валидации промежуточная прецизионность (внутрिलाбораторная воспроизводимость) используется для оценки неопределенности, и, таким образом, в результате не учитывается систематическая погрешность лаборатории и оценка неопределенности может быть занижена. В зависимости от конкретного случая эту проблему можно решить, например, оценкой данной погрешности и внесением соответствующей поправки путем проведения эксперимента на открываемость (при должном учете неопределенности поправки на открываемость) или моделированием лабораторной погрешности путем изменения влияющих факторов, таких как аналитический инструментарий, операторы, временной промежуток, оборудование для приготовления пробы и т.д. Сертифицированные эталонные материалы также могут использоваться для оценки систематической погрешности лаборатории и ее неопределенности.
15. Помимо того, что эти процедуры могут различаться в зависимости от присутствия влияющих факторов, зачастую имеет место значительная дисперсия из-за случайной изменчивости показателей стандартного отклонения (промежуточная прецизионность (внутрिलाбораторная воспроизводимость), воспроизводимость, повторяемость). Поэтому информация о выбранном подходе для оценки неопределенности измерения (внутрिलाбораторная валидация, межлабораторное исследование, восходящий подход и т.д.) и оцененном уровне доверия к неопределенности изменения должна быть предоставлена по запросу.
16. Почти все данные о неопределенности выражаются в виде стандартных отклонений или функций стандартных отклонений. Если стандартное отклонение рассчитывается с использованием небольшого количества данных, существует значительная неопределенность в полученной оценке неопределенности измерения.
17. При разработке экспериментальных исследований и оценке неопределенности измерений следует учитывать надежность составляющих неопределенности. Это особенно важно, если оценка стандартного отклонения получена на основе небольшого числа испытаний, проведенных одной лабораторией, или в межлабораторном исследовании с участием небольшого количества лабораторий.
18. Даже при невозможности оценки некоторых составляющих неопределенности измерения такие составляющие зачастую можно по меньшей мере определить, исходя из научных принципов, опыта и современных знаний, основанных, например, на результатах, полученных в сопоставимых

лабораториях, при сопоставимых уровнях концентрации, матрицах, аналитических методах или анализах.

19. Для того чтобы продемонстрировать, что лаборатория компетентна в применении валидированного метода, существует два возможных подхода:
 - a. Лаборатория использует валидированный внутрилабораторно метод анализа с установленными пределами в отношении основных составляющих неопределенности измерения вместе с точным способом расчета соответствующих количественных параметров.
 - b. Лаборатория использует метод, который был валидирован в межлабораторном исследовании, в рамках которого были установлены характеристики эффективности данного метода, и удостоверяет, что он может соответствовать и (или) превышать внутрилабораторные параметры эффективности в соответствии с официальным стандартизованным методом и что все критические факторы, влияющие на неопределенность измерения, контролируются.
20. Большинство методов, используемых для лабораторной проверки пищевых продуктов и рекомендованных в документах Кодекса, являются широко признанными методами, которые были должным образом валидированы. Если компетентность лаборатории в применении валидированного метода была продемонстрирована в соответствии с одним из двух описанных выше подходов, оценка неопределенности измерения считается успешно выполненной, и любые требования в отношении неопределенности измерения считаются выполненными.
21. Согласно "Руководящим принципам оценки компетентности испытательных лабораторий, работающих в области контроля продуктов питания при импорте и экспорте" (СХГ 27-1997), лаборатории, работающие в области контроля импорта и экспорта пищевых продуктов, должны соответствовать критериям, изложенным в ISO/IEC 17025 "Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий". ISO/IEC 17025 требует от лабораторий использования валидированных методов (см. раздел 7.2); таким образом, данные межлабораторного или внутрилабораторного валидационного исследования могут быть использованы для оценки неопределенности измерений по нисходящему методу. В разделе 7.6.2 Руководства ЕВРАХИМ/СИТАК "Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях" приводится процедура оценки неопределенности измерения с использованием данных межлабораторного исследования. Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК также ссылается на ISO 21748 как на основной документ для оценки неопределенности на основе "данных межлабораторного исследования, полученных в соответствии со стандартами ISO 5725".

Применение неопределенности измерения

22. Неопределенность измерения используется в ряде случаев, в том числе:
 - В отчетах о результатах испытания (см. раздел 7.8.3.1 с) ISO/IEC 17025 "Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий"):

Как правило, неопределенность измерения указывается в отчете как расширенная неопределенность результата измерения U , т. е. как стандартная неопределенность u , умноженная на коэффициент охвата $k = 2$, что для нормального (гауссовского) распределения соответствует вероятности охвата приблизительно 95%. Примечание: чем выше неопределенность стандартного отклонения, использованного для расчета неопределенности измерения, тем ниже вероятность охвата последнего. В таких случаях может быть целесообразно увеличить коэффициент охвата k , взяв соответствующий коэффициент распределения Стьюдента t .
 - Для оценки соответствия требованиям: чтобы оценить, соответствует ли истинное значение исследованного лабораторного образца (т. е. отдельной единицы продукции) установленным требованиям (см. пункты 25 и 26). Примеры и объяснения правил приемки можно найти в разделе 8 документа JCGM 106 и в разделе 6 ISO 10576-1. Графический пример приведен ниже на рисунке 1.
 - Для выработки планов статистического приемочного контроля по количественному признаку. Определение объема выборки и контрольного норматива для планов выборочного контроля по количественному признаку основывается на процедурах и планах отбора проб, представленных в стандартах ISO и (или) руководствах Кодекса, например, ISO 3951-2 и "Общем руководстве по отбору проб" (СХГ 50-2004). Если неопределенность измерения не является пренебрежимо малой по отношению к стандартному отклонению процесса, при выработке плана следует учитывать различные составляющие неопределенности (см., например, Приложение Р в ISO 3951-2).

- При оценке качества работы лабораторий (см. разделы 9.6 и 9.7 ISO 13528).
- Для характеристики сертифицированных эталонных материалов.
- Для сравнения результатов измерения с истинными/опорными значениями (ISO 5725-6).

Примечание 1. Важно проводить различие между соответствием установленным требованиям отдельной единицы продукции и соответствием установленным требованиям партии, состоящей из некоторого количества (иногда очень значительного) единиц. В последнем случае приемка партии проводится на основе пробы из случайно выбранных единиц продукции. Сочетание планов выборочного контроля по альтернативному признаку с классификацией каждой единицы продукции как соответствующей или несоответствующей с помощью подхода, представленного на рисунке 1 ниже, не является эффективной процедурой контроля партии (даже если неопределенность измерения включает компонент выборки), поскольку для удовлетворительного контроля рисков потребителей и производителей потребовалось бы значительное увеличение объема пробы.

Примечание 2. Информация по отдельным составляющим неопределенности измерения требуется при выработке планов выборочного контроля по количественному признаку (если неопределенность измерения не является пренебрежимо малой по отношению к стандартному отклонению процесса). Такая информация может отсутствовать в тех случаях, когда неопределенность измерения указывается в отчете как единый показатель.

Как сообщать о неопределенности измерений в отчетах о результатах испытаний

23. Согласно разделам 7.8.3.1 с) и 7.8.6 стандарта ISO/IEC 17025, в отчеты о результатах испытаний следует включать информацию о неопределенности измерений для принятия решения о соответствии лабораторного образца спецификации на основании результата анализа.
24. В то же время в стандарте ISO/IEC 17025 не уточняется, какую именно информацию следует указывать. Вместе с тем очевидно, что было бы полезно включить информацию о том, применялась ли поправка на систематическую погрешность метода и включен ли вклад, соответствующий неопределенности поправки на систематическую погрешность, в указанную неопределенность измерения. Более подробная информация приводится в документах Международной организации по сотрудничеству в области аккредитации лабораторий (ILAC) ILAC-G17 ("Руководство по неопределенности измерений в испытаниях") и ILAC-G8 ("Руководящие принципы, касающиеся правил принятия решений и заявлений о соответствии"), а также в Руководстве ЕВРАХИМ/СИТАК по использованию информации о неопределенности в оценке соответствия.

Примеры ситуаций, возникающих при учете неопределенности измерений

25. На рисунке 1 показано, как неопределенность измерения может влиять на решение о том, соответствует ли истинное значение лабораторной пробы (т. е. отдельной единицы продукции) спецификации, в которой указан максимально допустимый уровень. Процедура, представленная на рисунке 1, не всегда применима и представлена только для иллюстрации общего принципа. Такие интервалы неопределенности результатов измерения, как на рисунке 1, не могут использоваться в качестве обоснованной процедуры оценки соответствия.
26. Решение о том, соответствует ли лабораторная проба спецификации, зависит от правил, которые участвующие стороны согласились применять.

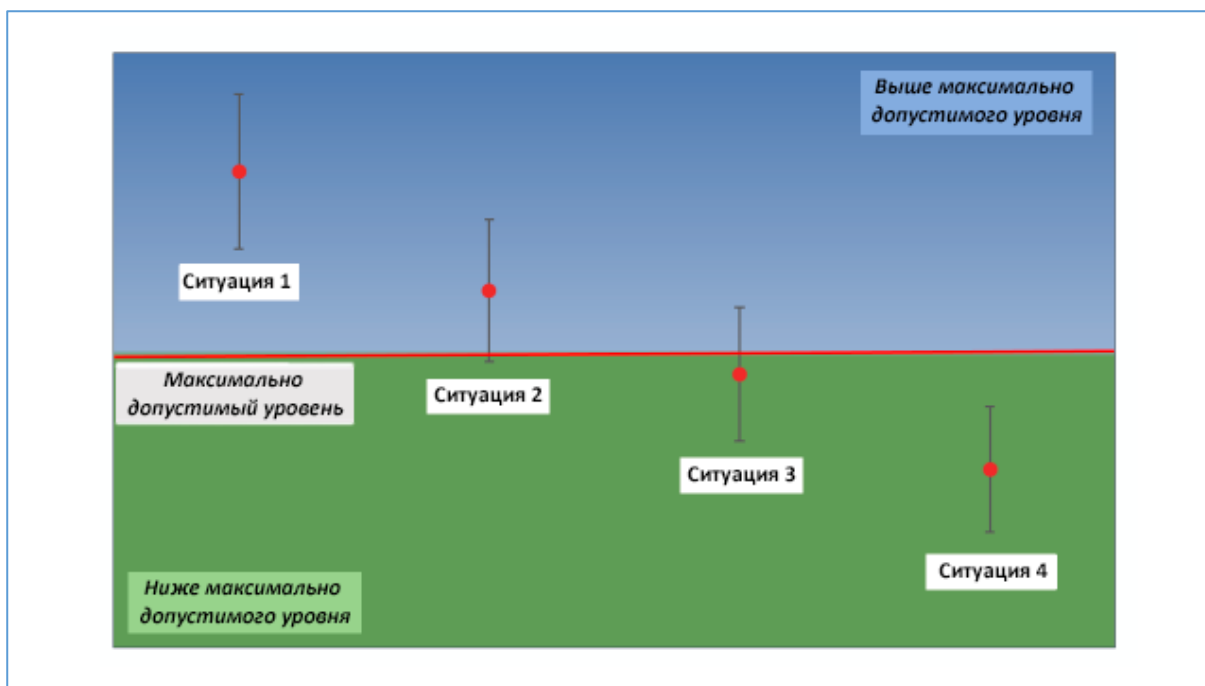


Рисунок 1. На диаграмме показано, как неопределенность измерения может учитываться при оценке соответствия отдельной единицы продукции требованиям спецификации. Такая процедура не подходит для контроля партии. Для каждой ситуации красная точка обозначает индивидуальный результат испытания, а вертикальная полоска – расширенный интервал неопределенности измерения.

Ситуация 1

Если из аналитического результата вычесть расширенную неопределенность, получится значение, превышающее максимально допустимый уровень. Вывод: истинное значение превышает уровень, допустимый спецификацией.

Ситуации 2 и 3

Аналитический результат отличается от максимально допустимого уровня на величину, меньшую, чем расширенная неопределенность. Стандартная интерпретация таких результатов: результаты неубедительны. Принимаемые меры зависят от существующих соглашений между торговыми партнерами.

Ситуация 4

Аналитический результат ниже максимально допустимого уровня на величину, большую, чем расширенная неопределенность. Вывод: истинное значение находится ниже уровня, допустимого спецификацией.

Примечание. Последствия ситуаций 1–3 в случае анализа на соблюдение МДУ подробно рассматриваются в "Методических указаниях по оценке неопределенности результатов" (CXG 59-2006). Если, как в ситуациях 2 и 3, вывод о том, что МДУ превышен или соответствует требованиям нельзя сделать без обоснованных сомнений (в отношении рисков для потребителей и производителей), решение будет зависеть от принятой государственной практики и существующих соглашений между торговыми партнерами, которые, таким образом, могут существенно повлиять на приемку коммерческих грузов. Этот вопрос рассматривается в разделе 4 "Принципов использования методов отбора и анализа проб в международной торговле продовольствием" (CXG 83-2013). Принцип 5 гласит, что "страна-экспортер и страна-импортер должны договориться о том, каким образом учитывается погрешность аналитических измерений при оценке соответствия результатов измерения относительно разрешенного предела".