

Применение ГЭТ при испытаниях стандартных образцов. Демонстрация метрологической прослеживаемости с применением государственных эталонов

Докладчик - О.Н. Кремлева, зав. отдела ГССО,
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

«Метрологическая прослеживаемость»

Метрологическая прослеживаемость – свойство **результата измерения**, в соответствии с которым результат может быть соотнесен с основой для сравнения через документированную непрерывную цепь **калибровок**, каждая из которых вносит вклад в **неопределённость измерений**...

ПРИМЕЧАНИЕ 1. В этом определении «основой для сравнения» может быть **определение единицы измерения** через её практическую реализацию, или **методика измерений**, включающая единицу измерения для величин, отличных от **порядковых**, или **эталон**

JCGM 200:2008 “International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM)” VIM 3, п. 2.41

ISO 17034:2016

Общие требования к компетентности производителя стандартных образцов



ISO Guide 30:2015

Стандартные образцы. – Основные термины и определения



ISO 17511:2020

Медицинские изделия для in vitro диагностики — Требования к установлению метрологической прослеживаемости значений, присваиваемых калибраторам, материалам контроля истинности и образцам человека



P10:07/2020

Политика по метрологической прослеживаемости результатов измерений



Обеспечение метрологической прослеживаемости согласно практике МБМВ

международные ключевые сличения эталонов

калибровочные и измерительные возможности национальных метрологических институтов (НМИ)

взаимное признание национальных измерительных эталонов и признание действительности сертификатов о калибровке и измерениях, выданных НМИ

Соглашение CIPM MRA между НМИ



создание действительно
достоверной демонстрации
метрологической
прослеживаемости к международно
признанным эталонам



большая длительность процесса создания
национальных первичных эталонов и
демонстрация признания измерительных и
калибровочных возможностей НМИ, вследствие
чего НМИ не всегда успевают обеспечить
мировую экономику необходимым количеством
номенклатуры СО, в то время как развитие
технологического парка страны успевает
значительно продвинуться вперед

PCT

Обеспечение метрологической прослеживаемости согласно практике ИСО/РЕМКО

Трудности НМИ по созданию обширной номенклатуры СО и многообразию объектов и определяемых компонентов

ISO/TR 16476:2016 Стандартные образцы. Установление и выражение метрологической прослеживаемости значений величин, приписанных стандартным образцам

для демонстрации предполагается один из следующих вариантов:

- измерения отдельным (первичным) методом в отдельной лаборатории;
- измерения двумя или более независимыми стандартными методами в одной лаборатории;
- измерения сетью лабораторий, использующих один или несколько методов с демонстрируемой точностью;
- измерения конкретным методом, дающим только оценку значений свойств.



более гибкая и менее затратная (по сравнению с практикой МБМВ)
достоверная демонстрация метрологической прослеживаемости СО



- даже в тех случаях, когда по-отдельности прослеживаются все результаты сертификации СО, полученные от сети лабораторий, совершенно неясными остаются степени и основы сравнения цепи прослеживаемости объединённого результата,
- объединяемые результаты отдельных лабораторий прослеживаются к различным основам сравнения или, по меньшей мере, различными путями
- более «размытая» прослеживаемость коммерческих СО

Обеспечение метрологической прослеживаемости согласно практике ИЛАК

действительная метрологическая прослеживаемость



НМИ производят сертифицированные СО с использованием услуги, которая включена в ВІРМ КСДВ



Аккредитованные производители СО производят сертифицированные СО в соответствии с областью их аккредитации, а орган по аккредитации находится в сфере действия Соглашения ИЛАС или региональных соглашений, признанных ИЛАС



Сертифицированные значения, присвоенные сертифицированным СО, содержатся в базе данных Объединённого комитета по прослеживаемости в лабораторной медицине (**JCTLM**)



- учитывает проблематику обеспечения лабораторий только СО, произведенными НМИ.
- допускает применение СО других производителей, но с обязательным условием демонстрации метрологической прослеживаемости
- поддерживает подходы к демонстрации метрологической прослеживаемости, рекомендованные документами ИСО/РЕМКО



чётко не определены опорные точки, до которых устанавливается метрологическая прослеживаемость, что приводит к неоднозначным суждениям Органа по аккредитации при оценивании метрологической прослеживаемости СО

«Метрологическая прослеживаемость»

Метрологическая прослеживаемость – свойство **результата измерения**, в соответствии с которым результат может быть соотнесен с основой для сравнения через документированную непрерывную цепь **калибровок**, каждая из которых вносит вклад в **неопределённость измерений**...

ПРИМЕЧАНИЕ 1. В этом определении «основой для сравнения» может быть **определение единицы измерения** через её практическую реализацию, или **методика измерений**, включающая единицу измерения для величин, отличных от **порядковых**, или **эталон**

Прослеживаемость – свойство эталона единицы величины, средства измерений или результата измерений, заключающееся в документально подтвержденном установлении их связи с **государственным первичным эталоном** или **национальным первичным эталоном иностранного государства соответствующей единицы величины** посредством сличения эталонов единиц величин, поверки, калибровки средств измерений

JCGM 200:2008 “International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM)” VIM 3, п. 2.41

Федеральный закон № 102-ФЗ
«Об обеспечении единства измерений»

РСТ

Публикации

➤ Медведевских С.В., Собина Е.П., Кремлева О.Н., Медведевских М.Ю., Собина А.В., Тараева Н.С.

Измерительная техника. 2021. № 8. С. 25-29.

Метрологическая прослеживаемость стандартных образцов КОOMET. Часть 1. Международная практика по установлению прослеживаемости сертифицированных значений стандартных образцов

Измерительная техника. 2021. № 8. С. 30-37.

Метрологическая прослеживаемость стандартных образцов КОOMET. Часть 2. Характеризация стандартных образцов

➤ Sargent M.

Accreditation and Quality Assurance, 2020, vol. 25, pp. 367–372

Обеспечение и использование утверждений о прослеживаемости для стандартных образцов

Типовые назначения СО

Испытания СИ в
целях утверждения
типа

Поверка СИ,
аттестация эталонов

Построение
градуировочной
зависимости, контроль
точности результатов
измерений, калибровка

**Прослеживаемость
аттестованного
значения СО**

Блок 1

Блок 2

Приказ Минпромторга РФ от 28.10.2020 № 2907
Постановление Правительства РФ № 734 (в ред.
Постановления Правительства РФ от 21.10.2019 N 1355)

ГОСТ ISO/IEC
17025-2009

Способ определения аттестованного значения СО

- ✓ использование государственных эталонов единиц величин,
- ✓ применение аттестованных методик измерений,
- ✓ сравнение со стандартным образцом,
- ✓ межлабораторный эксперимент,
- ✓ расчётно-экспериментальный

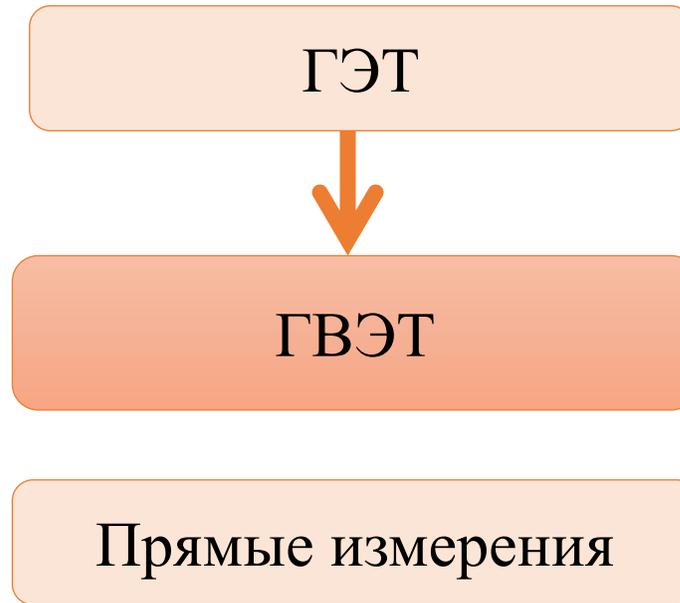
Схемы прослеживаемости аттестованного значения СО. Использование государственных эталонов единиц величин



Прослеживаемость аттестованного значения стандартного образца к единице величины «массовая доля компонента», воспроизводимой ГЭТ 208 Государственным первичным эталоном единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии обеспечена проведением прямых измерений на ГЭТ 208

Схемы прослеживаемости аттестованного значения СО.

Использование государственных эталонов единиц величин



Прослеживаемость аттестованного значения стандартного образца к единице величины «массовая доля компонента», воспроизводимой ГЭТ 176 Государственным первичным эталоном единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии обеспечена проведением прямых измерений на ГВЭТ 176-1 Государственном вторичном эталоне единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа

Схемы прослеживаемости аттестованного значения СО. Применение первичной референтной методики измерений

Первичная референтная методика
измерений



Соблюдение процедур
измерений

Прослеживаемость аттестованного значениям массовой доли жира к единице величины «массовая доля компонента» обеспечивается строгим соблюдением процедуры измерений по Государственной первичной референтной методике измерений массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье М.241.01/РА/RU.311866/2018

Схемы прослеживаемости аттестованного значения СО.

Межлабораторный эксперимент

Применение референтного значения

ГЭТ, ГВЭТ, ПРМИ



Результат измерений, полученный на эталоне,
включен в МЛЭ

Прослеживаемость аттестованного значения стандартного образца к единице величины «массовая доля компонента», воспроизводимой ГЭТ 176 Государственным первичным эталоном единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии обеспечена согласованностью результатов измерений, полученных в рамках межлабораторного эксперимента с результатами измерений, полученными на ГВЭТ 176-1 Государственном вторичном эталоне единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа (ГЭТ, РЭ, ПРМИ)

Схемы прослеживаемости аттестованного значения СО.

Межлабораторный эксперимент

Применение эмпирических методик измерений

ГЭТ, ГВЭТ, ПРМИ

ГПС

Прослеживаемость аттестованного значения стандартного образца к единице величины «октановое число» в рамках межлабораторного эксперимента обеспечена применением поверенных средств измерений и стандартных(ого) образцов(а) утвержденных(ого) типов(а) компетентными испытательными лабораториями, в том числе аккредитованными на соответствие ГОСТ ISO/IEC 17025

Схемы прослеживаемости аттестованного значения СО. Расчетно-экспериментальная процедура приготовления

ГЭТ, ГВЭТ, РЭ



Результат измерений исходных компонентов

Прослеживаемость аттестованного значения стандартного образца, установленного по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления:

- к единице величины «массовая доля компонента», воспроизводимой ГЭТ 176 Государственным первичным эталоном единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии, обеспечена проведением измерений массовой доли азота в исходном материале стандартного образца на ГВЭТ 176-1;

- к единице величины «масса», воспроизводимой ГЭТ 3 Государственным первичным эталоном массы (килограмм) обеспечена посредством применения поверенных весов через неразрывную цепь поверок.

Схемы прослеживаемости аттестованного значения СО.

Расчетно-экспериментальная процедура приготовления

Аттестованная методика измерений с установленной прослеживаемостью



Результат измерений исходных компонентов

Прослеживаемость аттестованного значения стандартного образца, установленного по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления:

- к единице величины «массовая доля компонента», воспроизводимой ГЭТ 176 Государственным первичным эталоном единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии обеспечена проведением измерений массовой доли азота в исходном материале стандартного образца по аттестованной методике измерений, предусматривающей применение стандартного образца с установленной прослеживаемостью – ГСО 4086-87;
- к единице величины «масса», воспроизводимой ГЭТ 3 Государственным первичным эталоном массы (килограмм) обеспечена посредством применения поверенных весов через неразрывную цепь поверок.

Схемы прослеживаемости аттестованного значения СО.

Применение аттестованной методики измерений

ГЭТ, ГВЭТ, ПРМИ

ГПС

Аттестованная методика измерений с установленной прослеживаемостью

Прослеживаемость аттестованного значения стандартного образца к единице величины «массовая доля компонента», воспроизводимой ГЭТ 176 Государственным первичным эталоном единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии обеспечена проведением измерений по аттестованной методике измерений, предусматривающей применение стандартного образца с установленной прослеживаемостью – ГСО 4086-87

Схемы прослеживаемости аттестованного значения СО.

Применение аттестованной методики измерений



Прослеживаемость аттестованного значения стандартного образца к единице величины «массовая доля компонента», воспроизводимой ГЭТ 176 Государственным первичным эталоном единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии обеспечена согласованностью аттестованного значения стандартного образца, полученного по аттестованной методике измерений, с результатами измерений, полученными на ГЭТ 176 (ГВЭТ, РЭ, ПРМИ)

Схемы прослеживаемости аттестованного значения СО.

Применение аттестованной методики измерений

ГЭТ, ГВЭТ

ГПС

Средство передачи
единицы величины

Аттестованная методика измерений

В соответствии с п. 7 статьи 7 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений», в случае отсутствия соответствующих государственных первичных эталонов единиц величин должна быть обеспечена прослеживаемость средств измерений, применяемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, к национальным эталонам единиц величин иностранных государств. До появления в ФИФ ОЕИ стандартного образца утвержденного типа состава каннабидиола, обеспечивающего прослеживаемость единицы массовой доли к одному из государственных первичных эталонов, обеспечена прослеживаемость результатов измерений к национальному эталону иностранного государства, посредством проведения измерений массовой доли основного вещества по аттестованной методике измерений, предусматривающей применение в качестве национального эталона иностранного государства сертифицированного стандартного образца каннабидиола зарубежного выпуска DRE A10946000ME-1000 производства фирмы LGC Group, Великобритания с установленной метрологической прослеживаемостью (производитель аккредитован органом по аккредитации, признанным международной организацией по аккредитации лабораторий ИЛАК на соответствие требованиям ISO 17034).

Приказ Росстандарта от 17.08.2020 г № 1404

О внесении изменений в Административный регламент по предоставлению Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии государственной услуги по утверждению типа стандартных образцов или типа средств измерений, утверждённый приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 ноября 2018 г. № 2346

Приказ Минпромторга России от 11.02.2020 г № 456

Об утверждении требований к содержанию и построению государственных поверочных схем и локальных поверочных схем, в том числе к их разработке, утверждению и изменению, требований к оформлению материалов первичной аттестации и периодической аттестации эталонов единиц величин, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, формы свидетельства об аттестации эталона единицы величины, требований к оформлению правил содержания и применения эталона единицы величины, формы извещения о непригодности эталона единицы величины к его применению

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г № 2907

Об утверждении порядка установления и изменения интервала между поверками средств измерений, порядка установления, отмены методик поверки и внесения изменений в них, требований к методикам поверки средств измерений

Назначение СО: поверка СИ

Установление МХ СО: применение ГЭТ, ГВЭТ, эталонов сравнения, СО высокой точности

Прослеживаемость АЗ СО: строго до ГЭТ с указанием номера ГЭТ в соответствии с соответствующей ГПС

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г № 2906

Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нём документов и сведений

ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ИНФОРМАЦИОННЫЙ ФОНД ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
Данные по разделу

Основные атрибуты

Название	Значение		
Номер в Госреестре СО	ГСО 11556-2020		
Наименование СО	СО СОСТАВА ДИКЛОФЕНАКА НАТРИЯ (МЭЗ-010)		
Номер свидетельства	6667		
Срок свидетельства	07.08.2025		
Краткое описание СО	СО представляет собой субстанцию диклофенака натрия, светло-желтого цвета кристаллический порошок, слегка гигроскопичный, расфасованный массой от (10±1) мг, по требованию заказчика, в виалы из стекла объемами 2 см3, 4 см3 или 10 см3, с обжимными колпачками. Каждая виала снабжается этикеткой с указанием идентификационного номера экземпляра, помещается в zip-пакет, снабженный этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010.		
Страна и производитель	Отсутствует в списке лиц, направивших уведомление о начале осуществления предпринимательской деятельности		Производитель
	Страна	Производитель	
	РОССИЯ	Да	ФГУП «Московский эндокринный завод»
Производство	Серийное повторяющимися партиями		
Наименование аттестованной характеристики	массовая доля диклофенака натрия, %		
Способ установления аттестованного значения	Применение аттестованных методик измерений		
Срок годности	1 год		
Описание типа	11556-2020.pdf		
Статус	Действует		

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г № 2905

Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, внесения изменений в сведения о них, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, формы сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения

Отработаны и согласованы:

Форма описания типа, ввели систему QR-кодов для утверждения типа СО

Формы приказов на все ГУ в части СО и приложений к ним (таблицы)

Формы заявлений производителей СО

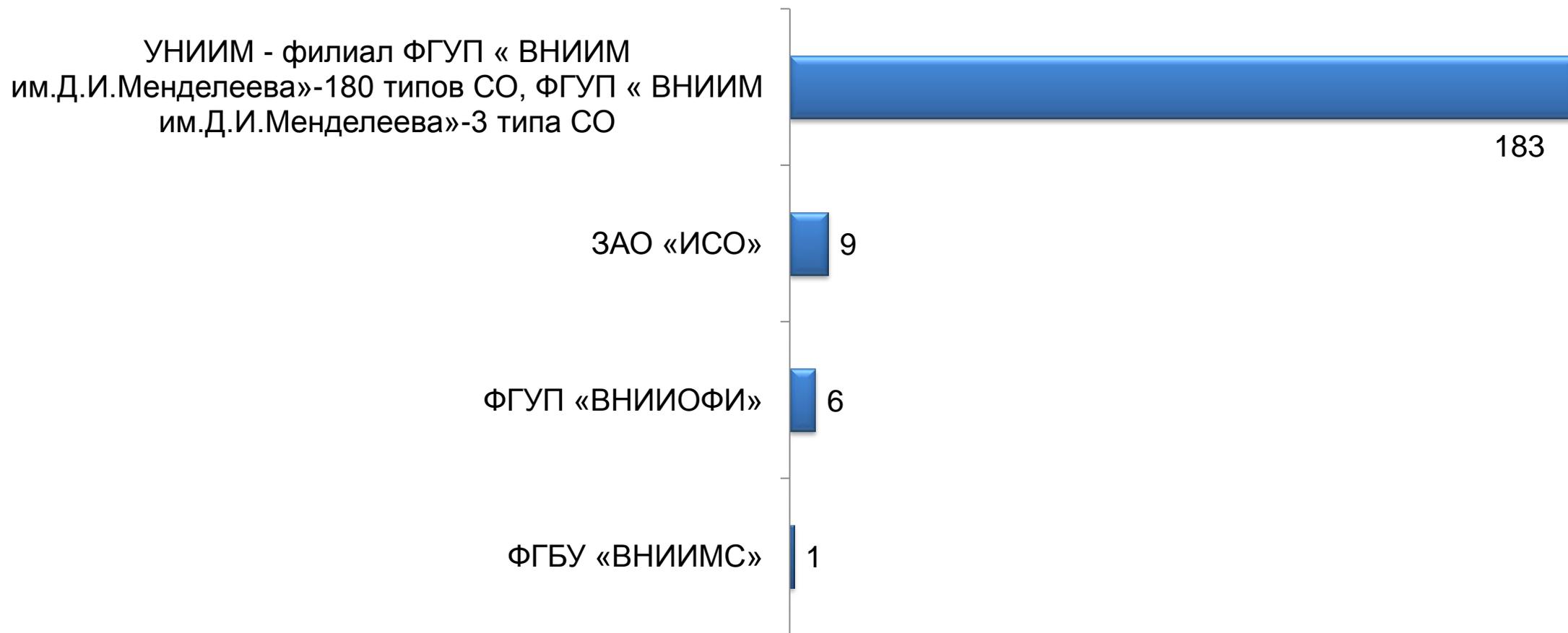
Отработана новая процедура взаимодействия

ГУ разделены.

Проведение испытаний СО в целях утверждения типа аккредитованными организациями (2021 г.)

Организация	Кол-во проведенных испытаний		
	Собственного изготовления	Для нужд сторонних изготовителей	Общее количество испытаний в 2021 г. (испытания СО в 2020 г.)
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» (включая УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)	35	148	183
ФГУП «ВНИИОФИ»	2	4	6
ФГУП «ВНИИМС»	0	1	1
ЗАО «ИСО»	9	-	9
АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара» (ВНИИНМ)	0	0	0
ОАО ФНТЦ «ИНВЕРСИЯ»	0	0	0

Проведение испытаний СО в целях утверждения типа аккредитованными организациями (2021 г.)



Участие эталонов при проведении испытаний СО в целях утверждения типа (2021 г.)

Всего испытано УНИИМ	180 типов	
Применение ГЭТ/ГВЭТ филиала при проведении испытаний	87 типов	48 %
Способ определения АЗ СО – на эталоне	50	27 %
Участие эталонов в характеристизации СО	37	15 %



ГСИ. Рекомендация по оформлению заявок, заявлений и прилагаемых к ним документов при утверждении типа стандартных образцов и внесении изменений в сведения о них, содержащиеся в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений

Настоящие методические рекомендации разработаны на основе требований Федерального закона от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ, приказа Минпромторга России от 28 августа 2020 г. № 2905 и приказа Росстандарта от 12 ноября 2018 г. № 2346.

В случае отмены, пересмотра, внесения изменений в указанные нормативные правовые акты настоящие методические рекомендации подлежат отмене, пересмотру, внесению соответствующих положений. До проведения процедуры отмены, пересмотра и внесения изменений применяются в части не противоречащей нормативным правовым актам.

Настоящие методические рекомендации распространяются на стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов (далее – СО) и раскрывают требования нормативных правовых актов к порядку подготовки и оформлению заявлений и прилагаемых к заявлениям документов на утверждение типа СО, на внесение изменений в сведения об утвержденных типах СО, содержащихся в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

Формулировки назначения стандартных образцов

1. Контроль точности результатов измерений и аттестация методик измерений (*указать наименование единиц величин и наименование компонента (в случае СО состава), объекта измерений*).

Например,

- контроль точности результатов измерений и аттестация методик измерений массовой доли сахарозы как основного компонента в сырье, так и в составе пищевых продуктов, продовольственного сырья и фармацевтических препаратов;

- контроль точности результатов измерений и аттестация методик (методов) измерений температуры и энтальпии фазовых переходов в металлах, солях металлов, оксидов металлов, полимерных материалов, органических и неорганических веществ

2. Установление и контроль стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений.

3. Поверка средств измерений при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений

4. Калибровка средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки.

5. Контроль метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа

Формулировки метрологической прослеживаемости аттестованного значения стандартного образца в зависимости от способа характеристики

Заявки (к Испытателю):

- на проведение испытаний в целях утверждения типа СО,
- на проведение испытаний утвержденного типа СО с целью внесения изменений, влияющих на метрологические характеристики СО,
- на проведение испытаний утвержденного типа СО с целью внесения изменений, не влияющих на метрологические характеристики СО,
- при внесении изменений в сведения об утвержденном типе стандартного образца в части срока действия утвержденного типа стандартного образца

Формы документации СО:

- программа испытаний стандартного образца в целях утверждения типа (*титульный лист*),
- акт испытаний стандартного образца,
- протокол испытаний стандартного образца,
- проект описания типа стандартного образца,
- заключение по проверке результатов испытаний стандартного образца в целях утверждения типа,
- заключение по результатам рассмотрения конструкторской, технологической и (или) технической документации (*внесение изменений, не влияющих на МХ СО; продление*)

Заявления (в *Росстандарт*):

- **об утверждении типа СО,**
- **о внесении изменений в сведения в части конструктивных изменений СО, влияющих на его метрологические характеристики,**
- **о внесении изменений в сведения в части конструктивных изменений СО, не влияющих на его метрологические характеристики,**
- **о внесении изменений в сведения об утвержденном типе СО в части срока действия утвержденного типа СО,**
- **на внесение изменений в сведения об утвержденном типе СО в части сведений о производителях СО или о правообладателях утвержденного СО,**
- **на внесение изменений в сведения об утвержденном типе СО в части сведений о месте осуществления деятельности производителя СО**

Выводы.

- Развитие схем демонстрации метрологической прослеживаемости.
- Нарращивание номенклатуры и потенциала СО в соответствии с ГПС.
- Поиск логистических путей и направлений производства в целях безболезненного импортозамещения

Благодарим
федеральные органы исполнительной власти,
участников ГССО, производителей СО за вклад в
развитие системы стандартных образцов

