

МЕЖЛАБОРАТОРНОЕ СРАВНЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ В УКРАИНЕ

Викладено концепцію міжлабораторних порівнянь результатів вимірювань та практичні аспекти її реалізації у вимірювальних лабораторіях, що мають на меті забезпечення єдності і точності вимірювань, які виконуються в Україні. Наведено чинний порядок перевірки точності результатів вимірювань у вимірювальних лабораторіях у відповідності до інструкції ПМУ 15-99, що відповідає вимогам сучасних міжнародних стандартів у галузі перевірки професійного рівня лабораторій.

Подано перелік українських організацій-координаторів програм міжлабораторних порівнянь результатів вимірювань, затверджений Держстандартом України, за станом на першу половину 2001 року.

The concept of interlaboratory comparisons and practical aspects of its implementation in measuring laboratories in Ukraine for purposes connected with providing of uniformity and accuracy of measurements are stated. The established inspection procedure for checking of accuracy of measurements in measuring laboratories is characterized according to the Guide PMU 15-99, which one conforms the requirements of the international standards in the field of proficiency testing.

Also the list of the Ukrainian entitled coordinators of programs of interlaboratory comparisons which has been confirmed by Gosstandard of Ukraine, as of the first half of 2001, is introduced.

Основными показателями качества измерений являются единство измерений и точность измерений. На достижение единства и требуемой точности измерений направлена практически вся деятельность метрологических служб. Одним из наиболее сложных видов измерений является измерение содержания компонентов в различных средах. Аналитический процесс состоит из равноценных последовательных ступеней, таких как: отбор пробы, подготовка пробы, измерение, обработка результатов измерения, – каждая из которых несет в себе объективные и субъективные источники погрешностей. Общая погрешность результата измерений, как правило, зависит, в равной степени, от погрешностей при отборе проб и погрешностей измерения, а также от квалификации персонала измерительных лабораторий, т. е. достижение единства измерений содержания компонентов при требуемой их

точности невозможно без систематического контроля его состояния. Таким средством контроля является межлабораторное сравнение результатов измерений (далее – МСР). Участие измерительных и испытательных лабораторий в программах МСР является обязательным требованием международных стандартов ISO/IEC Guide 25:1990 [1]; EN 45001:1989 [2]; ISO 9001 [3]; ISO/IEC 17025:1999 [4]. В настоящее время Европейская информационная система по программам МСР (EPTIS) располагает более 600 программами из 16 стран, разработанными в соответствии с требованиями ISO/IEC Guide 43-1:1997 [5], ISO/IEC Guide 43-2:1997 [6]. В России действует Рекомендация МИ 2417-97 [7], определяющая порядок организации и проведения внешнего контроля точности результатов испытаний, выполняемых лабораториями продовольственного сырья и пищевых продуктов, разработанная Государственным научным метрологическим центром "Уральский научно-исследовательский институт метрологии" (УНИИМ, г. Екатеринбург) в соответствии с требованиями ISO/IEC Guide 25:1990 [1].

В Украине со 2 декабря 1999 г. действует "Инструкция о порядке проверки точности результатов измерений в измерительных лабораториях" (ПМУ 15-99) (далее – инструкция), разработанная Украинским государственным научно-производственным центром стандартизации, метрологии и сертификации (УкрЦСМ, г. Киев) в соответствии с требованиями Закона Украины "О метрологии и метрологической деятельности" ISO/IEC Guide 43-1:1997 [5] и ISO/IEC Guide 43-2:1997 [6].

Действие инструкции распространяется на государственные научные метрологические центры (далее – ГНМЦ), органы по аккредитации измерительных лабораторий, организации – координаторы программ МСР (далее – координаторы) и измерительные лаборатории (далее – ИЛ).

Инструкция определяет МСР как процедуру выполнения измерений действительных значений метрологических характеристик образцов для контроля точности результатов измерений измерительными лабораториями по общей программе, с обязательным последующим сравнением и оцениванием полученных результатов.

Под образцом для контроля точности результатов измерений (далее – образец) понимается средство измерений (техническое средство или определенное количество вещества или материала), имеющее действительные метрологические характеристики согласно требованиям программы МСР, которое предоставляется участвующим в МСР измерительным лабораториям.

Под термином "координатор" понимается аккредитованная организация (лаборатория), разрабатывающая и реализующая программы МСР под научно-методическим руководством УкрЦСМ, выполняющего функции государственного научного метрологического центра в области физико-химических измерений.

Проверку точности результатов измерений в ИЛ координатор проводит путем реализации программы МСР. Рекомендованная периодичность участия ИЛ, выполняющей измерения в сфере распространения государствен-

ного метрологического надзора, в МСР – один раз в квартал, но не реже двух раз в год. Для аккредитованной ИЛ периодичность участия в МСР определяет орган по аккредитации лабораторий. Остальные ИЛ делают это по своему усмотрению.

Результаты участия ИЛ в МСР принимаются во внимание при аккредитации или перееккредитации лабораторий.

В инструкции ПМУ 15-99 установлены требования к программам МСР и рассмотрены различные схемы их построения и реализации. Рассмотрены критерии и требования, предъявляемые к методам статистической обработки результатов измерений при определении однородности и стабильности образцов для контроля точности результатов измерений, установлении действительных значений метрологических характеристик этих образцов, расчете статистических характеристик и показателей точности результатов измерений в ИЛ. Установлен порядок разработки программ МСР. Ключевым моментом разработки любой программы является согласование координатором с УкрЦСМ нормированных метрологических характеристик образцов. Консультативная группа, сформированная координатором, в зависимости от характеристик образцов и целей МСР, выбирает определенную схему реализации программы МСР, а также составляет перечень ИЛ, которые могут принять участие в программе. Разработанный проект программы рассылается на отзыв в заинтересованные ИЛ. Согласованный и откорректированный проект программы координатор представляет на утверждение в УкрЦСМ. По согласованию с УкрЦСМ, разработанная программа может использоваться другими координаторами при условии согласия на это разработчика.

Практически участие ИЛ в МСР начинается с направления координатору гарантийного письма-заявки и прилагаемых к нему заполненных регистрационного и информационного формуляров. После заключения договора координатор направляет лаборатории программу МСР, инструкции по обращению с образцами, а также сами образцы. Лаборатория знакомится с программой, получает от координатора условный идентификационный код для установления принадлежности ей результатов и выполняет измерения согласно полученной программе. Свои результаты ИЛ оформляет протоколом установленного образца и направляет в назначенный срок координатору.

Координатор регистрирует, обрабатывает и оформляет сводные данные по результатам измерений, определяет итоговые статистические характеристики для всех ИЛ, составляет отчет и направляет его в УкрЦСМ для рассмотрения и утверждения, а после утверждения – также в органы по аккредитации ИЛ и лабораторий.

После получения отчета ИЛ направляет координатору свои предложения по совершенствованию программы МСР. Утвержденный отчет УкрЦСМ регистрирует и направляет в Госстандарт Украины.

Координатор на основании показателей, зафиксированных в итоговом отчете, выдает каждой из принявших участие в раунде ИЛ справку. В справке содержатся полученные в ИЛ результаты измерений характеристик

образцов, а также общая оценка точности результатов измерений в данной ИЛ.

Для обеспечения функционирования программ МСР координатор должен внедрить и поддерживать у себя соответствующую систему управления качеством МСР, которую он включает в состав своего общего руководства по качеству.

При проведении МСР координатор обязан соблюдать принципы конфиденциальности информации в отношении каждой ИЛ и ее идентификационного кода, а также всех мероприятий, которые проводятся в ИЛ в случае получения ею неудовлетворительных результатов. Если ИЛ считает, что оценка координатором ее показателей точности результатов измерений ошибочна, она имеет право обратиться за разъяснениями к координатору или направить апелляцию в УкрЦСМ.

Результаты проверок точности измерений используются УкрЦСМ, органами по аккредитации лабораторий, координаторами и измерительными лабораториями.

На основе полученных от координаторов отчетов УкрЦСМ оценивает в целом состояние обеспечения единства измерений в данном виде измерений в Украине. Органы по аккредитации лабораторий, опираясь на полученные в ходе проверок результаты и показатели точности, могут предпринять ряд действий: рекомендовать ИЛ повторно принять участие в МСР; провести государственный метрологический надзор за деятельностью ИЛ и, в зависимости от результатов надзора, отказать в аккредитации ИЛ или приостановить действие аттестата об аккредитации ИЛ.

В инструкции определены права и обязанности всех участников МСР.

Взаимодействие между координатором программы и ИЛ – участником строится на договорной основе и предусматривает возмещение координатору расходов, связанных с участием лаборатории в раунде программы МСР.

УкрЦСМ как головная организация Госстандарта Украины в области физико-химических измерений утвердила в качестве координаторов программ МСР двенадцать организаций:

1. Отдел аналитического контроля Главной государственной экологической инспекции Министерства экологии и природных ресурсов Украины. Область деятельности – МСР показателей состояния объектов окружающей среды. Адрес: 04050, г. Киев, ул. Тургеневская, 82 а.

2. Научно-исследовательское предприятие "Экология-Мед". Область деятельности – МСР содержания полициклических ароматических углеводородов в объектах окружающей среды. Адрес: 69063, г. Запорожье, пер. Тупиковый, 22.

3. Лаборатория нефти и нефтепродуктов Центральной научно-исследовательской лаборатории ОАО "Укрнафта". Область деятельности – МСР показателей качества и безопасности нефти и топлива. Адрес: 76019, г. Ивано-Франковск, Северный бульвар, 2.

4. Институт электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины. Область дея-

тельности – МСР содержания компонентов в сталях, цветных металлах и сплавах. Адрес: 03005, г. Киев-5, ул. Боженко, 11.

5. Институт монокристаллов НАН Украины. Область деятельности – МСР содержания компонентов в сплавах на основе драгоценных и цветных металлов, показателей состояния объектов окружающей среды. Адрес: 61001, г. Харьков, просп. Ленина, 60.

6. Институт проблем материаловедения им. И. М. Францевича НАН Украины.

Область деятельности – МСР содержания компонентов в высокочистых, тугоплавких, редких, редкоземельных и драгоценных металлах, композиционных материалах, оксидных и бескислородных керамических материалах, горных породах. Адрес: 03142, г. Киев, ул. Кржижановского, 3.

7. Физико-химический институт им. А. В. Богатского НАН Украины. Область деятельности – МСР содержания компонентов в металлах, сплавах, концентратах руд, воде, грунтах, донных отложениях. Адрес: 65080, г. Одесса, Люстдорфская дорога, 86.

8. Центр контроля качества продукции Украинского научно-исследовательского института спирта и биотехнологии продовольственных продуктов. Область деятельности – МСР содержания компонентов в пищевых продуктах и продовольственном сырье. Адрес: 03190, г. Киев, пер. Бабушкина, 3.

9. Испытательная лаборатория ООО "Химтест". Область деятельности – МСР содержания компонентов в пищевых продуктах, питьевой воде и продовольственном сырье. Адрес: 65001, г. Одесса, Адмиралский просп., 42/8.

10. Отдел метрологического обеспечения измерений свойств и состава веществ и материалов оптико-физическими методами (УкрЦСМ). Область деятельности – МСР показателей качества и безопасности сахара. Адрес: 03143, г. Киев-143, ул. Метрологическая, 4.

11. Центр испытаний продукции (УкрЦСМ). Область деятельности – МСР показателей качества и безопасности пищевых продуктов и продовольственного сырья. Адрес: 03143, г. Киев-143, ул. Метрологическая, 4.

12. Референтная лаборатория на базе научно-исследовательского Института кардиологии им. Стражеско АМН Украины. Область деятельности – МСР показателей состава и свойств биологических сред в клинической диагностике. Адрес: 01680, г. Киев, ул. Народного ополчения, 5.

Таким образом, создание системы проверки точности результатов измерений содержания компонентов в измерительных лабораториях Украины путем межлабораторных сравнений результатов измерений позволит:

- оперативно решать вопросы, связанные с обеспечением единства и требуемой точности измерений величин в области химии в стране;
- в сотрудничестве с другими европейскими и международными организациями – принимать участие в работах по повышению качества измерений величин физической химии в Европе;

- оказывать научно-методическую помощь специалистам измерительных и сертификационных лабораторий, занимающихся измерениями содержания компонентов в различных средах.

Резюме

Изложены концепция межлабораторных сравнений результатов измерений и практические аспекты её реализации в измерительных лабораториях, которые имеют целью обеспечение единства и точности измерений, выполняющихся в Украине. Описан действующий порядок проведения проверки точности результатов измерений в измерительных лабораториях в соответствии с инструкцией ПМУ 15-99, который отвечает требованиям международных стандартов в области проверки профессионального уровня лабораторий.

Представлен перечень украинских организаций-координаторов программ межлабораторных сравнений результатов измерений, утвержденный Госстандартом Украины, по состоянию на первую половину 2001 года.

1. *ISO/IEC Guide 25:1990*, General requirements for the competence of calibration and testing laboratories. Switzerland, Geneva.
2. *EN 45001:1989*, General criteria for the operation of testing laboratories. Belgium, Brussels.
3. *ISO 9001:1994*, Quality systems – Model for quality assurance in design/development, production, installation and servicing. Switzerland, Geneva.
4. *ISO/IEC 17025:1999*, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Switzerland, Geneva.
5. *ISO/IEC Guide 43-1:1997*, Proficiency testing by interlaboratory comparisons – Part 1: Development and operation of proficiency testing schemes. Switzerland, Geneva.
6. *ISO/IEC Guide 43-2:1997*, Proficiency testing by interlaboratory comparisons – Part 2: Selection and use of proficiency testing schemes by laboratory accreditation bodies. Switzerland, Geneva.
7. *Рекомендация МИ 2417-97*. Государственная система обеспечения единства измерений. Оценка качества работы испытательной лаборатории продовольственного сырья и пищевых продуктов. Методика контроля точности результатов испытаний. Екатеринбург, УНИИМ.