

УДК 006.91:543 + 544

ГАРМОНИЗАЦИЯ ТРЕБОВАНИЙ К ПРОИЗВОДСТВУ, ПРИМЕНЕНИЮ И КОНТРОЛЮ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

Н.Г. Оганян

ФГУП «ВНИИФТРИ», Менделеево, Московская обл., Россия,
oganyan@vniiftri.ru

Аннотация. Во основе широкого спектра социально-экономической деятельности человека лежат измерения, для которых концепция «один раз измерено — принято повсеместно» становится всё более и более важной. Как следствие, возрастает необходимость в надёжных и достоверных результатах измерений. Такой подход особенно важен в сфере химии и биологии. Ежедневно проводятся тысячи химических и биологических измерений, подтверждающих решения о безопасности пищевых продуктов, лекарственных препаратов, о состоянии здоровья пациента, об охране здоровья, окружающей среды и др. Однако, как уже не раз доказано на международном уровне, достичь сопоставимости результатов измерений в пространстве и во времени без прослеживаемости до соответствующих эталонов измерений невозможно. В настоящей работе проводится анализ актуальных проблем по производству и применению стандартных образцов в России в свете современных требований к качеству результатов измерений в соответствии с требованиями международных стандартов качества. Автор предлагает решение назревших проблем путём гармонизации требований к различным этапам движения СО от производителя до конечного пользователя.

Ключевые слова: стандартный образец, эталон, измерение, прослеживаемость измерения, неопределённость измерения, ССО, ГСО, утверждение типа СО, гармонизация требований.

HARMONIZATION OF REQUIREMENTS FOR THE PRODUCTION, APPLICATION AND CONTROL OF REFERENCE MATERIALS

N.G. Oganyan

FSUE "VNIIFTRI", Mendeleevo, Moscow reg., Russia,
oganyan@vniiftri.ru

Abstract. A wide range of human socio-economic activities are based on measurements, for which the concept of "once measured — accepted everywhere" is becoming more and more important. As a result, the need for reliable and trustworthy measurement results increases. This approach is especially important in the field of chemistry and biology. Thousands of chemical and biological measurements are carried out daily, confirming decisions on the safety of food, medicines, the patient's health, health protection, the environment, etc. However, as has been continually proven at the international level, it is impossible to achieve comparability of measurement results in space and time without traceability to the corresponding measurement standards. In this paper, the analysis of current problems of production and application of reference materials in Russia is carried out in the light of modern requirements for the quality of measurement results for compliance with the requirements of international quality standards. The author offers a solution to the urgent problems by harmonizing the requirements for various stages of COs motion from producers to the end user.

Keywords: reference material, standard, measurement traceability, measurement uncertainty, CO, GSO, CO type approval, harmonization of requirements.

Введение

Трудно представить современный мир без измерений, которые лежат в основе широкого спектра социально-экономической деятельности человека. И во всех этих секторах концепция «один раз измерено — принято повсеместно» становится всё более и более важной. Как следствие, возрастает необходимость в надёжных и достоверных результатах измерений. Такой подход особенно важен в сфере химии и биологии. Ежедневно проводятся тысячи химических и биологических измерений, подтверждающих решения о безопасности пищевых продуктов, лекарственных препаратов, о состоянии здоровья пациента, об охране здоровья, окружающей среды и др.

Естественно, что надёжные измерения во многом зависят от компетентного персонала, проверенных и подтверждённых методов и методик измерений. Однако достичь сопоставимости полученных результатов в пространстве и во времени без прослеживаемости до соответствующих эталонов измерений невозможно. Признание этих требований по всему миру подтверждается растущим признанием измерений тех лабораторий, система качества которых соответствует требованиям стандартов: ISO 17025:2017 — для калибровочных и измерительных лабораторий [1]; ISO 17034:2016 — для производителей стандартных образцов (СО) [2]; GLP [3] и cGMP [4] — для фармацевтической промышленности и др.

Почему же так важно обеспечить прослеживаемость результатов измерений?

Для достижения сопоставимости результатов в пространстве и времени важно связать все отдельные результаты измерений с каким-либо общим стабильным эталоном или опорным значением. В таком случае полученные результаты можно будет сравнивать по их отношению к этому эталону / опорному значению. Говоря на доступном языке, подобный подход или стратегия связывания результатов с эталоном / опорным значением называется «прослеживаемость» [5].

Так как согласно определению «стандартный образец — образец вещества (материала) с установленными по результатам испытаний значениями одной и более величин, характеризующих состав или свойство этого вещества (материала)» [6], а по РМГ-29-2013 [7] — «стандартный образец; СО: материал, достаточно однородный и стабильный в отношении определённых свойств для того, чтобы использовать его при измерении или при оценивании качественных свойств в соответствии с предполагаемым назначением», следовательно, для выполнения вышеуказанной концепции и получения сопоставимых результатов измерений охарактеризованные значения величин СО должны быть прослеживаемы, чтобы обеспечить прослеживаемость измерений аналитических лабораторий и тем самым повысить доверие к выдаваемым ею результатам. В мировой практике прослеживаемый СО называется «сертифицированный стандартный образец» (ССО) — «стандартный образец с сопроводительной документацией, выданной авторитетным органом, в которой указано одно или более значений определённого свойства с соответствующими показателями

точности (неопределённостями) измерений и прослеживаемостью, которые установлены с использованием обоснованных процедур» [7]. Следует отметить, что до сих пор в России сохранён термин «аттестованный стандартный образец» [7], что вносит свою лепту в путаницу на уровне конечного пользователя. В Российской Федерации (РФ) для использования в сфере госрегулирования СО должны пройти процедуру утверждения типа [6], после чего получают статус государственного стандартного образца (ГСО) и вносятся в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [8]. В рамках деятельности Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (МГС) ГСО может получить статус межгосударственного стандартного образца (МСО) и быть включён в Реестр МСО МГС [9].

Согласно Документу МОЗМ [10] термин «эталон», используемый для установления прослеживаемости эталонов, средств измерений и измерений, охватывает:

- реализацию единиц СИ;
- искусственные меры, воспроизводящие кратные и дольные единиц СИ и прослеживаемые к единицам СИ;
- средства измерений физических величин, прослеживаемые к единицам СИ;
- сертифицированные стандартные образцы (в англ. версии — «certified reference materials»).

А также система национальных эталонов должна, при необходимости, включать систему, предусматривающую использование сертифицированных стандартных образцов (в англ. версии: «The system of national measurement standards should include, as necessary, a system for providing certified reference materials» [10]). В этом же документе сказано, что в сфере законодательной метрологии отсутствие требуемой прослеживаемости измерений рассматривается как правонарушение. К правонарушениям относятся также «отказ или непредставление подтверждений, касающихся результатов измерений, заявленных в рекламах (или других средствах информации)», что очень важно знать каждой испытательной лаборатории.

Таким образом, исходя из вышеизложенного, для обеспечения сопоставимости результатов измерений необходимо установить неразрывную цепь от исходного эталона либо исходного СО до результата измерения лаборатории, на основании которого проводится процедура оценки соответствия [11]. То есть должна быть установлена связь «производитель исходного СО — конечный потребитель». При этом между производителем исходного СО и конечным потребителем могут быть другие производители СО, точность присвоенных значений величин которых уменьшается по мере удаления от исходного СО, а конечным производителем могут быть как аккредитованные, отраслевые и производственные лаборатории, так и лаборатории контролирующих и инспекционных органов. В связи с этим очень важно обеспечить сопоставимость присвоенных значений величин СО, сопоставимость методов анализа, использование единого подхода к процессу контроля и инспекции.

Рассмотрим каждую стадию движения СО в России.

Производство СО

В Российской Федерации с 2021 года в качестве национального стандарта введён в действие ГОСТ Р ИСО 17034-2021 «Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов» [2]. Согласно стандарту «производитель стандартного образца; RMP (reference material producer): орган (организация или компания, государственная или частная), полностью отвечающий за планирование и менеджмент проектов, приписывание значений свойств и связанных с ними неопределённостей и принятие по ним решения, утверждение значений свойств и выдачу сертификата стандартного образца или других документов на стандартные образцы, которые он производит». При этом «демонстрация научной и технической компетентности производителей стандартных образцов (RMP) является основным требованием, необходимым для обеспечения качества СО. Спрос на новые СО более высокого качества увеличивается вследствие как повышения прецизионности измерительного оборудования, так и необходимости в более точных и надёжных данных в рамках научных и технических дисциплин. RMP необходимо не только предоставить информацию о своих материалах в форме документов на СО, но и продемонстрировать свою компетентность в части производства СО соответствующего качества» [2].

Таким образом, RMP должен полностью отвечать за весь цикл производства СО, начиная с подготовки материала и заканчивая выдачей сертификата. Однако, так как у нас в сфере госрегулирования применяются только ГСО [6] и сертификат на СО выдаёт авторизованная организация на право проведения испытаний с целью утверждения типа, подобный подход может привести к путанице и различной трактовке законодательных и нормативных документов.

Испытания СО с целью утверждения типа

Как мы выяснили выше, RMP отвечает за полный цикл производства СО. В Федеральном законе [6] «стандартный образец — образец вещества (материала) с установленными по результатам испытаний значениями одной и более величин, характеризующих состав или свойство этого вещества (материала)» и «утверждение типа стандартных образцов или типа средств измерений — документально оформленное в установленном порядке решение о признании соответствия типа стандартных образцов или типа средств измерений метрологическим и техническим требованиям (характеристикам) на основании результатов испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа». А согласно Приказу [12]: «Испытания стандартных образцов или средств измерений проводятся юридическими лицами, аккредитованными в соответствии с законодательством Российской Федерации об аккредитации в национальной системе аккредитации в области обеспечения единства измерений на выполнение испытаний стандартных образцов или

средств измерений (далее — Испытатель), в соответствии с их областями аккредитации». В таком случае не до конца ясно, характеристики СО присваиваются всё же производителем или сторонней авторизованной организацией, которая проводит испытания в целях утверждения типа, и может ли RMP считаться испытателем, в случае аккредитации на соответствие стандарту ISO 17034:2016 / ГОСТ Р ИСО 17034-2021 на право проведения испытаний, а также может ли производитель единичного СО либо производитель СО, охарактеризованного на государственном первичном эталоне (ГЭТ), считаться испытателем в случае аккредитации на соответствие стандарту ISO / IEC 17025:2017 / ГОСТ ISO / IEC 17025–2019, в случае с первичными СО, разработанными держателями ГЭТ — Государственными научными метрологическими институтами (ГНМИ) РФ, которые по своему определению в данном случае не являются производителями СО, и разработанные ими СО используются только для передачи единицы от ГЭТ и не подразумевают коммерческой цели.

В дополнение хотелось бы отметить, что согласно международно принятым критериям RMP, в том числе ГНМИ, должен обеспечивать полный цикл производства СО, а стандартный образец не существует без присвоенных значений величин, следовательно характеристика рассматривается как неотъемлемая часть процесса производства СО.

Получается некий замкнутый круг, в котором запутались как RMP и авторизованные организации, проводящие утверждение типа, так и конечные пользователи СО.

СО утверждённого типа (ГСО)

Для начала попробуем понять, какая существует информация на СО утверждённого типа, то есть на ГСО. Анализ ГСО по принципу случайной выборки в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений [8] показал, что требования к указанию в документации неопределённости измерения не выполняются даже в ГСО за 2021 год.

К примеру, в описании типа ГСО 11767-2021 [13] указаны «границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения СО» и приведено примечание: «допускаемые значения абсолютной расширенной неопределённости аттестованного значения СО при $P = 0,95$, $k = 2$ принимаются численно равными границам допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения СО (при $P = 0,95$)». Согласно РМГ 91-2019 [14] подобная оценка точности аттестованного значения СО допускается. Однако, если есть стремление к гармонизации терминов и определений с международными, следует отметить, что сразу два несоответствия присутствуют в одном этом выражении: аттестованные значения вместо сертифицированных и указание в характеристиках погрешности аттестованного (!) значения вместо неопределённости, хотя в последнем случае и есть примечание. Что касается

прослеживаемости значений величин, указано, что «прослеживаемость результатов измерений, полученных в рамках межлабораторного эксперимента, к единице величины «температура» (°C) реализуется посредством использования участниками межлабораторного эксперимента испытательными лабораториями, в том числе аккредитованными на соответствие ГОСТ ISO/IEC 17025-2019, поверенных средств измерений. Для контроля точности результатов измерений применялись утверждённые типы стандартных образцов температур текучести и застывания нефтепродуктов» [13]. По этому выражению следует отметить, что: во-первых, нет абсолютно никакой конкретной информации об установленной прослеживаемости; во-вторых, единицу величины «температура» в Международной системе величин (СИ) принято выражать в градусах по кельвину; в-третьих, на территории РФ эксплуатируются ГЭТ данной величины. Следовательно, прослеживаемость должна быть установлена к ГЭТ, а межлабораторные сличения в данном случае проводятся всего лишь для подтверждения измерительных возможностей производителя СО.

Другой взятый пример, ГСО 11647-2020 [15], оказался единичным производством, показал, что нет информации ни о неопределённости, ни о прослеживаемости измерений. Указанные характеристики аттестованных (!) значений СО выражены через границы абсолютных погрешностей при доверительной вероятности $P = 0,95, (\pm\Delta), (\%)$. Возможно, отсутствующая информация присутствует в сопроводительной документации на СО (паспорте), хотя весьма сомнительно, так как при испытаниях в целях утверждения типа проводят подтверждение заявленных характеристик. Естественно, что такое оформление может привести в замешательство даже самого грамотного потребителя.

Ещё один пример взят за 2022 год — ГСО 11875-2022 / ГСО 11880-2022 [16], который также оказался единичным производством. В описании данного ГСО есть информация о неопределённости аттестованного (!) значения, однако ничего не сказано о прослеживаемости проведённых измерений. Согласно данным «расширенная неопределённость аттестованного значения $U_{0,95}(A) = k \cdot u_c(A)$ получена для суммарной стандартной неопределённости аттестованного значения $u_c(A)$ и коэффициента охвата $k = 2$, соответствующего уровню доверия 0,95, $A \pm U_{0,95}(A)$; соответствует границам абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm\Delta$ для доверительной вероятности 0,95». В таком случае непонятно, каким образом была проведена оценка суммарной стандартной неопределённости без учёта прослеживаемости.

Более ранние ГСО рассматривать не было смысла. Анализ трёх российских ГСО, взятых за последние три года, показал, что нет единообразия в предоставляемой информации и что в описании типа не всегда присутствует необходимая информация по неопределённости и прослеживаемости; и до сих пор нет тенденции к достижению максимальной гармонизации терминов и определений. Подобное текущее состояние дел приводит к путанице и неоднозначному толкованию не только у конечного потребителя СО, но также у проверяющих органов и экспертов органа по аккредитации.

Применение СО в лабораториях

Деятельность лабораторий, применяющих СО или ГСО, весьма разнообразна. Это может быть производственная лаборатория, контролирующая вход сырья и проводящая контроль на промежуточных этапах производства и окончательной продукции. Это может быть метрологическая лаборатория, в которой предоставляют услуги по поверке / калибровке и испытаниям средств измерений. Это может быть аккредитованная лаборатория по различным социально-экономическим сферам, таким как: пищевая, экологическая, диагностическая, фармацевтическая, криминалистическая, геологическая и т.д. Это может быть лаборатория государственных инспекционных организаций, таких как: Роспотребнадзор, Росздравнадзор, санэпидстанции, таможенные службы, Мосэкомониторинг и так далее.

При таком разбросе пользователей СО выходит на первый план важность сопоставимости результатов измерений. В случае отсутствия прослеживаемости и пренебрежения неопределённостью присвоенных (сертифицированных, аттестованных) характеристик СО результаты измерений, проводимые в этих лабораториях, несомненно, приведут к разногласиям и к рискам принятия ошибочных решений при оценке соответствия [5, 11, 17, 18]. Это, в свою очередь, может привести к недоверию к результатам отраслевых и аккредитованных лабораторий, к штрафным санкциям, закрытию производств, неправильному лечению и так далее.

Выводы

Таким образом, перед метрологическим сообществом России стоит актуальная задача гармонизации некоторых терминов и определений, гармонизации требований, предъявляемых производителям СО, лабораториям, проводящим испытания и экспертизу документации СО с целью утверждения типа, конечным пользователям СО. С этой целью будет целесообразным создать целевую группу (ЦГ) при Росстандарте для составления списка валидированных базовых документов, которые имеют отношение к СО, их сопоставления, выявления нестыковок, определения необходимости по разработке рекомендаций по производству и применению СО в России. Так, к примеру, весьма актуален вопрос пересмотра действующего документа МГС — РМГ 29-2013 [7] — с целью актуализации и внесения необходимых правок и соответствующих примечаний, а также рекомендаций МГС — РМГ 91-2019 [14], либо разработки приложения к ним с целью адаптации документа для измерений в химии и биологии. Возможно, созданная ЦГ сможет разработать иной план действий, но необходимость в гармонизации валидированных документов очевидна, в противном случае есть вероятность усугубления разногласий не только на всех этапах движения СО, начиная от производителя и заканчивая конечным потребителем, но и между конечными потребителями СО ввиду отсутствия согласованности в измерениях.

Список литературы

1. ISO/IEC 17025:2017. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.
ГОСТ ISO/IEC 17025–2019. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. — М.: Стандартинформ, 2021.
2. ISO 17034:2016. General requirements for the competence of reference material producers.
ГОСТ Р ИСО 17034-2021. Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов. — М.: Стандартинформ, 2021.
3. GLP — OECD Principles of Good Laboratory Practice. — DOI: <https://doi.org/10.1787/9789264078536-en>.
ГОСТ 33044-2014. Принципы надлежащей лабораторной практики. — М.: Стандартинформ, 2019.
4. GMP — Good manufacturing practices, 2015.
ГОСТ Р 52249-2009. Правила производства и контроля качества лекарственных средств. — М.: Стандартинформ, 2009.
5. Оганян Н.Г. Метрологическая прослеживаемость в системе ILAC // Контроль качества продукции. — 2021. — № 11. — С. 15–18.
6. Федеральный закон от 26.06.2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений».
7. РМГ 29-2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения. — М.: Стандартинформ, 2014.
8. Утверждённые типы стандартных образцов // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: [сайт]. — URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19>.
9. Реестр межгосударственных стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов государств — участников соглашения. — Минск: Бюро по стандартам, 2022. — URL: <https://easc.by/images/document/metrologia/Reestr%20MSO%20%2012-2021.docx>.
10. D1 OIML Edition 2020 (E) National metrology systems — Developing the institutional and legislative framework. — URL: https://www.oiml.org/en/publications/documents/en/files/pdf_d/d001-e20.pdf.
11. ISO/DIS 10576-2003. Statistical methods — Guidelines for the evaluation of conformity with specified requirements. — Part 1: General principles. — URL: <https://www.iso.org/standard/78878.html>.
ГОСТ Р ИСО 10576-1-2006. Статистические методы. Руководство по оценке соответствия установленным требованиям. Часть 1. Общие принципы. — М.: Стандартинформ, 2020.

12. Приказ Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 28 августа 2020 года № 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».
13. ГСО 11767-2021. Стандартный образец температур текучести и застывания нефтепродуктов (ТТЗ-03-СХ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: [сайт]. — URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1395270>.
14. РМГ 91-2019. Государственная система обеспечения единства измерений. Использование понятий «погрешность измерения» и «неопределённость измерений». Общие принципы // Российский институт стандартизации: [сайт]. — URL: <https://www.gostinfo.ru/catalog/Details/?id=6479239>.
15. ГСО 11647-2020. Стандартные образцы состава серебра аффинированного (комплект СО СТК) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: [сайт]. — URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1384779>.
16. ГСО 11875-2022/ ГСО 11880-2022. Стандартные образцы чугунов легированных типов ЧН2Х, ЧНХМДШ, ЧНХМД, ЧХ2, ЧХ1, ЧНХТ (набор ИСО ЧГ35/1 – ИСО ЧГ40/1) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: [сайт]. — URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1397878>.
17. Oganyan N.G. Measurement uncertainty and corresponding risk of false decisions // Journal of Physics: Conference Series. The IV International scientific and technical conference "Metrology of physicochemical measurements". 17–19 September 2019 Suzdal, Russian Federation. — 2019. — V. 1420. — 011003.
18. Kuselman I., Pennechi F.R., da Silva R. J.N.B, Hibbert D.B. How many shades of grey are in conformity assessment due to measurement uncertainty? // Journal of Physics: Conference Series. The IV International scientific and technical conference "Metrology of physicochemical measurements". 17–19 September 2019 Suzdal, Russian Federation. — 2019. — V. 1420. — 012001.

Статья поступила в редакцию: 08.04.2022 г.

Статья прошла рецензирование: 22.06.2022 г.

Статья принята в работу: 18.07.2022 г.