|  |  |
| --- | --- |
|  | **УТВЕРЖДАЮ:**Директор ООО \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_«\_\_\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 2021 г. |
|  | Заведующий ИЛ\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_«\_\_\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 2021 г. |

**ДОКУМЕНТИРОВАННАЯ ПРОЦЕДУРА**

**Внедрение, Верификация, Валидация**

**ДП 02-09-01-2021**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | **ФИО** | **Подпись** |
| **Разработал:** |  |  |

|  |  |
| --- | --- |
| **Дата введения** |  |
| **Дата пересмотра и отмены** |  |

**Содержание**

1. Общие положения. [3](#__RefHeading___Toc1871_2131331795)

2. Применение и ответственность [3](#__RefHeading___Toc1873_2131331795)

3. Внедрение [3](#__RefHeading___Toc1181_1666948493)

4. Оценка пригодности МИ (валидация и верификация). [5](#__RefHeading___Toc50057_1390715349)

5. Участие в МСИ [9](#__RefHeading___Toc40468_1511068325)

6. Внутренний контроль качества испытаний. [9](#__RefHeading___Toc50059_1390715349)

7. Учет результатов внутреннего контроля и МСИ [10](#__RefHeading___Toc50061_1390715349)

8. Заполнение карт отчета внутреннего контроля и карт Шухарта [11](#__RefHeading___Toc14672_1178205293)

9. Периодическая верификация [11](#__RefHeading___Toc229035_1611272957)

10. Валидация расчетов в программах электронных таблиц и других. [11](#__RefHeading___Toc229035_16112729571)

1. **Общие положения.**
	1. Определения, сокращения и ссылки приводятся в соответствии с Руководством по качеству (далее - РК) Испытательной лаборатории ООО \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ (далее - ИЛ).
	2. Настоящий ДП разработан в соответствии с учетом требований ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 и Критериев аккредитации.
	3. ДП распространяется на всю деятельность ИЛ.
	4. Настоящая процедура устанавливает правила внедрения, верификации, контроля качества выполнения испытаний (измерений) и вводится в дополнение к РК.
	5. Целью данной процедуры является обеспечение правильности использования методик испытаний и получения достоверных результатов испытаний.
2. Применение и ответственность
	1. Данная процедура является обязательной для всех сотрудников ИЛ и распространяется на все места осуществления деятельности ИЛ, включая места проведения временных работ.
	2. Менеджер по качеству отвечает за за внедрение данной процедуры.
	3. Ответственность за не выполнение требований данной процедуры несут заведующий ИЛ.
	4. При необходимости освоения новой для ИЛ методики проведения испытаний (измерений) проводится внедрение.
	5. При необходимости оценки пригодности при расширениях и модификаций стандартных методик, методик, разработанных лабораторией, проводится валидация/верификация методик.
	6. Если методика разрабатывается или модифицируется для проведения измерений в сфере государственного регулирования, методика аттестуется в аккредитованной в установленном порядке организации (учреждении).
3. Внедрение
	1. ИЛ осуществляет проведение работ, связанных с расширением перечня объектов или показателей в области аккредитации, освоением и внедрением новых методов или средств измерений в соответствии приказами и распоряжениями директора, по заявкам заказчиков и т.д.
	2. При внедрении новых методов испытаний лаборатория проводит:
		* 1. анализ наличия необходимых СИ, испытательного и вспомогательного оборудования, СО, расходных материалов и приобретение недостающих ресурсов;
			2. обучение новой методике сотрудников ИЛ;
			3. анализ соблюдения условий окружающей среды;
			4. установку и поверку (или калибровку) средств измерений, аттестацию испытательного оборудования;
			5. установку и проверку вспомогательного оборудования;
			6. приготовление реактивов, аттестованных смесей;
			7. построение градуировочных графиков, оценку их соответствия выбранному виду зависимости (при необходимости);
			8. практическое осуществление методики выполнения измерений с проверкой повторяемости или внутрилабораторной прецизионности (при необходимости, если такая процедура доступна);
			9. проверку подконтрольности выполнения испытаний (измерений) по методике;
			10. документальное оформление внедренных работ (протокола внедрения);
			11. подача заявки в орган по аккредитации на аккредитацию в дополнительной области в установленном порядке.
	3. Заведующим ИЛ даются распоряжения на внедрение новых методик, а заведующий лабораторией руководит их внедрением в лаборатории.
	4. Перед внедрением подготавливается проверочный лист (Приложение 1) и программа внедрения (Приложение 2).
	5. В проверочном листе указываются все требуемые и имеющиеся в наличии оборудование (СИ, ИО, ВО), реактивы, материалы, стандартные образцы, с сопоставлением требуемых технических характеристик с техническими характеристиками имеющего в наличии СИ, ИО, ВО, реактивов, материалов и СО.
	6. В программе внедрения устанавливаются методы контроля качества результатов испытания в соответствии с доступными и применимыми вариантами:
		* 1. Методом оперативного и повторного контроля неколичественных показателей;
			2. Методом контроля повторяемости или/и воспроизводимости (Р 50.2.060);
			3. Методом контроля достоверности в межлабораторных сличительных испытаниях;
			4. Методом проверки подконтрольности процедуры анализа и контроля исполнителей
	7. В соответствии с программой внедрения проводятся необходимые проверки и испытания.
	8. Процедуру проверки приемлемости результатов единичных анализов, получаемых в условиях повторяемости, осуществляют в соответствии с требованиями методики, если она предусматривает проведение параллельных определений для получения результата анализа. Для проверки в условиях повторяемости используют не менее 16 измерений, если методика предусматривает два параллельных измерения. Если методика не предусматривает параллельные испытания или их невозможно провести в разумные сроки, то проводятся повторные и параллельные испытания для расчетов внутрилабораторной прецизионности, которую сравнивают со значением воспроизводимости в методике умноженной на 0,84 в соответствии с Р 50.2.060.
	9. Проверку проводит исполнитель путем оценки соответствия расхождения результатов параллельных определений пределу повторяемости с регистрацией в рабочем журнале. При этом количество дополнительных определений при превышении предела повторяемости установленным требованиям определяют по таблице, приведенной в инструкции. Результаты и расчеты повторяемости и/или внутрилабораторной прецизионности вносят в отчет (Приложение 3).
	10. Для не количественных методик проводят оперативный контроль качества испытаний, проверку подконтрольности выполнения испытаний (контроля исполнителя), повторные или параллельные испытания двумя или более сотрудниками, либо ИЛ участвует в межлабораторном сличении или проверке квалификации. Результаты вносят в отчет (Приложение 3).
	11. В случае отсутствия в методике испытаний, предполагающей количественную характеристику объекта, показателей повторяемости, воспроизводимости, диапазона определения, неопределенности и других, проводят валидацию методики (если это применимо).
	12. Отклонения от регламентированных методиками испытаний процедур не допускаются.
	13. При внедрении методики комиссия из Заведующего ИЛ и лиц, проводящих оценку правильности проведения испытаний, проверяет отчеты по внедрению. В отчетах необходимо заполнять информацию только по используемому методу контроля качества, остальные надо убирать.
	14. После проверки отчета комиссия заполняет протокол внедрения, который утверждается заведующим ИЛ (Приложение 4). Фактически установленные значения показателей качества результатов испытаний регистрируются в протоколе внедрения.
	15. В случае отсутствия стандартизированных (внешних) методик ИЛ работает с внутренними методиками, утвержденными директором, прошедшими рецензирование и аттестацию (при необходимости).
	16. С целью контроля выполнения методик, внедренных в практику работы ИЛ, используют периодическую верификацию и внутренний контроль.
4. Оценка пригодности МИ (валидация и верификация).
	1. Валидация/верификация методик испытаний является необходимой процедурой подтверждения пригодности методов измерений и расчетов требуемым количественным характеристикам: показателям неопределенности, повторяемости, прецизионности, пределу обнаружения, пределу количественного определения, диапазону измерений. Валидация проводится для методик, количественный результат которых зависит от сложных расчетов и построения градуировочных графиков. Методики испытаний, количественный результат которых получается методом прямых измерений и расчета валидировать необязательно, достаточно внутреннего контроля.
	2. Валидация методики — подтверждение пригодности методики для целей её применения.
	3. Верификация методики — подтверждение того, что реализуемая в ИЛ методика. соответствует установленным требованиям.
	4. Оценку пригодности методик утверждает заведующий ИЛ в форме плана валидации/верификации с указанием методики, показателя, матриц, ответственных исполнителей, вида контроля, сроков выполнения (Приложение 9).
	5. План валидации/верификации доводится до всех ответственных исполнителей в течение трех рабочих дней с даты утверждения заведующим ИЛ
	6. С целью подтверждения соответствия выполняемой в лаборатории работы требованиям НД на метод испытаний проводится периодическая верификация. Периодическая верификация планируется заведующим ИЛ и проводится назначенными им ответственными лицами в соответствии с ежегодным планом (Приложение 9).
	7. Методики испытаний, которые планируется верифицировать в обязательном порядке включаются в график внутреннего лабораторного контроля качества результатов испытаний либо используют процедуру оперативного контроля.
	8. При отсутствии проб для параллельного или повторного контроля используют подготовленные пробы с добавкой или стандартные образцы.
	9. Для целей валидации/верификации методик заполняется Проверочный лист (Приложение 1).
	10. К протоколу валидации прилагаются расчеты неопределенности, повторяемости и/или воспроизводимости, пределов обнаружения и количественного определения (Приложение 6 и 7).
	11. Для целей верификации методики используют сравнение рассчитанных значений повторяемости и/или воспроизводимости с оценками повторяемости и воспроизводимости, полученными при аттестации (или валидации) методики и заполняется отчет (приложение 7) или карта Шухарта, заполненная по данным за этот период.
	12. При проведении верификации по результатам оперативного контроля заполняется отчет по приложению 11.
	13. По окончанию процедуры валидации/верификации заполняется протокол валидации/верификации, который утверждает заведующий ИЛ (Приложение 10).
	14. Оценка пригодности методики (валидация/верификация) предусматривает процедуру подтверждения соответствия погрешности (неопределенности) результатов испытаний при реализации в лаборатории конкретной методики требованиям документа на методику испытаний, или определение достигаемой неопределенности в соответствии с допустимыми вариантами и заполняется отчет по форме приложения 6:
		1. Вариант 1. Расчет неопределенности по типу А проводится для n параллельных измерений на одном СИ при отсутствии нормированной погрешности измерений (определяемой при калибровке). Если для проведения измерений требуется использовать калибровочный (градуировочный) график необходимо использовать вариант 2.
		2. Вариант 2. Используется расчет бюджета неопределенности по типу В согласно метода GUM для сложных методов физического и химического анализа, и при необходимости расчитывается отдельно для каждого диапазона измерений.
			1. Заполняется таблица входных значений для расчета бюджета неопределенности:

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| № | Средство измерений, СО | Измеряемая величина | Вид распределения | Измеренное значение | Неопределенность (погрешность) |
|  |  |  |  |  |  |

* + - 1. Если требуется градуировка средства измерений, то расчет коэффициентов линейной функциипроводится по ГОСТ Р ИСО 11095-2007 «Линейная калибровка с использованием образцов сравнения» или с использованием рекомендаций Р 50.2.028-2003 «Алгоритмы построения градуировочных характеристик средств измерений состава веществ и материалов и оценивание их погрешностей (неопределенностей). Оценивание погрешности (неопределенности) линейных градуировочных характеристик при использовании метода наименьших квадратов». Поскольку данные документы не являются равнозначными необходимо в первую очередь руководствоваться ГОСТ Р ИСО 11095-2007. При расчете градуировочной кривой вычисляются стандартные ошибки коэффициентов линейной функции y=bx+a, соответственно **Sb** и **Sa**.
			2. Расчет по методу GUM производится в программе NIST Uncertany machine [**https://uncertainty.nist.gov/**](https://uncertainty.nist.gov/). Расширенная неопределенность результата указывается до второго значащего знака для Р=0,95.
		1. Вариант 3. Расчет неопределенности для счетных методов.
			1. Для бинарной переменной (с двумя возможными значениями) средней арифметической является доля «успехов».
			2. Стандартная ошибка доли – корень из дисперсии:



* + - 1. Максимально возможная дисперсия переменной в схеме Бернулли достигается при p\*=0,5. Она равна 0,5\*(1-0,5)=0,25. Отсюда легко рассчитать максимальную стандартную ошибку доли, полученную по некоторой выборке.



где n – количество в выборке. Для расширенной неопределенности при коэффициенте охвата равной k=2, u=2\*σ.

* + 1. Для не количественных методов неопределенность не рассчитывается.
	1. При проведении валидации оценивают достигнутые в лаборатории показатели повторяемости и воспроизводимости: Проводится специальный эксперимент с учетом рекомендаций РМГ 76-2014 (где это доступно и применимо): проводится измерение одного и того же показателя, одним и тем же методом, в одном и том же материале несколько раз в нескольких сериях измерений (минимум в двух сериях по два измерения). Серия измерений является основанием для расчета следующих показателей:
		1. Среднеквадратичное (стандартное) отклонение внутри одной серии в случае проведения не менее шестнадцати измерений — СКО повторяемости (Sr), для получения предела повторяемости r=2,77\*Sr
		2. Среднее значение среднеквадратичных (стандартных) отклонений отдельных серий - СКО повторяемости (Sr), для получения предела повторяемости r=2,77\*Sr
		3. Среднеквадратичное (стандартное) отклонение результатов во всех сериях — СКО внутрилабораторной прецизионности (воспроизводимости) (SR), для получения предела внутрилабораторной прецизионности (воспроизводимости) R=2,77\*SR
		4. Среднеквадратичное отклонение среднего значения между несколькими сериями — СКО неопределенности по типу А (см. п. 4.14.1).
		5. Рассчитанный бюджет неопределенности дает нам неопределенность по типу В (см. п. 4.14.3)
		6. Ожидаемую величину определяют как среднее арифметическое нескольких измерений

 Xср = (X1+X2+..+XN)/N

* + 1. Разброс значений в наблюдениях обусловлен случайными изменениями влияющих величин. Выборочную дисперсию, являющуюся оценкой дисперсии для данного распределения вероятностей величины, получают по формуле

Sx2=∑(Xср- XN)2/(n-1)

* + 1. Cреднеквадратичное отклонение (СКО) получают по формуле:

 Sx=√Sx2

* + 1. Cреднеквадратичное отклонение (СКО) среднего значения получают по формуле:

 S=Sx/n

* 1. Оценку пределов обнаружения и количественного определения методики определяют по ГОСТ Р ИСО 11843-2-2007 на основании функции градуировочной кривой, полученной на основе принципов изложенных в ГОСТ Р ИСО 11095-2007 или иным способом в соответствии с методикой испытаний. Для упрощения расчета предела обнаружения и количественного допустимо использовать подход изложенный в Решении Коллегии ЕЭК от 17.07.2018 N 113 «Об утверждении Руководства по валидации аналитических методик проведения испытаний лекарственных средств». Результаты расчетов по формулам изложенным ниже заполняют в отчете по приложению :
		1. Предел обнаружения (ПО) по формуле

ПО = 3,3\* s/b

где b — наклон градуировочной прямой (коэффициент b), s – стандартное отклонение остатков градуировочной кривой (регрессии) по ГОСТ Р ИСО 11843-2-2007, ошибка свободного члена градуировочной кривой (регрессии) или стандартное отклонение холостой пробы (если имеется поддающийся статистическому анализу шум аналитического сигнала);

* + 1. Предел количественного определения (ПКО) по формуле:

ПКО = 10\* s/b;

где b — наклон градуировочной прямой (коэффициент b), s – стандартное отклонение остатков градуировочной кривой по ГОСТ Р ИСО 11843-2-2007 , ошибка свободного члена градуировочной кривой или стандартное отклонение холостой пробы (если имеется поддающийся статистическому анализу шум аналитического сигнала);

* + 1. Дополнительно согласно Директиве Совета 96/23/EC «О проведении аналитических методов и толковании результатов» определяют следующие показатели:
			1. Предел значения (CCα) означает предел, при котором и выше которого можно сделать вывод с погрешностью, равной α, что проба несогласующаяся, для α= 5% по формуле:

CCα = 1,64\*s/b;

* + - 1. Способность обнаружения (CCβ) означает наименьшее содержание вещества, которое может быть выявлено, идентифицировано и/или определено количественно в пробе с погрешностью, равной β. В отношении веществ, для которых не установлен допустимый предел, способность обнаружения представляет собой самую низкую концентрацию, при которой метод может выявить действительно загрязненные пробы при статистической достоверности, равной 1 – β. В отношении веществ с установленным допустимым пределом t, это означает, что способность обнаружения представляет собой концентрацию, при которой метод может обнаружить концентрации допустимого предела при статистической достоверности, равной 1 – β. Для β=5% можно считать по формуле:

CCβ=ПО=3,3\* s/b.

* 1. Оценка верхней границы градуировочной зависимости (последняя точка градуировки) в пересчете на возможный результат в пробе дает верхний предел диапазона количественного определения.
	2. Подконтрольность выполнения методики испытаний осуществляют непосредственным наблюдением за работой исполнителя при проведении испытаний (измерений) согласно методики испытаний и отмечают выполнение каждой операции в таблице отчета (Приложение 13), с указанием замечаний, если проведение операции неудовлетворительно.
	3. Отчеты по контролю за исполнителями, отчеты с расчетами прикладываются к протоколу валидации/верификации (Приложение 10).
1. Участие в МСИ
	1. Внешний контроль за деятельностью лаборатории осуществляется при участии в межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаниях (МСИ);
	2. В ИЛ разрабатывается план участия в межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаниях (Приложение 5). В первую очередь ИЛ участвует в МСИ по показателям (методикам) которые включены в область аккредитации . При разработке плана участия в МСИ ИЛ следует политике Росаккредитации по участию аккредитованных лабораторий в МСИ, и на каждый метод измерений в области аккредитации подбирается соответствующая программа МСИ для прохождения как минимум раз в 5 лет.
	3. В случае необходимости внедрения и аккредитации новых методик или исключения из области аккредитации методик, изменения состава работников, проводящих испытания, изменения оснащенности испытательным оборудованием и средствами измерений, план участия в МСИ корректируется.
	4. Ответственным за организацию работ по обеспечению качества результатов испытаний в ИЛ и разработку плана проведения МСИ являются заведующий ИЛ и МК.
	5. В конце года МК составляет сводный отчет по участию в МСИ и доводит его до сведения сотрудников ИЛ и руководства.
2. Внутренний контроль качества испытаний.
	1. Все виды контроля проводят на основе результатов испытаний, выполняемых для контроля.
	2. Требования к контрольным испытаниям соответствуют требованиям к проведению измерений рабочих проб, установленных в НД на методику.
	3. Контрольная процедура - процедура разовой оценки качества результатов испытаний на основе выбранного алгоритма контроля.
	4. Контрольные измерения – измерения, проводимые для цели контроля.
	5. Проведение контрольной процедуры предусматривает использование средств контроля.
		1. Средства контроля внутрилабораторной прецизионности и повторяемости – рабочие пробы, стандартные образцы, аттестованные смеси;
		2. Средства контроля погрешности результатов измерений – стандартные образцы, аттестованные смеси, пробы с добавкой, разбавленные пробы, другая аттестованная методика.
	6. Результат контрольной процедуры – статистическая оценка характеристики погрешности результатов анализа или ее составляющей, полученная на основе контрольных измерений с использованием выбранного алгоритма контроля.
	7. Контроль приемлемости результатов анализа, получаемых в условиях повторяемости.
		1. Начинаем с двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости. Процедура результатов анализа параллельных определений признается удовлетворительной если

 │Х1-Х2│≤ r

 где Х1; Х2 – результаты параллельных измерений;

r – предел повторяемости

если условие выполняется, то окончательный результат формируется в виде:

\_

Х = (Х1+ Х2)/2

* + 1. При невыполнение условия, результат анализа признается неудовлетворительным, анализ приостанавливается и выясняют причину.
	1. Контроль приемлемости результатов двух анализов в условиях внутрилабораторной прецизионности осуществляется по графику в зависимости от количества проводимых испытаний.
	2. Алгоритм контроля:
		1. выполняют измерения в точном соответствии с НД, на МИ;
		2. получают два результата в условиях внутрилабораторной прецизионности;
		3. разность между ними сравнивают с пределом внутрилабораторной прецизионности признается удовлетворительной, если

Х1-Х2≤ Rл

Rл = 0,84\*R (если нет значения полученного в ходе валидации/верификации)

R – предел воспроизводимости (разница результатов измерений в разных лабораториях).

* + 1. Если Х1-Х2>RЛ то процедура анализа результатов в условиях внутрилабораторной прецизионности повторяется.
		2. В случае повторного несоответствия процедура внутрилабораторной прецизионности считается неудовлетворительной.
		3. Анализ приостанавливается, выясняется и устраняется причина неудовлетворительных результатов. Проводят новые измерения.
	1. При планировании внутрилабораторного контроля заведующие лабораториями составляют график внутреннего лабораторного контроля качества результатов испытаний по своей лаборатории (Приложение 8). Заведующий ИЛ утверждает график.
	2. Основой для внутреннего контроля качества результатов испытаний является повторное или параллельное испытание одних и тех же рабочих проб.
	3. Для некоторых испытаний (анализов, исследований) используются меры оперативного контроля. В каждой постановке процедуры испытаний (анализа) ставятся пробы положительного и отрицательного контроля с целью своевременного выявления отклонений в процедуре проведения испытания. Процедура оперативного контроля не отражается в графике проведения внутрилабораторного контроля.
	4. Для не количественных методик испытаний основой внутрилабораторного контроля качества является контроль исполнителей и проведение МСИ. Контроль исполнителей проводится с установленной в графике периодичностью с заполнением отчета по приложению 13.
	5. После завершения мероприятий по внутрилабораторному контролю заведующий лаборатории сообщает руководителю ИЛ о результатах и заполняет соответствующие формы записи в электронном журнале JDX Data Express. Если по какой-либо методике контроль не пройден, заведующий лаборатории предлагает действия, которые необходимо предпринять.
1. Учет результатов внутреннего контроля и МСИ
	1. Результаты испытаний по внутреннему контролю, испытаний стандартных образцов и образцов МСИ вносятся в электронный журнал внутреннего контроля в системе электронного документооборота JDX Data Express.
	2. В электронном журнале JDX Data Express ведется учет образцов, направленных на сравнительные испытания и внутренний контроль в форме «Внутренний контроль».
	3. Заведующий ИЛ анализируют отклонения, полученные в результате внутреннего контроля и сравнительных испытаниях для проведения предупреждающих и корректирующих действий, с периодичностью не реже одного раза в квартал.
	4. Для анализа возможных отклонений распечатывается отчет внутреннего контроля и подшивается к графику внутреннего контроля.
2. Заполнение карт отчета внутреннего контроля и карт Шухарта
	1. С целью ретроспективного анализа результатов внутреннего контроля качества и МСИ заведующий лабораторией, или МК, или заведующий ИЛ заполняют Отчеты внутреннего контроля точности согласно приложению 12 по отдельным показателям с построением карт Шухарта, там где это применимо:
		* 1. Для заполнения карты Шухарта необходимо использовать не менее 5 результатов контроля, лучше более 10 результатов.
			2. Карта Шухарта заполняется по результатам, внесенным в электронную систему документооборота JDX Data Express.
			3. Карта Шухарта строится в программе Microsoft Excel версии 2014 или выше, Calc LibreOffice версии выше 5.2.
	2. Отчет распечатывается и подшивается к протоколу верификации или к графику проведения внутреннего контроля качества. Отчет подписывает заведующий ИЛ.
3. Периодическая верификация
	1. С целью подтверждения соответствия выполняемой в лаборатории работы требованиям НД на метод испытаний проводится периодическая верификация. Периодическая верификация планируется заведующим ИЛ и проводится назначенными им ответственными лицами в соответствии с ежегодным планом (Приложение 9).
	2. Методики испытаний, которые планируется верифицировать в обязательном порядке включаются в график внутреннего лабораторного контроля качества результатов испытаний либо используют процедуру оперативного контроля.
	3. При отсутствии проб для параллельного или повторного контроля используют подготовленные пробы или стандартные образцы.
	4. Для целей верификации методик заполняется Проверочный лист (Приложение 1).
	5. При проведении верификации по результатом внутреннего лабораторного контроля качества заполняется отчет с расчетами согласно приложения 7.
	6. При проведении верификации по результатам оперативного контроля заполняется отчет по приложению 11.
	7. По окончанию верификации заполняется протокол верификации, который утверждает заведующий ИЛ (Приложение 10).
4. **Валидация расчетов в программах электронных таблиц и других.**
	1. С целью подтверждения соответствия расчетов, которые проводятся по формулам из методик, с помощью электронных таблиц (Microsoft Excel, LibreOffice Calc и других), в системе электронного документооборота JDX Data Express и других программах для расчетов, проводится валидация конечного результата.
	2. Для валидации конечного результата при расчете используются ряды натуральных чисел от 2 до 20, которые подставляются вместо переменных в формулу.
	3. Расчет ведется параллельно в программе и вручную, или параллельно в двух разных программах. Если конечный результат совпадает, то расчет считается соответствующим.
	4. По результатам валидации заполняется отчет (Приложение 14).

Приложение 1

**Ф1 ДП 02-09-01-2021**

**Проверочный лист**

Обеспечение и контроль необходимых условий для проведения измерений (испытаний) в соответствии с НД на методику испытаний

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

*Наименование методики*

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

*Наименование показателя*

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **№ п/п** | **Требование** | **Фактическое состояние** | **Информация о соответствии1** | **Примечание** |
|  | Использование актуализированного нормативного документа (НД) на методику измерений (испытаний), доступного всем участникам, выполняющим измерения (испытания) | В лаборатории в наличии имеется актуализированная копия\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_. Использование актуализированного НД на МИ, доступно всем участникам, выполняющим измерения. | + |  |
|  | Наличие всех технических средств (СИ, ВО, ИО), реактивов, материалов, предусмотренных методикой измерений (испытаний) | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ предусмотрено использование СИ, ИО, ВО, материалов, реактивов. Необходимыми средствами ИЛ владеет на праве собственности. | + |  |
|  | В том числе: |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  | Организация поверки (калибровки) применяемых СИ, аттестации ИО, проверки технического состояния ВО | Для необходимых к применению по\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ СИ , ИО, ВО имеются в наличии, исправны и поверены. | + |  |
|  | В том числе: |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  | Проведение обучения персонала работе в соответствии с НД на методику измерений (испытаний) | Проведено внутреннее обучение специалистов, по результатам аттестации на знание требований\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ составлен протокол. | + |  |
|  | Проверка распределения обязанностей между сотрудниками лаборатории по реализации элементов процедуры измерений (испытаний) | Процедура внедрения проводится согласно распределенным обязанностям между сотрудниками лаборатории по реализации элементов процедуры измерений (испытаний) в соответствии с\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_. | + |  |

1 «+» - фактическое состояние соответствует заданным требованиям;

«-» - фактическое состояние не соответствует заданным требованиям

Ответственный за выполнение проверочного листа:

Заведующий лаборатории

 \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_(\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_) «\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_20\_\_\_\_ г

 **(подпись, расшифровка подписи)**

Приложение 2

**Ф2 ДП 02-09-01-2021**

Утверждаю:

Заведующий ИЛ

ООО \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

«\_\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 20\_\_ года

**ПРОГРАММА**

**внедрения методики проведения испытаний**

**в практику работы Испытательного центра**

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

(название методики)

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

(название показателя)

1. **Срок внедрения:** \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

2. **Цель внедрения, область применения:** \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

3. **Ответственные исполнители:** \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 (должность, ф.и.о.)

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

**4. Перечень оборудования, необходимого для внедрения МИ:**

В наличии в ИЛ:

Приведено в приложении.

Требуется приобретение:

- \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

5. **Подготовка оборудования:** *(выбрать нужное)*

Поверка:

Аттестация:

Ремонт или техническое обслуживание:

**6. Обучение специалистов, аттестация:** *(выбрать нужное)*

**-** требуется/не требуется.

**7. Производство анализа, оценка достоверности:** *(выбрать нужное)*

Методом оперативного и повторного контроля не количественных показателей:

Методом контроля повторяемости или/и воспроизводимости (Р 50.2.060):

Методом контроля в межлабораторных сличительных испытаниях:

Методом проверки подконтрольности процедуры анализа и контроля исполнителей

**8. Оформление протокола внедрения новой методики.**

**Приложение: Проверочный лист**

**Исполнители**

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

Приложение 3

**Ф3 ДП 02-09-01-2021**

**Утверждаю:**

Заведующий ИЛ

ООО \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

«\_\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 20\_\_ года

**Отчет по проверке внедрения методики**

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

(название методики и показателя)

*Выбрать и описать результаты метода контроля качества:*

Методом повторного контроля показателей или методом проверки подконтрольности процедуры анализа и контроля исполнителей:

Проанализирована следующая продукция в количестве проб:

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

(наименование объекта испытаний и количество проб)

Расхождений в результатах выявлено не было.

Копии записи из журнала результатов испытаний (анализных карт или опросных листов) с отметками заведующего лабораторией прилагаем на \_\_\_\_ листах.

Методом контроля повторяемости или/и воспроизводимости (Р 50.2.060):

Расчеты повторяемости:

Вводные данные из методики

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| СКО повторяемости (r/2,77) | Погрешность (неопределенность) | число степеней свободы (n-1) | Мю (M(f) из критерия фишера |
|  |  | 15 | 1,28 |

Дата испытаний «\_\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 20\_\_ года

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Номер измерения | Матрица | Результат испытания  |
| 1 |  |  |
| 2 |  |  |
| 3 |  |  |
| 4 |  |  |
| 5 |  |  |
| 6 |  |  |
| 7 |  |  |
| 8 |  |  |
| 9 |  |  |
| 10 |  |  |
| 11 |  |  |
| 12 |  |  |
| 13 |  |  |
| 14 |  |  |
| 15 |  |  |
| 16 |  |  |

Расчеты приемлимости результатов

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| СРЕДНЕЕ | СКО | Мю (M(f) из критерия фишера | СКО повторяемости | Норматив | Заключение |
| Xср | Sx | M | Sr | M\*Sr\*Xср |
|  |  |  |  |  | Удовлетворяет, поскольку СКО меньше норматива контроля) |

Расчеты повторяемости:

Вводные данные из методики

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| СКО воспроизводимости (R//2,77) | Погрешность (неопределенность) | число степеней свободы (n-1) | Мю (M(f) из критерия фишера |
|  |  | 15 | 1,28 |

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Номер измерения | Матрица | Дата испытания | Результат испытания  |
| 1 |  |  |  |
| 2 |  |  |  |
| 3 |  |  |  |
| 4 |  |  |  |
| 5 |  |  |  |
| 6 |  |  |  |
| 7 |  |  |  |
| 8 |  |  |  |
| 9 |  |  |  |
| 10 |  |  |  |
| 11 |  |  |  |
| 12 |  |  |  |
| 13 |  |  |  |
| 14 |  |  |  |
| 15 |  |  |  |
| 16 |  |  |  |

Расчеты приемлимости результатов

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| СРЕДНЕЕ | СКО | Мю (M(f) из критерия фишера | СКО повторяемости | Норматив | Заключение |
| Xср | Sx | M | Sr | M\*Sr\*Xср |
|  |  |  |  |  | Удовлетворяет, поскольку СКО меньше норматива контроля) |

Граудировки и хроматограммы прилагаем на \_\_\_\_ листах

Методом контроля в межлабораторных сличительных испытаниях:

В ходе проведения МСИ получен удовлетворительный результат.

Величина z-индекса или процент верных ответов укладывается в диапазон, указанный провайдером в программе.

Отчеты по МСИ прилагаем на \_\_\_\_ листах.

Исполнители:

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

Приложение 4

**Ф4 ДП 02-09-01-2021**

**Утверждаю:**

Заведующий ИЛ

ООО \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

«\_\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 20\_\_ года

**Протокол №**

**внедрения методики проведения исследований**

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

(название методики и показателя)

Сущность метода: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Проверяемые метрологические характеристики: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Процедура контроля качества результатов испытаний: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Анализируемые объекты испытаний (матрицы): \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Подконтрольность проведения испытаний по методике приведены в отчете от «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_г.

Результаты расчетов при внедрении приложены в отчете от «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_г.

Достигнутые показатели (*метрологические характеристики*):

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

*(при необходимости в виде таблицы)*

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Объект испытаний (матрица) | Показатель | Предел обнаружения | Предел количественного определения | CCα | Диапазон | Повторяемость/воспроизводимость | Неопределенность |
|  |  |  |  |  |  |  |  |

Заключение:

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_*(достигнутые показатели не хуже приведенных в методике испытаний/соответствуют требованиям нормативных документов)*.

Рекомендуется методику\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ считать освоенной и внедренной в работу лаборатории со следующими характеристиками:

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Объект испытаний (матрица) | Показатель | Диапазон | Повторяемость | Воспроизводимость | Внутрилабораторная прецизионность | Неопределенность |
|  |  |  |  |  |  |  |

Установить контроль за следующими параметрами среды *(при необходимости)*:

Температура: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_С

Влажность: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ %

Давление: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ кПа

Напряжение тока: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ В

Частота тока: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ Гц

Освещенность: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ Люкс

Запыленность: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 1/м3

Установить вид контроля качества *(выбрать нужное)*:

МСИ,

метод оперативного контроля,

метод испытаний СО,

метод добавок,

метод повторных испытаний,

метод параллельных испытаний,

метод контроля испытателей (подконтрольность выполнения испытания).

Установить периодичность контроля качества: 6 месяцев.

Приложение к протоколу:

1. Распоряжение о внедрении методики;
2. Проверочный лист
3. Программа внедрения методики;
4. Отчет о внедрении методики;
5. Протокол аттестации специалистов на знание требований НД *(если есть)*.

Исполнители:

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

Приложение 5

УТВЕРЖДАЮ:

Директор

ООО \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

«\_\_\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 20\_\_ г.

**ПЛАН**

 Участия Испытательного центра

 в межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаниях (МСИ) в 20\_\_г

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| № п,п | Провайдер МСИ | Сроки(месяц, квартал) | Показатели (матрица) |

Заведующий ИЛ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Приложение 6

**Расчетов неопределенности по методике** \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

(название методики и показателя)

Перечень средств измерений и стандартных образцов используемых в методике с указанием сведений о погрешности (неопределенности):

Вариант 1. Расчет неопределенности по типу А *(для n параллельных измерений на одном СИ при отсутствии нормированной погрешности измерений)*

Средство измерений:

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Номер измерения, N | Измеренное значение, Xi | Среднее значение, X | СКО, Sx | Стандартная ошибка среднего, S=Sx/n^(1/2) | Коэффициент Стьюдента, t(n-1) | Неопределенность, u=S\*t(n-1) |
|  |  |  |  |  |  |  |

Вариант 2. Расчет бюджета неопределенности по типу В *(для сложных методов химического анализа, при необходимости заполняется отдельно для каждого диапазона измерений!)*:

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| № | Средство измерений, СО | Измеряемая величина | Вид распределения | Измеренное значение | Неопределенность (погрешность) |
|  |  |  |  |  |  |

Градуировка средства измерений и расчет коэффициентов линейной функции *(если требуется):*

Ошибка коэффициентов линейной функции:

Sb=

Sa=

Расчет по методу GUM

*(результат из программы NIST Uncertany machine https://uncertainty.nist.gov/)*

Вариант 3. Расчет неопределенности для счетных методов.

Для бинарной переменной (с двумя возможными значениями) средней арифметической является доля «успехов».

Стандартная ошибка доли – корень из дисперсии:



Максимально возможная дисперсия переменной в схеме Бернулли достигается при p\*=0,5. Она равна 0,5\*(1-0,5)=0,25. Отсюда легко рассчитать максимальную стандартную ошибку доли, полученную по некоторой выборке.



где n – количество в выборке.

Вывод: Рассчитанная неопределенность соответствует указанной в методике или другим НД, регламентирующим (нормирующим) проведение испытаний.

Исполнители:

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

Приложение 7

Ф7 ДП 02-09-01-2021

Приложение к протоколу о валидации/верификации

**Отчет по проведению расчетов метрологических характеристик методики**

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

(название методики и показателя)

Расчет предела обнаружения и диапазона измерений.

Вариант 1. Градуировочная функция:

y=bx+a

Ошибка свободного члена градуировочной функции:

S=Sa

*или*

Ошибка остатков регрессии (под остатками понимается СКО отклонений рассчитанных значений от заданных)

S=SSE/(n-2);

где n – количество точек градуировки умноженное на количество повторов.

*или*

Вариант 2. Стандартное отклонение холостой пробы (если имеется поддающийся статистическому анализу шум аналитического сигнала)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Номер измерения холостой пробы | Xi | СКО, Sx |
|  |  |  |

Рассчитанные значения

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Показатель | Предел обнаружения, 3,3\*S/b | Предел количественного определения, 10\*S/b | CСα, 1,64\*S/b | CСβ, 3,3\* s/b. | Верхний предел диапазона |
|  |  |  |  |  |  |

Расчет повторяемости и/или воспроизводимости:

Вариант 1. Отчет по проведению внутреннего контроля подготовленных образцов контроля (ОК) с добавкой аналита или аттестованных стандартных образов.

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Шифр образца | Матрица | Величина добавки (значение СО) | Дата | Результаты для сравнения | Хср  | Неопределенность | Повторяемость | Воспроизводимость |
| X1 | Х2  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

Полученная повторяемость в диапазоне измерений меньше/больше допустимой, которая составляет \_\_\_\_\_\_\_\_\_.

Полученная воспроизводимость в диапазоне измерений меньше/больше допустимой, которая составляет \_\_\_\_\_\_\_\_\_.

Полученное значение с учетом неопределенности, соответствует/не соответствует величине добавки (аттестованному значению стандартного образца).

*или* Вариант 2. Метод контроля повторяемости или/и воспроизводимости согласно рекомендациям Р 50.2.060 *(из приложения 3)*

*или* Вариант 3. Согласно РМГ 76-2014 с определением смещения по СО или по пробе с добавкой.

Вывод: Полученные метрологические характеристики соответствуют/не соответствуют требуемым в методике или другим НД, регламентирующим (нормирующим) проведение испытаний.

Исполнители:

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

Приложение 8

Ф8 ДП 02-09-01-2021

Утверждаю

Заведующий ИЛ ООО \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

«\_\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 20\_\_ г.

**График**

**внутреннего лабораторного контроля качества результатов испытаний**

**Лаборатория \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_**

на \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| №п/п | НД на методику | Показатель | Наименование образца  (проба) | Планируемая дата исполнения |

Приложение 9

Ф9 ДП 02-09-01-2021

Утверждаю

Заведующий ИЛ ООО \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

«\_\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 20\_\_ г.

**План**

**проведения валидации/верификации методик испытаний**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| №п/п | НД на методику | Показатель | Проба (матрица) | Сотрудник | Планируемая дата исполнения |

Ответственные сотрудники

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

Приложение 10

Ф10 ДП 02-09-01-2021

**Утверждаю:**

Заведующий ИЛ

ООО \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

«\_\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 20\_\_ года

**Протокол №**

**валидации/верификации методики проведения исследований**

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

(название методики и показателя)

Сущность метода: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Проверяемые метрологические характеристики: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Процедура внутреннего лабораторного контроля качества результатов испытаний: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Анализируемые пробы (матрицы):\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Подконтрольность проведения испытаний по методике приведены в отчете от «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_г.

Результаты расчетов неопределенности приложены в отчете от «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_г

Результаты расчетов при верификации приложены в отчете от «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_г

Достигнутые показатели (метрологические характеристики):

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Объект испытаний (матрица) | Показатель | Предел обнаружения | Предел количественного определения | CCα | Диапазон | Повторяемость | Воспроизводимость | Неопределенность |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |

Заключение: Полученные метрологические характеристики соответствуют/не соответствуют требуемым в методике или другим НД, регламентирующим (нормирующим) проведение испытаний.

Проверочный лист от «\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 20\_\_г приложен.

«\_\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 20\_\_\_ года.

Исполнители:

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *должность подпись фамилия и.о.*

Приложение 11

Ф11 ДП 02-09-01-2021

**Отчет по результатам оперативного контроля качества результатов**

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

(название методики и показатель)

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Дата | Вид образца (+, -, 0) | Результат  | Вывод о соответствии  |
|  |  |  |  |

Исполнитель \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 подпись ФИО

Заведующий ИЛ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 подпись ФИО

Приложение 12

Ф12 ДП 02-09-01-2021

**Отчет по внутреннему контролю точности с применением ОК (повторные и параллельные рабочие пробы)**

Отчет № \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Даты отчета от \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ по \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Методика \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Показатель \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Карта Шухарта для анализа стабильности и выявления тенденций по приведенным значениям повторяемости и внутрилабораторной прецизионности *(если применимо)*

****

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Шифр образца | Дата | Матрица | Результаты для сравнения | Среднее или приписанное значение | Предел (прецизионности или повторяемости) | Результат контрольной процедуры |
| X1 (первый результат) | Х2 (повторный результат) |
|  |  |  |  |  |  |  |  |

Заведующий ИЛ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Приложение 13

Ф13 ДП 02-09-01-2021

**Отчет по проверке подконтрольности выполнения методики испытаний.**

**Контроль исполнителя**

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

(название методики и показатель)

Дата: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Исполнитель: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Контролирующий сотрудник: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| № п/п | Действие (операция) по проведению испытаний (измерений) | Результат (удов/неуд) | Замечания |
|  |  |  |  |

Исполнитель \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 подпись ФИО

Контролирующий сотрудник:\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 подпись ФИО

Приложение 14

Ф14 ДП 02-09-01-2021

**Утверждаю:**

Заведующий ИЛ

ООО \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

«\_\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 20\_\_ года

Отчет по валидации расчетов в программах электронных таблиц и другом ПО

Используемое программное обеспечение (ПО, наименование и версия):

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

**Дата последнего изменения формул (обновления ПО)**

**\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| № п/п | Методика, НД, содержащий формулу | Формула *(например х=(y-a)/k)* | Переменные в формуле и соответствующие им числовые значения от 2 до 20.*(например - y = 2; a = 3; k = 4)* | Результат ручного пересчета | Результат из ПО | Заключение(соответствует/несоответствует) |
|  |  |  |  |  |  |  |

Заключение о валидации ПО (соответствует/несоответствует)

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Исполнитель \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 подпись ФИО

Дата: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Ф5 ДП 02-01-01-2021

**ЛИСТ ОЗНАКОМЛЕНИЯ**

**ДП 02-01-01-2021**

**Управление документацией ИЛ**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **№****п\п** | **Фамилия, имя, отчество** | **Дата** **ознакомления** | **Подпись** |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

Ф6 ДП 02-01-01-2021

**ЛИСТ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ И ХРАНЕНИЯ**

**ДП 02-09-01-2021**

**Внедрение, Валидация и Верификация**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Статус экземпляра** | **Место хранения** | **Дата** |
| **Должность** | **ФИО**  | **Подпись** |
| Контрольный экземпляр |  |  |  |  |
| Учтенная копия № 1 |  |  |  |  |
| Учтенная копия № 2 |  |  |  |  |
| Учтенная копия № 3 |  |  |  |  |
| Учтенная копия № 4 |  |  |  |  |
| Учтенная копия № 5 |  |  |  |  |