

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОРПОРАЦИЯ ПО АТОМНОЙ ЭНЕРГИИ «РОСАТОМ»

ПОЛОЖЕНИЕ

**ОБ ОРГАНИЗАЦИИ И ПРОВЕДЕНИИ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ
СЛИЧИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ НА ПРЕДПРИЯТИЯХ
ГОСУДАРСТВЕННОЙ КОРПОРАЦИИ ПО АТОМНОЙ ЭНЕРГИИ
«РОСАТОМ»**

Москва, 2012

Содержание

Введение	3
1. Область применения	4
2. Нормативные ссылки	5
3. Термины и определения.....	7
4. Обозначения и сокращения	10
5. Общие положения	11
6. Требования к компетентности координаторов МСИ	16
7. Планирование проведения МСИ	18
8. Порядок проведения МСИ.....	20
9. Требования к образцам для контроля и порядок их создания.....	25
10. Обработка результатов измерений и оценка рабочих характеристик лабораторий	29
10.1. Проверка принадлежности полученных результатов к нормальному распределению	30
10.2. Анализ параллельных определений на наличие статистических выбросов	31
10.3. Оценка качества измерений с использованием действительного значения ОК.....	32
10.4. Оценка качества измерений по параметру межлабораторной совместимости результатов	33
10.5. Оценка качества измерений по параметру внутрилабораторной совместимости результатов	34
10.6. Алгоритм оценки качества измерений с использованием z-индексов. 35	
10.6.1. Оценка качества измерений, проведенных конкретной ИЛ, на основе единичных результатов измерений.....	36
10.6.2. Оценка наличия систематического сдвига в результатах измерений, получаемых в ИЛ.....	36
10.6.3. Оценка качества работы ИЛ по совокупности результатов измерений, полученных при проведении МСИ (при определении одного или нескольких показателей)	37
11. Отчетность по результатам анализа МСИ	39
Приложение А	43
Приложение Б.....	44
Приложение В	45
Приложение Г	46
Приложение Д	50

Введение

Межлабораторные сличительные испытания (МСИ) включают в себя организацию, проведение измерений и оценку их результатов на специально подобранных шифрованных образцах в нескольких лабораториях в соответствии с предварительно заданными условиями.

Одной из главных задач МСИ является оценка качества проводимых измерений в лабораториях и проведение корректирующих действий для обеспечения единства измерений. МСИ являются наиболее рациональным инструментом, позволяющим оценить достоверность результатов, полученных в каждой отдельной лаборатории, и дающим наглядное представление о реальной точности методик измерений в целом.

1. Область применения

Настоящее Положение определяет порядок и содержание работ по проверке квалификации лабораторий посредством межлабораторных сличительных испытаний с использованием образцов для контроля.

Данное Положение устанавливает основные требования к организации и проведению МСИ в лабораториях предприятий Госкорпорации «Росатом» (в частности при аккредитации лабораторий и проведении инспекционного контроля) и предназначено для специалистов по проведению МСИ и пользователей, таких как лаборатории-участники, органы по аккредитации, заказчики услуг лабораторий, которым требуется оценка технической компетентности лаборатории.

2. Нормативные ссылки

В настоящем Положении использованы ссылки на следующие нормативные документы:

Р 50.4.006-2002 Межлабораторные сравнительные испытания при аккредитации и инспекционном контроле испытательных лабораторий. Методика и порядок проведения.

Р 50.2.011-2005 Государственная система обеспечения единства измерений. Проверка квалификации испытательных (измерительных) лабораторий, осуществляющих испытания веществ, материалов и объектов окружающей среды (по составу и физико-химическим свойствам), посредством межлабораторных сличений.

РМГ 29-1999 Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения измерений. Метрология. Основные термины и определения.

ИСО/МЭК 43-1:1997 Проверка компетентности путем межлабораторных сравнений.

ГОСТ Р 8.563-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений.

ГОСТ 8.315-1997 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

ГОСТ 8.531-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности.

ГОСТ 8.532-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ.

ГОСТ Р 8.692-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к компетентности провайдеров проверок

квалификации испытательных лабораторий посредством межлабораторных сличительных испытаний.

ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Основные положения и определения.

ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения.

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.

ГОСТ Р 1.12-2004 Стандартизация в Российской Федерации. Термины и определения.

ГОСТ 95 10289-2005 Отраслевая система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов измерений.

ГОСТ Р 51672-2000 Метрологическое обеспечение испытаний продукции для целей подтверждения соответствия.

ОСТ 95 10596-2005 Межлабораторная аттестация стандартных образцов при малом количестве лабораторий.

ОСТ 95 10430-2003 Отраслевая система обеспечения единства измерений. Порядок проведения аттестации методик выполнения измерений.

ОСТ 95 10353-2008 Отраслевая система обеспечения единства измерений. Алгоритмы оценки метрологических характеристик при аттестации методик выполнения измерений.

ОСТ 95 10597-2005 Отраслевая система обеспечения единства измерений. Аттестация стандартных образцов методом передачи размера.

РД 95 10365-89 Отраслевая система обеспечения единства измерений. Порядок проведения и содержания метрологической аттестации стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов.

3. Термины и определения

В настоящем Положении применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 межлабораторные сличительные испытания (МСИ): организация, проведение и оценка испытаний одних и тех же или таких же объектов двумя или большим числом лабораторий в соответствии с заранее установленными условиями (Р.50.4.006).

3.2 испытательная лаборатория (ИЛ): лаборатория, которая проводит испытания (ГОСТ Р 1.12)

3.3. координатор проведения межлабораторных сличительных испытаний (координатор): предприятие (организация), осуществляющее деятельность по проведению МСИ с целью проверки квалификации ИЛ и прошедшее в установленном порядке проверку компетентности в этом виде деятельности (Р.50.2.011).

3.4 проверка квалификации ИЛ: определение посредством МСИ способности данной ИЛ проводить измерения с точностью, соответствующей установленной для методики измерений (Р.50.2.011).

3.5 действительное значение физической величины: Значение физической величины, полученное экспериментальным путем и настолько близкое к истинному значению, что в поставленной измерительной задаче может быть использовано вместо него (РМГ 29).

3.6 приписанная характеристика погрешности измерений: характеристика погрешности любого результата совокупности измерений, полученного при соблюдении требований и правил данной методики (ГОСТ Р 8.563).

3.7 статистическая оценка характеристики погрешности результатов измерений (испытаний): значение характеристики погрешности результатов измерений (испытаний), отражающее близость

отдельного, экспериментально полученного результата измерений к истинному (или в его отсутствие – к действительному) значению измеряемой характеристики (Р 50.2.011).

3.8 образец для контроля (ОК): вещество (материал) с установленными путем аттестации значениями одной или нескольких величин, характеризующих состав или свойства этого вещества (материала), предназначенное для контроля точности результатов измерений близких по составу или свойствам веществ (материалов) (Р 50.2.011).

3.9 аттестация ОК: исследование вещества (материала) ОК с целью установления значений величин, характеризующих его состав или свойства, и доверительных границ характеристик погрешности этих значений (Р 50.2.011).

3.10 аттестуемая характеристика ОК: величина, характеризующая состав или свойства вещества (материала) ОК, значения которой подлежат установлению при аттестации ОК(Р 50.2.011).

3.11 аттестованное значение ОК: значение аттестуемой характеристики ОК, установленное при аттестации ОК и приведенное в документе на ОК с указанием доверительных границ погрешности (Р 50.2.011).

3.12 наименьшая представительная проба ОК: наименьшее количество вещества (материала) ОК, сохраняющее аттестованные значения ОК и погрешности этих значений (Р 50.2.011).

3.13 референтная лаборатория: аккредитованная лаборатория, предоставившая опорное значение контролируемой характеристики образца для испытаний (Р 50.4.006).

3.14 воспроизводимость измерений: показатель качества измерений, отражающий близость друг к другу значений результатов измерений одной и

той же величины, по одной и той же методике, в различных условиях измерений (разное время, разные экземпляры средств измерений, разные исполнители и т.д.) (ОСТ 95 10353).

3.15 норматив воспроизводимости: предельно допускаемое абсолютное расхождение между двумя крайними результатами измерений, полученными в условиях воспроизводимости для доверительной вероятности 0,95 или 0,90 (ГОСТ Р 51672).

3.16 среднее квадратическое отклонение воспроизводимости результатов измерений s_R : среднее квадратическое отклонение результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости (ГОСТ Р 51672).

3.17 сходимость (повторяемость) измерений: показатель качества измерений, отражающий близость друг к другу значений результатов измерений, полученных на одном и том же образце (пробе) или однородных образцах в одинаковых условиях (практически в одно и то же время, на одном средстве измерений) (ОСТ 95 10353).

3.18 норматив сходимости: предельно допускаемое абсолютное расхождение между двумя крайними результатами измерений, полученными в условиях сходимости для доверительной вероятности 0,95 или 0,90 (ГОСТ Р 51672).

3.19 среднее квадратическое отклонение сходимости результатов измерений (s_r): среднее квадратическое отклонение результатов измерений, полученных в условиях сходимости (ГОСТ Р 51672).

3.20 параллельные определения: многократное проведение в условиях сходимости всей совокупности операций, предусмотренных МВИ, заканчивающееся вычислением результата (ОСТ 95 10353).

3.21 выброс: элемент совокупности значений, который несовместим с остальными элементами данной совокупности (ГОСТ Р ИСО 5725-1).

4. Обозначения и сокращения

В настоящем Положении приняты следующие обозначения и сокращения:

БОМС – базовая организация метрологической службы;

ГК – Госкорпорация;

ГОМС – головная организация метрологической службы;

ГСИ – Государственная система обеспечения единства измерений;

ИЛ - испытательная лаборатория;

МВИ – методика измерений;

МСИ – межлабораторные сличительные испытания;

НД – нормативные документы;

ОК – образец для контроля;

ОСОЕИ – отраслевая система обеспечения единства измерений;

СО – стандартный образец;

СКО – среднее квадратическое отклонение;

ЦГОМС - Центральная головная организация метрологической службы Госкорпорации «Росатом».

5. Общие положения

Проверка квалификации испытательных лабораторий (ИЛ) с применением МСИ является одним из основных инструментов, помогающих лабораториям продемонстрировать свою компетентность. Регулярное участие в МСИ позволяет ИЛ сравнить свои результаты с результатами подобных лабораторий и, при выявлении проблем, проводить корректирующие действия по улучшению качества измерений.

Инициатором проведения МСИ может являться Госкорпорация «Росатом», Центральная головная организация метрологической службы Госкорпорации «Росатом» (ЦГОМС), базовые организации метрологической службы (БОМС), головные организации метрологической службы (ГОМС) или предприятия отрасли.

К участию в МСИ в качестве ИЛ на добровольной основе привлекаются лаборатории предприятий ГК «Росатом» независимо от их организационно-правовых форм и форм собственности или наличия аттестата аккредитации, а также системы аккредитации, в которой аккредитована ИЛ. Деятельность по проверке квалификации осуществляют для всех ИЛ на основе единых критериев.

Политика ИЛ относительно участия в МСИ должна быть описана в Руководстве по качеству или других документах ИЛ.

ЦГОМС выполняет следующие функции, связанные с проведением и организацией МСИ на предприятиях отрасли:

- определяет политику в области организации и проведения МСИ;
- согласовывает план проведения МСИ.

Научно-методическое руководство работами, относящимися к МСИ, может осуществлять ЦГОМС Госкорпорации «Росатом», БОМС, ГОМС или другие организации, удовлетворяющие требованиям, приведенным в п. 6 (далее – координатор). При проведении МСИ для целей аккредитации и инспекционного контроля в качестве координатора МСИ выступает орган по аккредитации. При реализации этапов Программы МСИ координатор должен

руководствоваться принципами, нормами, правилами Отраслевой системы обеспечения единства измерений.

Координатор выполняет следующие функции:

- разрабатывает схему проведения МСИ;
- разрабатывает план проведения МСИ;
- разрабатывает Программу проведения МСИ;
- закупает, создает ОК или заключает договоры на их создание со сторонними организациями;
- обобщает результаты МСИ, передает их при необходимости органам по аккредитации для учета результатов МСИ при аккредитации и инспекционном контроле ИЛ;
- разрабатывает мероприятия по повышению качества и достоверности результатов измерений;
- организует совещания по результатам проведения МСИ с привлечением заинтересованных организаций;
- готовит предложения по совершенствованию организации и проведения МСИ, метрологического обеспечения испытаний, повышению качества и достоверности результатов измерений.

МСИ проводят в соответствии с формируемым планом.

МСИ должны быть тщательно и компетентно спланированы, подготовлены, выполнены, интерпретированы и документированы.

МСИ предусматривают проведение измерений в группе ИЛ, выполняющих измерения одних и тех же объектов по одним и тем же контролируемым показателям, в соответствии с заранее установленными условиями. Образцы для контроля поставляются в ИЛ в зашифрованном виде.

Выбор контролируемых объектов и показателей для проведения МСИ проводят с учетом:

- приоритетности, важности объектов измерений и контролируемых показателей;

- наличия ОК или возможности создания ОК, соответствующих целям МСИ;
- необходимости прослеживания динамики изменения качества испытаний одних и тех же объектов по одним и тем же показателям;
- имеющихся сведений о необходимости уточнения показателей качества методик измерений;
- наличия выявленных в процессе ранее проведенных МСИ фактов неудовлетворительного качества проведения измерений.

Если ИЛ представляет несколько независимых результатов измерений, полученных в разных лабораториях или на разных участках в одной лаборатории, или разными методами в одной лаборатории, то каждый полученный результат считается независимым.

Согласно ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 лаборатория должна располагать процедурами управления качеством, позволяющими контролировать достоверность проведенных испытаний.

При проведении МСИ разными ИЛ могут быть использованы различные методики измерений, если иное не предусмотрено координатором проведения МСИ. Процедура МСИ предусматривает использование методик измерений, допущенных к применению в установленном порядке.

Для методик измерений, в которых не установлена характеристика погрешности, в целях контроля качества результатов измерений, значения характеристик погрешности могут быть установлены на основе экспертных оценок либо статистических оценок, полученных при проведении МСИ.

Экспертные оценки значений характеристик погрешности могут быть установлены:

- с учетом отечественной и международной практики оценивания и анализа фактического уровня точности измерений, фактического соотношения составляющих погрешности;

- на основе информации о точности методик измерений, получаемой в процессе аттестации стандартных образцов (СО);
- с учетом опыта установления показателя точности методик измерений с использованием других показателей качества, приведенных в НД на метод испытаний.

Установленные на основе экспертных оценок значения характеристик погрешности принимают в качестве приписанных.

Результаты измерений, полученные ИЛ при участии в МСИ, и оценка качества этих результатов, являются конфиденциальными и без согласия ИЛ не подлежат разглашению или передаче другим организациям или лицам, за исключением координатора МСИ.

Результаты МСИ наряду с проверкой качества проведения измерений могут быть применены для:

- контроля сопоставимости используемых в ИЛ методик измерений;
- определения сопоставимости результатов измерений, полученных в различных ИЛ;
- обеспечения дополнительного доверия заказчиков к качеству результатов измерений, получаемых ИЛ;
- подтверждения квалификации лиц, непосредственно участвующих в проведении измерений;
- уточнения значений характеристик погрешности, указанных в нормативных и методических документах на методы измерений;
- аттестации методик измерений;
- определения аттестованных значений ОК (в соответствии с порядком, установленным для этих видов работ);
- подтверждения компетентности ИЛ при реализации региональных или всероссийских специальных программ (тендеров, конкурсов) по выбору наиболее компетентных ИЛ на проведение измерений в определенных областях деятельности;

- определения ИЛ, которые могут быть привлечены к проведению арбитражных и метрологических работ.

ИЛ могут ссылаться на заключение, подтверждающее положительные результаты участия в МСИ при осуществлении практической деятельности.

6. Требования к компетентности координаторов МСИ

Координацию и осуществление МСИ должны проводить организации, являющиеся компетентными в осуществлении МСИ и в создании соответствующих образцов для контроля (в соответствии с ГОСТ Р 8.692).

Координатор МСИ должен быть компетентен в интерпретации результатов ИЛ в рамках проведения МСИ.

Координатор должен:

- знать и применять нормативную документацию по организации, проведению МСИ и оцениванию их результатов, а также нормативную документацию ОСОЕИ;
- быть компетентным в вопросах проведения МСИ применительно к работе оцениваемой ИЛ;
- располагать руководящим и техническим персоналом, который бы обладал полномочиями и ресурсами, необходимыми для выполнения своих обязанностей при планировании, организации и проведении МСИ;
- принимать меры, обеспечивающие независимость результатов МСИ от любого внутреннего или внешнего влияния, которое может оказывать неблагоприятное воздействие на качество его работы;
- иметь регламентированные процедуры для обеспечения защиты конфиденциальной информации и прав собственности потребителей его услуг, включая процедуры защиты хранения и передачи результатов в электронном виде;
- устанавливать ответственность и полномочия персонала, который управляет, выполняет, проверяет работы, влияющие на качество проведения МСИ;
- иметь технического руководителя, который несет полную ответственность за все технические операции и за обеспечение ресурсами, необходимыми для достижения требуемого качества процедур МСИ;

- стремиться к сотрудничеству с заказчиками, в том числе в прояснении их запросов, в анализе своей деятельности, при условии, что координатор обеспечивает конфиденциальность другим ИЛ, принимающим участие в МСИ;
- стремиться к обратной связи, и положительной, и отрицательной, со своими заказчиками;
- иметь регламентированные процедуры для рассмотрения претензий, полученных от заказчика и других сторон.

В необходимых случаях координатор должен обеспечить своему штату получение дополнительного обучения, требуемого для обеспечения компетентного выполнения измерений, использования оборудования или любых других действий, влияющих на качество.

7. Планирование проведения МСИ

Проведение МСИ может предусматривать применение различных схем: с использованием одного или нескольких ОК, аттестованных на содержание одного или нескольких контролируемых в них показателей, с получением одного или нескольких результатов измерений в одной ИЛ для каждого контролируемого объекта и показателя, с участием в МСИ того или иного необходимого минимального числа ИЛ, с использованием того или иного алгоритма обработки экспериментальных данных.

Выбор и реализацию конкретной схемы МСИ проводят с учетом:

- принятого для МСИ алгоритма контроля качества результатов измерений;
- информации о наличии ОК, возможности их разработки (при отсутствии ОК) и аттестации (в том числе в процессе МСИ), стоимости ОК;
- сведений о наличии в методиках измерений, предполагаемых к использованию в МСИ, значений характеристик погрешности и необходимости установления этих характеристик в процессе МСИ (при их отсутствии);
- необходимости проведения МСИ с использованием одной конкретной методики измерений;
- необходимости контроля качества результатов измерений, получаемых по конкретной методике (методикам) измерений, используемой (используемых) в МСИ, во всем диапазоне ее (их) действия;
- длительности проведения измерений применительно к методикам, используемым в МСИ;
- общей стоимости проведения МСИ;
- необходимости решения в процессе МСИ дополнительных задач.

Координатор, с использованием информации об ИЛ в области деятельности координатора, анализа области аккредитации аккредитованных ИЛ, результатов предыдущих МСИ, сведений о наличии ОК или возможности их создания, определяет перечень возможных контролируемых объектов и показателей, выбирает схемы проведения МСИ, подготавливает План проведения МСИ и направляет на согласование в ЦГОМС (Приложение А).

План проведения МСИ должен содержать следующую информацию:

- схему планируемых МСИ;
- перечень объектов, характеристики которых будут контролировать при проведении МСИ (контролируемые объекты);
- характеристики состава (свойств) контролируемых объектов, качество измерения которых будут контролировать при проведении МСИ (контролируемые характеристики);
- перечень ОК, предполагаемых к использованию при проведении МСИ;
- предполагаемое число участников МСИ;
- планируемые сроки проведения МСИ.

ЦГОМС согласовывает План проведения МСИ и, при необходимости, вносит коррективы.

План утверждается руководством организации, выступившей с инициативой проведения МСИ.

8. Порядок проведения МСИ

Координатор в соответствии с утвержденным Планом информирует ИЛ о МСИ, формирует перечень ИЛ - участников МСИ и организует проведение следующих работ:

- составляет технические требования к ОК, которые будут использованы при проведении МСИ (в соответствии с п.9);
- анализирует информацию об имеющихся ОК, отвечающих техническим требованиям, решает вопрос об использовании имеющихся ОК, закупке или разработке новых ОК;
- составляет Программу проведения МСИ;
- рассылает на предприятия опросные листы (Приложение Б);
- закупает или создает ОК;
- присваивает шифр ОК;
- составляет задание на проведение измерений для ИЛ, включая требования к протоколам результатов измерений;
- на основании опросных листов составляет список рассылки ОК с указанием ИЛ, необходимой массы ОК и используемых методик в ИЛ;
- готовит ОК к рассылке;
- рассылает ОК испытательным лабораториям с сопроводительным письмом и заданием на проведение измерений.

Разработку Программы проведения МСИ проводят с учетом:

- информации о наличии необходимых ОК;
- возможности создания ОК;
- возможности привлечения референтной лаборатории для аттестации ОК;

- сведений о наличии в методиках измерений, предполагаемых к использованию в МСИ, значений характеристик погрешности, сходимости, воспроизводимости результатов измерений;
- информации о наличии внедренных процедур внутрилабораторного контроля характеристик погрешности результатов измерений в ИЛ – участницах МСИ;
- выбранной схемы проведения МСИ;
- длительности проведения измерений применительно к методикам, используемым в МСИ.

Программа проведения МСИ должна содержать следующую информацию:

- цель проведения МСИ;
- вид проводимых МСИ;
- область проведения МСИ;
- перечень контролируемых объектов;
- перечень контролируемых показателей;
- требования к ОК;
- перечень ОК, предполагаемых к использованию при проведении МСИ;
- перечень разработчиков СО или ОК;
- число экземпляров ОК, предоставляемых каждой ИЛ;
- требования к упаковке и доставке ОК в ИЛ;
- методики измерений, используемые ИЛ;
- число результатов измерений, которое каждая ИЛ должна получить при измерениях ОК, число результатов параллельных определений, необходимых для получения результата измерений;
- алгоритм обработки полученных от ИЛ результатов;
- число значащих цифр в полученных от ИЛ результатах;
- перечень участников МСИ;

- сроки проведения МСИ.

В Программе проведения МСИ должно быть указано, что специалисты ИЛ несут личную ответственность за фальсификацию результатов измерений, полученных при МСИ. При выявлении фактов фальсификации результаты ИЛ аннулируются и не используются при анализе результатов МСИ.

При подготовке ОК к рассылке координатор:

- шифрует экземпляры ОК;
- составляет этикетки к каждому экземпляру ОК;
- упаковывает экземпляры ОК вместе с этикеткой в количестве, необходимом для рассылки в каждую ИЛ;
- готовит сопроводительное письмо.

В сопроводительном письме на предприятие, ИЛ которого принимают участие в МСИ, при рассылке ОК указывают наименование и адрес координатора, фамилию и телефон (факс, e-mail) специалиста, ответственного за организацию проведения МСИ.

Координатор рассылает в лаборатории ОК с заданием на проведение измерений.

Задание на проведение измерений ОК должно содержать:

- наименование и шифр ОК;
- краткую характеристику ОК;
- назначение ОК (с указанием контролируемых показателей, а при необходимости - ориентировочных диапазонов результатов измерений, требований к используемым методикам измерений);
- порядок подготовки материала ОК к проведению измерений (при необходимости);
- порядок проведения измерений;
- сроки проведения измерений;
- число получаемых результатов измерений;
- требования к протоколу результатов измерений.

Участники МСИ должны быть проинструктированы о том, что обращаться с ОК следует также как и с рабочими пробами. Аттестованное значение ОК не должно быть раскрыто участникам до того времени, как результаты будут получены. Для облегчения аналитического процесса инструкции могут включать в себя приблизительный интервал результатов измерений.

В МСИ, где от участвующих ИЛ требуется отправить ОК другим участникам, лаборатории должны быть обеспечены документированными инструкциями по транспортировке.

ИЛ проводят измерения в соответствии с заданием на измерения и высылают координатору протоколы результатов измерений по установленной форме (Приложение В).

Протокол результатов измерений должен содержать:

- наименование организации;
- наименование лаборатории;
- наименование участка;
- наименование и адрес ИЛ;
- номер и срок действия аттестата аккредитации ИЛ (если ИЛ аккредитована);
- телефон, факс, e-mail (адрес электронной почты);
- наименование и шифр экземпляра ОК;
- наименования контролируемых показателей;
- наименование (шифр) НД на методы измерений, используемые методики измерений с указанием при необходимости отклонений от регламентированных процедур измерений;
- результаты параллельных определений в единицах величин, предусмотренных методиками измерений;
- результаты измерений;

- значения приписанных характеристик погрешности методик измерений применительно к полученным в ИЛ результатам измерений;
- даты проведения измерений;
- подписи руководителя ИЛ и исполнителей.

В протоколе целесообразно приводить информацию о способах контроля качества результатов измерений, используемых в ИЛ при проведении рабочих испытаний (ОСТ 95 10289).

При необходимости в протоколе отражают дополнительные сведения (по указанию координатора).

После получения от ИЛ протокола результатов измерений координатор присваивает каждой ИЛ кодовый номер и проводит обработку результатов измерений. Результаты измерений и показатели качества измерений соотносятся только с кодом ИЛ, но не с ее наименованием. Коды ИЛ и все индивидуальные данные об ИЛ, в том числе и ее рабочие характеристики, должны быть известны лишь минимальному числу специалистов координатора МСИ. При направлении итогового отчета ИЛ сообщается ее код.

9. Требования к образцам для контроля и порядок их создания

Работы по разработке и аттестации ОК проводит координатор МСИ или привлекаемая координатором организация.

Координатор должен иметь соответствующие возможности, позволяющие обеспечить надлежащее приобретение, подбор, обработку и хранение всех ОК для проведения МСИ.

В целях выбора или разработки ОК координатор с учетом назначения и схемы проведения МСИ составляет технические требования к ОК.

Технические требования к ОК должны содержать:

- требования к исходному материалу ОК и при необходимости его технологической подготовке (сорт или марка материала; допускаемые уровни показателей состава и (или) свойств, которые могут влиять на результаты измерений; степень дисперсности и т.д.);
- допускаемые интервалы аттестованных значений и допускаемые границы доверительного интервала характеристик погрешности аттестованных значений ОК;
- установленный срок годности экземпляров ОК;
- требования к расфасовке ОК, включающие в себя количество (массу или объем) материала ОК, которое предоставляют каждому участнику МСИ, требования к материалу, виду и размерам тары для каждого экземпляра ОК;
- количество материала ОК, необходимое для проведения МСИ (в соответствии со схемой проведения МСИ, предполагаемым числом участников, количеством материала ОК в одном экземпляре).

Материал ОК по своему составу и (или) свойствам должен соответствовать выбранному контролируемому объекту.

Исходный материал ОК может представлять собой:

- материал контролируемого объекта с естественным уровнем значений контролируемой характеристики (показателей);

- материал контролируемого объекта, у которого естественный уровень контролируемой характеристики (показателя) состава или свойств изменен путем обработки (разбавление, термическая обработка и т.п.) или путем внесения добавок других веществ (материалов). В качестве добавок могут быть использованы СО состава веществ и вещества гарантированной чистоты или их растворы;
- вещество (материал), получаемое из материала контролируемого объекта в процессе измерений, например, на одной из стадий пробоподготовки;
- вещество (материал), имитирующее соответствующий контролируемый объект.

Контролируемые при МСИ показатели являются аттестуемыми характеристиками ОК. Для каждого контролируемого показателя устанавливают аттестованное значение ОК и доверительные границы характеристики погрешности аттестованного значения. Аттестованное значение ОК должно находиться в диапазоне определяемых значений контролируемого показателя по каждой из методик измерений, которые будут применены участниками МСИ.

Аттестованные значения ОК могут быть установлены (известны) до начала проведения МСИ или установлены в процессе их проведения (в соответствии с ОСТ 95 10596).

Границы доверительного интервала характеристики погрешности аттестованного значения ОК, как правило, по абсолютной величине не должны превышать одной трети от приписанных значений характеристики погрешности методик измерений, применяемых участниками сличений (ГОСТ 8.315).

ОК должен удовлетворять требованиям, предъявляемым к однородности и стабильности его состава (в течение всего времени проведения МСИ).

Для оценки однородности материала координатор или привлекаемая им организация должны использовать статистически случайную репрезентативную

выборку образцов от партии материала для испытаний (в соответствии с ГОСТ 8.531). Процедура оценки должна быть документирована. Необходимо продемонстрировать, что ОК достаточно стабильны, и, таким образом, гарантировать, что они не подвергаются каким-либо значительным изменениям во время проведения МСИ, включая условия хранения и транспортировки.

Наименьшая представительная проба ОК не должна превышать наименьшую по величине пробу, установленную в методиках измерений, которые будут применены ИЛ.

Если измерения осуществляют на дискретных объектах (изделиях), не меняющихся в результате выполнения измерений (например, методами неразрушающего контроля), можно использовать для проведения эксперимента в ИЛ один и тот же набор образцов для испытаний.

Каждый экземпляр ОК должен отвечать следующим требованиям:

- количество материала в экземпляре ОК, предоставляемом каждой ИЛ, должно определяться исходя из максимальной величины пробы материала, необходимой для получения одного результата измерений по каждому контролируемому показателю по любой из методик измерений, которые будут применять ИЛ, и числа результатов измерений, определенных выбранной схемой проведения МСИ. В случае, если невозможно приготовление однородного по составу экземпляра ОК, обеспечивающего получение необходимого числа результатов измерений, создают экземпляры ОК, предназначенные для получения одного результата измерения;
- упаковка экземпляра ОК не должна вступать в химическое взаимодействие с материалом ОК и обеспечивает защиту материала ОК от влияющих факторов внешней среды и соблюдение необходимых требований безопасности при хранении и пересылке ОК испытательным лабораториям;

- каждый экземпляр ОК, направляемый в ИЛ, должен иметь этикетку, содержащую обозначение ОК.

В качестве ОК могут быть использованы:

- СО состава и свойств веществ (материалов);
- образцы, приготовленные для проведения МСИ.

Алгоритмы по подбору и разработке ОК приведены в Приложении Г.

Ответственность за качество ОК, используемых при проведении МСИ, несет координатор проведения МСИ.

ОК должны быть расфасованы в герметичные упаковки из инертного материала. Количество (экземпляр) ОК в фасовке определяется схемой измерений в МСИ (количеством повторных измерений в лаборатории) и требованиями применяемой в испытательной лаборатории методики измерений (масса пробы). С учетом возможных случайных потерь ОК при отборе проб его количество в фасовке должно быть несколько больше требуемого, но не настолько, чтобы лаборатория могла сделать больше повторных измерений, чем это регламентировано схемой МСИ.

Каждой фасовке присваивается номер. Флакон и, по необходимости, контейнер маркируются.

Пример маркировки на флаконе и на контейнере:

Программа МСИ «____»
Контрольный образец _____ № _____
Масса образца _____ г
Поставщик (Изготовитель) ОК _____
____.____. 20____ г.

10. Обработка результатов измерений и оценка рабочих характеристик лабораторий

Анализ, обработку данных МСИ и оценку характеристик качества измерений проводит координатор МСИ.

Координатор должен представить в Программе МСИ алгоритм статистической обработки результатов измерений и обосновать причины выбора данной статистической модели. При разработке статистической модели обработки результатов измерений координатор должен учитывать:

- точность, требуемую или ожидаемую для каждой измеряемой при проведении МСИ величины;
- наименьшее число участников МСИ, необходимое для выполнения статистически значимых оценок;
- процедуры, которые должны быть использованы для оценивания приписанного значения каждой измеряемой величины;
- процедуры, которые должны быть использованы для обнаружения и/или обработки статистически резко отклоняющихся значений;
- количество параллельных результатов, которые будут получены от каждой лаборатории.

Результаты проведения МСИ могут быть представлены в различных формах, охватывающих широкий диапазон типов данных и основополагающих статистических распределений. Статистические методы, используемые для анализа результатов, должны быть подходящими для любых МСИ. Задача МСИ состоит в сравнении результатов измерений и установленных (аттестованных) характеристик ОК, которое позволит провести сопоставление результатов с критериями качества работы. Показатели качества работы должны быть хорошо понятными и традиционными в пределах конкретной сферы деятельности. Результаты статистической обработки должны быть представлены графически. Наличие графически представленных результатов существенно облегчает интерпретацию результатов МСИ.

Критерием успешности проведения МСИ является согласованность экспертов координатора по вопросу соответствия представленных результатов установленным целям.

10.1. Проверка принадлежности полученных результатов к нормальному распределению

Каждому независимому результату (лаборатории, методике, участку) присваивается свой код лаборатории (i). Каждому параллельному результату в i -ой лаборатории присваивается номер (j). Результаты всех лабораторий представляются в виде таблицы 1.

Т а б л и ц а 1

Результаты МСИ

Код лаборатории i	Результаты параллельных определений X_{ij}	Заявленные характеристики погрешности МВИ
1	X_{11} ... X_{1n}	Хар-ка повторяемости (сходимости) σ_1 Неисключенная систематическая погрешность θ_1
i	X_{ij}	σ_i θ_i
p	X_{p1} ... X_{pn}	σ_p θ_p

При статистической обработке группы результатов измерений следует проверить гипотезу о том, что результаты измерений принадлежат нормальному распределению.

Количество результатов параллельных определений каждой ИЛ должно быть одинаковым, однако данная ситуация не всегда достигается на практике. Отклонения происходят вследствие недостающих данных, избыточных данных и выбросов. В случае представления большего количества результатов, чем предусмотрено заданием на проведение измерений, ИЛ должна сообщить координатору, почему это было сделано и какие результаты являются корректными. Если все результаты являются равнозначными, то должен быть

произведен случайный отбор из имеющихся в наличии результатов измерений с целью выбора запланированного количества результатов для анализа.

Если ИЛ представила меньшее количество результатов, чем предусмотрено заданием на проведение измерений, то недостающими значениями пренебрегают и используют только имеющиеся данные.

В случае обнаружения выбросов с ними поступают таким же образом, как и с недостающими данными.

10.2. Анализ параллельных определений на наличие статистических выбросов

Результаты параллельных определений каждой ИЛ проверяются на наличие выбросов с использованием критерия Граббса (ГОСТ Р ИСО 5725-2).

Вычисляется статистика Граббса для наибольшего результата:

$$G_{i \max} = \frac{(X_{i j \max} - \bar{X}_i)}{S_i}, \quad (1)$$

$$\text{где } \bar{X}_i = \frac{\sum_{j=1}^n X_{ij}}{n}; \quad (2)$$

n – количество параллельных определений;

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_i)^2}{n-1}}. \quad (3)$$

Вычисляется статистика Граббса для наименьшего результата:

$$G_{i \min} = \frac{(\bar{X}_i - X_{i \min})}{S_i}. \quad (4)$$

Значения статистик сравниваются с 5 %-ным критическим значением (ГОСТ Р ИСО 5725-2). В случае, если значение статистики больше 5 %-ного критического значения, тестируемый результат является выбросом. Если обнаружен только один выброс, соответствующий результат измерения

отбраковывают. При наличии двух выбросов никакие результаты не отбраковываются.

10.3. Оценка качества измерений с использованием действительного значения ОК

В случае, когда есть уверенность в правильности оценки действительного значения ОК (например, если в качестве ОК используется стандартный образец), оценка качества лабораторных измерений проводится сравнением результата ИЛ с действительным значением ОК ($A \pm \Delta_{OK}$).

Полученные от лаборатории данные корректируются с учетом проведенных отбраковок выбросов. Рассчитывают среднее значение для каждого независимого результата с учетом выбросов по формуле (5) и фиксируют с точностью, на одну значащую цифру большей, чем результат измерения.

$$\bar{X}_i = \frac{\sum_{j=1}^n X_{ij}}{n}, \quad (5)$$

где n – количество параллельных определений.

Суммарную погрешность результата анализа рассчитывают по формуле:

$$\Delta_{\bar{x}_i} = \bar{X}_i \cdot \sqrt{\frac{(t \cdot \sigma)^2}{n} + \theta^2}, \quad (6)$$

где σ - заявленное лабораторией относительное среднее квадратическое отклонение, характеризующее сходимость результатов параллельных определений, полученных по использованной в лаборатории методике анализа;

θ - относительная неисключенная систематическая погрешность, не зависящая от количества параллельных определений в условиях повторяемости измерений;

t – коэффициент Стьюдента.

Для каждой лаборатории рассчитывается величина (E_i) (ИСО/МЭК 43-1):

$$E_i = \frac{\bar{X}_i - A}{\sqrt{\Delta_{\bar{X}_i}^2 + \Delta_{OK}^2}}. \quad (7)$$

Если $|E_i| \leq 1$, результат i -той лаборатории считается удовлетворительным в границах заявленных погрешностей.

Если $|E_i| > 1$, результат i -той лаборатории считается неудовлетворительным.

Далее проверяют результаты по более жесткому критерию, который показывает разброс параллельных результатов измерений:

$$|\bar{X}_i - A| \leq \sqrt{\frac{(t \cdot S_i)^2}{n} + \Delta_{OK}^2}, \quad (8)$$

$$\text{где } S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_i)^2}{n-1}}. \quad (9)$$

Если данный критерий не выполняется, то результаты ИЛ признаются неудовлетворительными в границах заявленных погрешностей.

10.4. Оценка качества измерений по параметру межлабораторной совместимости результатов

В случае, когда нет уверенности в правильности оценки действительного значения ОК и количество испытательных лабораторий, принимающих участие в МСИ, 8 и более, оценка качества лабораторных измерений проводится по параметру межлабораторной совместимости результатов. В качестве такого параметра используется h -статистика Манделя (ГОСТ Р ИСО 5725-2).

Данный критерий может быть также использован для случая с известным значением ОК.

По полученным от лаборатории данным (после отбраковки выбросов) рассчитывается среднее значение всех лабораторий:

$$\bar{\bar{X}} = \frac{\sum_{i=1}^p n_i \cdot \bar{X}_i}{\sum_{i=1}^p n_i}, \quad (10)$$

где n_i - количество параллельных определений в i -той лаборатории после отбраковки выбросов,

p – количество лабораторий.

Для каждой лаборатории рассчитывается h -статистика Манделя:

$$h_i = \frac{\bar{X}_i - \bar{\bar{X}}}{\sqrt{\frac{1}{p-1} \cdot \sum_{i=1}^p (\bar{X}_i - \bar{\bar{X}})^2}}. \quad (11)$$

Значения статистик сравниваются с 1 %-ным и 5 %-ным критическими значениями (ГОСТ Р ИСО 5725-2).

Если $|h_i| \leq h(0,05)$, результат i -той лаборатории считается удовлетворительным.

Если $h(0,05) < |h_i| \leq h(0,01)$, результат i -той лаборатории считается сомнительным.

Если $|h_i| > h(0,01)$, результат i -той лаборатории считается неудовлетворительным.

10.5. Оценка качества измерений по параметру внутрилабораторной совместимости результатов

Оценку качества измерений по параметру внутрилабораторной совместимости имеет смысл проводить, если количество испытательных лабораторий, принимающих участие в МСИ, не менее 8. В противном случае погрешность статистических оценок слишком велика (превышает 25-30 %), что снижает достоверность выводов о качестве измерений. Это же условие справедливо и для оценок h -статистик.

В качестве параметра внутрилабораторной совместимости результатов используется k-статистика Манделя (ГОСТ Р ИСО 5725-2).

Данный критерий может быть также использован для случая с известным значением ОК.

По полученным от лаборатории данным (после отбраковки выбросов) для каждой лаборатории рассчитывается стандартное отклонение результатов параллельных определений (S_i) по формуле (9), а затем внутриэлементное стандартное отклонение:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^p S_i^2}{p}}. \quad (12)$$

Для каждой лаборатории рассчитывается k-статистика Манделя:

$$k_i = \frac{S_i}{S} \quad (13)$$

Значения статистик сравниваются с 1 %-ным и 5 %-ным критическими значениями (ГОСТ Р ИСО 5725-2).

Если $|k_i| \leq k(0,05)$, результат i-той лаборатории считается удовлетворительным.

Если $k(0,05) < |k_i| \leq k(0,01)$, результат i-той лаборатории считается сомнительным.

Если $|k_i| > k(0,01)$, результат i-той лаборатории считается неудовлетворительным.

10.6. Алгоритм оценки качества измерений с использованием z-индексов

Применение алгоритма с использованием z-индексов позволяет оценить качество измерений, полученных ИЛ при проведении МСИ, сделать выводы о

качестве работы ИЛ и дать рекомендации по организации ее работ (ИСО/МЭК 43-1).

10.6.1. Оценка качества измерений, проведенных конкретной ИЛ, на основе единичных результатов измерений

На основе результатов измерений координатор вычисляет значение z-индекса для каждого полученного от ИЛ результата измерений по формуле:

$$Z=(X-A)/\sigma(\Delta_d), \quad (14)$$

где X - результат измерений;

A - аттестованное значение ОК для определяемого показателя;

$\sigma(\Delta_d)$ - среднее квадратическое отклонение погрешности, установленной для методики измерений;

Заключение о качестве результатов измерений контролируемого объекта по каждому определяемому показателю делают на основе сравнения значения $|z|$ с установленными нормативами контроля:

- при $|z| \leq 2$ качество измерений признают удовлетворительным;
- при $2 < |z| \leq 3$ качество измерений признают сомнительным и подлежащим дополнительной проверке;
- при $|z| > 3$ качество измерений признают неудовлетворительным.

10.6.2. Оценка наличия систематического сдвига в результатах измерений, получаемых в ИЛ

Данный алгоритм может быть использован при организации МСИ при условии получения в ИЛ не менее трех результатов измерений с применением одной методики измерений и одной или аналогичной процедуры подготовки проб.

Метод позволяет оценить наличие систематического сдвига в результатах измерений, получаемых в ИЛ.

Показатель z_c , характеризующий систематический сдвиг в результатах измерений, вычисляют по формуле:

$$z_c = \sum_{i=1}^n z_i / \sqrt{n} \quad (15)$$

где z_i - z-индекс для i -го результата измерений, $i=1, \dots, n$;

n - общее число результатов измерений, полученных в ИЛ.

Заключение о наличии систематического сдвига в результатах измерений делают на основе сравнения значения $|z_c|$ с установленными нормативами контроля:

- при $|z_c| \leq 2$ признают отсутствие систематического сдвига в результатах измерений;

- при $2 < |z_c| \leq 3$ подвергают сомнению отсутствие систематического сдвига в результатах измерений;

- при $|z_c| > 3$ признают наличие систематического сдвига в результатах измерений.

Наличие систематического сдвига в результатах измерений свидетельствует о наличии значимой постоянной систематической погрешности в процедуре проведения измерений.

Если при проведении МСИ испытывали несколько ОК с определением в них одного показателя и обнаружили наличие систематического сдвига в результатах измерений, это свидетельствует о наличии постоянной части систематической погрешности результатов измерений для используемой методики измерений. В данном случае целесообразно устранить причину появления постоянной части систематической погрешности или при невозможности этого внести обоснованную поправку в результаты измерений.

10.6.3. Оценка качества работы ИЛ по совокупности результатов измерений, полученных при проведении МСИ (при определении одного или нескольких показателей)

Данный алгоритм может быть использован при организации МСИ при условии получения в каждой ИЛ не менее трех результатов измерений.

На основе z-индексов, рассчитанных для каждого результата измерений, полученного ИЛ, вычисляют значение z_k по формуле:

$$z_k = \sum_{i=1}^n z_i^2 \quad (16)$$

Заключение о качестве работы ИЛ применительно к объектам и показателям, подвергнутым контролю при проведении МСИ, делают на основе сравнения значения z_k с нормативами контроля h_1 и h_2 , зависящими от числа n рассчитанных z-индексов:

- при $z_k \leq h_1$ качество работы ИЛ признают удовлетворительным;
- при $h_1 < z_k \leq h_2$ качество работы ИЛ признают сомнительным и подлежащим дополнительной проверке;
- при $|z_k| > h_2$ качество работы ИЛ признают неудовлетворительным.

Значения h_1 и h_2 приведены в таблице 2.

Значения h_1 и h_2 для $n > 12$ могут быть определены по таблицам процентных точек распределения χ^2 для доверительной вероятности 95% и 99,9% соответственно.

Т а б л и ц а 2

Значения h_1 и h_2 в зависимости от числа z-индексов (n)

n	h₁	h₂	n	h₁	h₂
3	7,8	16,3	8	15,5	26,1
4	9,5	18,5	9	16,9	27,9
5	11,1	20,5	10	18,3	29,6
6	12,6	22,5	11	19,7	31,3
7	14,1	24,3	12	21,0	32,9

11. Отчетность по результатам анализа МСИ

Содержание отчетов по МСИ может изменяться в зависимости от целей конкретной программы, но каждый отчет должен включать в себя данные по распределению результатов всех ИЛ, принявших участие в МСИ, а также информацию о качестве полученных каждой ИЛ результатов.

По результатам МСИ координатор составляет итоговый отчет, в который включает следующую информацию:

- дату выпуска отчета;
- число страниц и четкое обозначение конца отчета;
- цели и задачи МСИ;
- описание и характеристики ОК, включая, при необходимости, подробности подготовки образцов, исследований однородности и стабильности;
- краткое описание методик измерения, использованных лабораториями;
- коды ИЛ и результаты измерений;
- результаты статистической обработки и анализ экспериментальных данных МСИ, оценку статистических показателей качества измерений для лабораторий;
- советы по интерпретации статистического анализа (если необходимо);
- комментарии, выводы;
- контактные сведения координатора;
- заявление о конфиденциальности.

Результаты измерений и показатели качества измерений соотносятся только с кодом лаборатории, но не с ее названием.

Для МСИ, действующих на постоянной основе, могут оказаться достаточными более простые отчеты, при этом многие из элементов могут быть

исключены из регулярных отчетов, но включены в периодические итоговые отчеты.

Сроки представления отчетов испытательным лабораториям должны быть определены заранее. В долговременных МСИ, если это технически возможно, для каждой ИЛ должно быть предусмотрено издание промежуточного отчета.

Также координатор оформляет заключение об участии ИЛ в МСИ для каждой ИЛ, отражающее выводы по результатам участия ИЛ в МСИ (Приложение Д).

Координатор направляет заключения и итоговый отчет в ИЛ для ознакомления, замечаний и комментариев. При направлении итогового отчета ИЛ сообщается ее код.

По окончании работ координатор формирует дело по результатам МСИ, включающее в себя следующие документы:

- Программу проведения МСИ;
- технические требования к ОК;
- отчет о разработке ОК с указанием его метрологических характеристик;
- перечень ИЛ - участников МСИ с указанием кодовых номеров;
- задание на проведение измерений ОК;
- протоколы результатов измерений ИЛ;
- заключения об участии в МСИ для каждой ИЛ;
- итоговый отчет.

Дело по результатам МСИ может включать в себя другие документы в соответствии с процедурой проведенных работ. Копию дела координатор направляет в ЦГОМС.

В случае получения неудовлетворительных результатов МСИ ИЛ выясняет причины неудовлетворительных результатов и принимает меры по их устранению.

По инициативе ИЛ координатор на договорной основе может оказать помощь ИЛ в выяснении причин получения неудовлетворительных результатов, в разработке рекомендаций по улучшению качества работы в ИЛ, в организации внутреннего контроля качества измерений, в том числе с применением ОК.

По итогам проведения МСИ делаются выводы о качестве измерений в участвующих лабораториях. Также результаты МСИ могут использоваться для:

- принятия мер по повышению качества измерений;
- оптимизации процедур аккредитации и инспекционного контроля ИЛ;
- совершенствования деятельности координаторов;
- формирования сети ИЛ высокого рейтинга.

Оптимизацию процедур аккредитации и инспекционного контроля ИЛ обеспечивают путем учета результатов МСИ при:

- разработке программ аттестации аккредитуемых ИЛ и определении объема экспериментальной проверки их технической компетентности;
- формировании планов инспекционного контроля аккредитованных ИЛ;
- выборе форм проведения инспекционного контроля ИЛ и определении объема экспериментальной проверки технической компетентности ИЛ при инспекционном контроле;
- выборе показателей качества результатов измерений, контролируемых при экспериментальной проверке технической компетентности ИЛ.

ИЛ, демонстрирующие высокие показатели при проведении МСИ могут иметь преимущественное право на проведение работ:

- при подтверждении обязательных требований технических регламентов;
- по международным соглашениям;

- при установлении (уточнении) метрологических характеристик используемых и внедряемых методик измерений;
- при аттестации СО и ОК для проведения МСИ;
- при осуществлении других видов метрологических работ;
- в качестве третьей стороны при разрешении спорных ситуаций.

Форма плана проведения МСИ

ПЛАН
проведения межлабораторных сличительных испытаний

на 20 __ г.

наименование координатора

Вид планируемых МСИ	Область проведения МСИ	Контролируемые объекты	Контролируемые показатели	Образцы для контроля	Предполагаемое число участников	Сроки проведения МСИ

Руководитель координатора

подпись

И.О. Фамилия

М.П.

Согласовано

Главный метролог ЦГОМС

Опросный лист
для межлабораторных сличительных испытаний (МСИ)

Объект измерения: _____

Измеряемая характеристика: _____

Срок проведения МСИ: _____

1 Организация: _____

Название организации

2 Лаборатория _____ изъявляет желание принять участие в МСИ

Название лаборатории

ДА

НЕТ

3 Применяемая методика (метод) измерения:

- _____
- _____
- _____
- _____

4 Масса пробы для единичного измерения (для каждой используемой МВИ)

5 Лицо, ответственное за проведение измерений на предприятии (ФИО, должность, телефон, факс, e-mail) _____

6 Комментарии

Подпись руководителя предприятия

Форма представления результатов измерения

- 1) Наименование организации: _____
- 2) Наименование лаборатории: _____
- 3) Наименование участка: _____
- 4) номер и срок действия аттестата аккредитации ИЛ (если ИЛ аккредитована) _____
- 5) Наименования контролируемого показателя: _____
- 6) № (шифр) ОК: _____
- 7) Краткое описание методики измерения (в том числе масса пробы, пробоподготовка, оборудование): _____
- 8) Метрологические характеристики методики (относительное значение характеристики сходимости, относительное значение неисключенной систематической погрешности): _____
- 9) Значения результатов повторных измерений:

Таблица В.1

Дата измерения	№ повторного измерения	Значение измеряемой характеристики, (единицы измерения)	Средний результат измерений и его погрешность, $(\bar{X} \pm \Delta^*)$, (единица измерения)
	1		
	2		
	3		
	4		
	5		
	6		
		
	p		

* Если используемая МВИ неаттестована необходимо приложить текст МВИ.

- 10) Дата проведения измерений: _____
- 11) Телефон, факс ,e-mail: _____
- 12) Дополнительная информация, которую измеритель считает необходимым или желает сообщить: _____

Подпись исполнителя
Подпись руководителя предприятия

Алгоритм подбора и разработки ОК для проведения МСИ

Г.1 Для использования СО в качестве ОК координатор (или поставщик ОК) должен провести следующие работы:

- подобрать необходимые СО;
- провести проверку соответствия СО техническим требованиям к ОК (на основе информации, содержащейся в технической документации на СО - описании типа СО, паспорте, свидетельстве, инструкции по применению и т.п.);
- приобрести (изготовить и аттестовать) необходимое количество экземпляров СО;
- провести выборочную экспериментальную проверку качества материала СО (СО должен полностью растворяться при использовании штатных процедур растворения, применяемых в лабораториях при анализе подобного типа материалов);
- провести работы по дополнительной подготовке материала СО (дополнительное измельчение, перефасовка и т.п.).

Г.2 Кроме СО в качестве ОК могут использоваться образцы, специально созданные для целей МСИ. Данные образцы могут быть охарактеризованы до проведения МСИ или в процессе проведения МСИ.

Г.2.1. Разработка ОК, аттестуемого до начала проведения МСИ, включает в себя следующие этапы:

- подготовку исходного материала образца;
- проведение экспериментальных исследований материала образца (образец должен полностью растворяться при использовании штатных процедур растворения, применяемых в лабораториях при анализе подобного типа материалов);

- установление аттестованных значений ОК и доверительных границ характеристики погрешности аттестованных значений ОК (аттестация ОК);
- составление отчета о разработке ОК;
- составление задания на проведение измерений с использованием ОК.

Подготовку и экспериментальные исследования исходного материала ОК, аттестацию ОК и составление отчета о его разработке выполняет координатор. Выполнение этих работ координатор может полностью или частично поручить одной или нескольким организациям, имеющим опыт разработки ОК.

Экспериментальные исследования исходного материала образца выполняют с целью оценки характеристики однородности материала образца и стабильности показателей его состава или свойств в течение времени проведения МСИ.

Экспериментальные исследования однородности исходного материала образца проводят в тех случаях, когда однородность не гарантирована природой материала или технологией его приготовления. Исследования однородности материала проводят с учетом ГОСТ 8.531. По результатам исследований оценивают характеристику погрешности от неоднородности образца.

Экспериментальные исследования стабильности исходного материала образца проводят в тех случаях, когда срок годности образца не может быть установлен на основе имеющейся информации о сроке годности СО аналогичного состава, стандартных справочных данных и т.п. Экспериментальные исследования стабильности могут быть выполнены с учетом РД 95 10365.

Аттестованные значения ОК и их погрешности могут быть установлены по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления материала ОК, методом межлабораторной аттестации, путем передачи размера единицы от близкого по составу СО (метод сравнения) (ОСТ 95 10596, ОСТ 95 10597).

В обоснованных случаях в качестве аттестованного значения ОК может быть принято действительное значение, установленное ИЛ, имеющей признанный высокий уровень качества результатов измерений (референтной лабораторией).

При установлении погрешности значения ОК учитывают характеристику погрешности от неоднородности материала образца (при ее значимости).

По результатам разработки ОК составляют отчет, содержащий следующую информацию:

- краткое описание процедуры приготовления материала образца;
- сведения, подтверждающие однородность материала образца;
- сведения, подтверждающие стабильность материала образца в течение установленного срока годности;
- экспериментальные данные об установлении аттестованных значений и характеристик погрешности аттестованных значений образца и результаты их обработки;
- рекомендации по подготовке материала образца к проведению измерений (при необходимости).

При положительном заключении по результатам экспертизы координатор допускает образец к применению при проведении МСИ в качестве ОК, составляет инструкцию по его применению.

Г.2.2. Создание ОК, аттестуемого в процессе проведения МСИ, включает в себя следующие этапы:

- подготовку исходного материала образца;
- экспериментальные исследования материала образца (при необходимости);
- составление отчета о подготовке материала образца, содержащего краткие сведения о проведенных работах по подготовке исходного материала, результаты экспериментальных исследований однородности и стабильности материала образца (в необходимых

случаях) и предварительные сведения о диапазонах значений контролируемых характеристик (показателей);

- экспертизу отчета о подготовке материала образца и составление заключения о пригодности образца к применению при проведении МСИ;
- составление инструкции по применению образца;
- допуск к применению образца;
- установление значений ОК и характеристики погрешностей значений ОК.

Работы по подготовке исходного материала ОК и проведению необходимых экспериментальных исследований осуществляет координатор. Выполнение этих работ координатор может полностью или частично поручить одной или нескольким организациям, имеющим опыт разработки ОК.

Координатор проводит экспертизу отчета о разработке образца на соответствие техническим требованиям (в части подготовки исходного материала образца и результатов его экспериментальных исследований) и по ее результатам составляет заключение о пригодности ОК к применению при проведении МСИ.

При положительном заключении координатор допускает образец к применению при проведении МСИ.

После получения результатов измерений от ИЛ координатор проводит аттестацию образца (в соответствии с ГОСТ 8.532). Аттестованные значения образца и их характеристики погрешности в этом случае устанавливаются методом межлабораторной аттестации по результатам измерений, полученных ИЛ - участниками МСИ.

По результатам аттестации координатор составляет краткий отчет об аттестации.

Приложение Д
(обязательное)

Заключение по результатам участия лаборатории в межлабораторных сличительных измерениях

По определению _____
(обобщенное наименование группы показателей)

В образце для контроля _____
(наименование контролируемого объекта, шифр ОК)

Наименование лаборатории _____

Для каждого определенного показателя в ОК заполняют следующую форму:

Таблица Г.1

Установленное значение определяемого показателя в ОК – X	
Результат измерения –x	
$ X-x $	
Норматив контроля погрешности	

Заключение по результатам контроля погрешности результатов измерений (излагают по каждому определяемому показателю) _____

Руководитель _____
(ФИО) (Организация) (Подпись)

Ответственный за проведение МСИ _____