ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

РЕКОМЕНДАЦИИ
ПО МЕТРОЛОГИИ

**Р 50.2.090—
2013**

Государственная система обеспечения единства измерений

МЕТОДИКИ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Общие требования к разработке, аттестации и применению

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАНЫ Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)

2 ВНЕСЕНЫ Техническим комитетом по стандартизации ТК 53 «Основные нормы и правила по обеспечению единства измерений»

3 УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1940-ст

4 ВВЕДЕНЫ ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящих рекомендаций установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящим рекомендациям публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящих рекомендаций соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартинформ, 2014

Настоящие рекомендации не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 3
4 Общие положения 4
5 Разработка методик количественного химического анализа 5
6 Аттестация методик количественного химического анализа 13
7 Порядок применения методик количественного химического анализа 14
Библиография 16

Введение

Методики количественного химического анализа (далее — МКХА), являющиеся одной из разновидностей методик измерений и применяющиеся при аналитическом контроле состава или свойств веществ, материалов, объектов окружающей среды, объектов технического регулирования, биологических и других объектов, а также при передаче размера единиц от эталонов и для аттестации стандартных образцов, составляют значительную часть методик измерений, используемых как в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, так и вне ее. При этом, вне зависимости от сферы применения, МКХА имеют общую специфику, связанную с наличием и реализацией особых процедур, присущих количественному химическому анализу, таких как наличие различных процедур отбора и стабилизации проб для разных объектов, наличие особых условий хранения и транспортировки проб химически агрессивных объектов, наличие специфических процедур вскрытия проб (химическое, термическое разложение и т. п.), наличие особых процедур подготовки проб к анализу, связанных с переводом определяемого вещества (компонента) в удобное для анализа (измерения) состояние (различные приемы экстракции, концентрирования) и др. Каждая из вышеуказанных процедур может обусловить свой, подчас достаточно существенный вклад в общую погрешность (неопределенность) результатов анализа, обусловив их недостоверность, если какой-либо из перечисленных факторов не был достаточно хорошо проанализирован, оценен и учтен в процессе разработки МКХА и при оценке ее соответствия целевому назначению — валидации МКХА (оценке пригодности по ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009). В зависимости от сферы применения МКХА окончательным этапом ее разработки может являться процедура валидации методики согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 (для МКХА, предназначенных для применения вне сферы государственного регулирования обеспечения единства измерений) или процедура аттестации (согласно Федеральному закону №102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» и ГОСТ Р 8.563—2009) для МКХА, применяемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений), которую возможно проводить на основании результатов валидации МКХА. При этом валидацию МКХА осуществляет разработчик или пользователь методики, а аттестацию МКХА — аккредитованные на этот вид деятельности в области обеспечения единства измерений юридические лица (индивидуальные предприниматели).

Достоверность и прослеживаемость результатов анализа, полученных при применении конкретной МКХА, зависит от ее метрологического уровня, который, в свою очередь, определяется качеством реализации самой процедуры разработки МКХА и ее заключительных этапов — валидации, аттестации.

Целью настоящих рекомендаций является описание системы положений и рекомендаций, которые следует учитывать при проведении процедур разработки МКХА с учетом вышеуказанной специфики количественного химического анализа и необходимости применения различных процедур оценки ее соответствия целевому назначению, как заключительному этапу разработки МКХА (в зависимости от сферы ее применения), а также особенностям и порядку применения МКХА, в том числе МКХА, разработанных на основе международных стандартов, регламентирующих стандартизованные методы измерений (анализа).

Настоящие рекомендации разработаны в развитие положений ГОСТ Р 8.563—2009.

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО МЕТРОЛОГИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

МЕТОДИКИ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Общие требования к разработке, аттестации и применению

State system for ensuring the uniformity of measurements.
Quantitative chemical analysis procedures. General requirements for development, certification and application

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящие рекомендации определяют систему положений и рекомендаций, которые следует учитывать при разработке, валидации[1)], аттестации и применении методик количественного химического анализа, являющихся одной из разновидностей методик измерений.

1.2 Настоящие рекомендации распространяются на методики количественного химического анализа (далее — МКХА), а также на методики испытаний, методы испытаний, измерений, анализа, если они представляют собой или содержат МКХА.

1.3 Рекомендации не распространяются на методики прямых измерений, применяемых при аналитическом контроле.

2 Нормативные ссылки

В настоящих рекомендациях использованы нормативные ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 8.417—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Единицы величин

ГОСТ 17.4.3.03—85 Охрана природы. Почвы. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ

ГОСТ 17.2.4.02—81 Охрана природы. Атмосфера. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ

ГОСТ 27384—2002 Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств

ГОСТ 28473—90. Чугун, сталь, ферросплавы, хром, марганец металлические. Общие требования к методам анализа

ГОСТ ISO 9000—2011 Системы менеджмента качества. Основные положения и словарь

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

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

ГОСТ Р 8.568—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Аттестация испытательного оборудования. Основные положения

ГОСТ Р 8.596—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрологическое обеспечение измерительных систем. Основные положения

[1)] По ГОСТ ИСО/МЭК 17025 — оценка пригодности.

Издание официальное

ГОСТ Р 8.654—2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к программному обеспечению средств измерений. Основные положения

ГОСТ Р 8.736—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения

ГОСТ Р 52361—2005 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

ГОСТ Р 52599—2006 Драгоценные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

ГОСТ Р 54569—2011 Чугун, сталь, ферросплавы, хром и марганец металлические. Нормы точности количественного химического анализа

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. 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 измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

РМГ 54—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Характеристики градуировочные средств измерений состава и свойств веществ и материалов. Методика выполнения измерений с использованием стандартных образцов

РМГ 60—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

РМГ 61—2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

РМГ 62—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Обеспечение эффективности измерений при управлении технологическими процессами. Оценивание погрешности измерений при ограниченной исходной информации

РМГ 63—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Обеспечение эффективности измерений при управлении технологическими процессами. Метрологическая экспертиза технической документации

РМГ 64—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Обеспечение эффективности измерений при управлении технологическими процессами. Методы и способы повышения точности измерений

РМГ 76—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

ПМГ 44—2001 Правила по межгосударственной стандартизации. Порядок признания методик выполнения измерений

ПМГ 96—2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Результаты и характеристики качества измерений. Формы представления

Р 50.2.008—2001 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики количественного химического анализа. Содержание и порядок проведения метрологической экспертизы

Р 50.2.028—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. 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

Р 50.2.060—2008 Государственная система обеспечения единства измерений. Внедрение стандартизованных методик количественного химического анализа в лаборатории. Подтверждение соответствия установленным требованиям

Примечание — При пользовании настоящими рекомендациями целесообразно проверить действие ссылочных документов и классификаторов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный документ, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать дей-

ствующую версию этого документа с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого документа с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящих рекомендаций в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящих рекомендациях применены термины по ГОСТ Р 8.563, ГОСТ Р 52361, ГОСТ ISO 9000, ГОСТ Р ИСО 5725-1, ПМГ 96, РМГ 61, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **количественный химический анализ;** КХА: Экспериментальное количественное определение в объекте анализа (веществе, материале) содержания (массовой концентрации, массовой доли, объемной доли и т. п.) одного или нескольких компонентов химическими, физико-химическими, физическими методами.

Примечание — Результат КХА — установленное содержание компонента вещества в пробе, выраженное в единицах физических величин, допущенных к использованию в стране, с указанием характеристик его погрешности (неопределенности) или их статистических оценок. Результат КХА представляет собой разновидность результата измерений.

3.2 **методика количественного химического анализа;** МКХА: Совокупность конкретно описанных операций, выполнение которых обеспечивает получение результатов количественного химического анализа с установленными показателями точности.

Примечания

1 Методика количественного химического анализа представляет собой разновидность методики измерений.

2. В качестве измеряемой характеристики принимают содержание одного или нескольких компонентов объекта анализа.

3.3

показатель точности измерений: Установленная характеристика точности любого результата измерений, полученного при соблюдении требований и правил данной методики измерений.

[ГОСТ Р 8.563—2009, статья 3.4]

Примечание — В качестве показателя точности методики измерений могут быть использованы характеристики погрешности измерений в соответствии с [1], показатели неопределенности в соответствии с [2], показатели точности по ГОСТ Р ИСО 5725-1.

3.4 **показатель точности МКХА:** Показатель точности измерений, установленный для любого результата КХА, полученного при соблюдении требований и правил данной МКХА.

Примечание — Значения показателя точности можно приписать любому результату КХА, полученному с соблюдением требований и правил, регламентированных в документе на МКХА.

3.5 **норма точности измерений:** Значения показателя точности, допускаемые для определенных целей измерений.

3.6 **валидация МКХА:** Документированная процедура подтверждения пригодности МКХА для достижения поставленных целей, включающая исследование и предоставление объективных доказательств того, что конкретные требования к специфическому целевому использованию методики выполняются.

3.7 **метрологические требования к МКХА:** Требования к влияющим на результат и показатели точности характеристикам (параметрам) процедуры измерений, предусмотренной МКХА, и условиям, при которых эти характеристики (параметры) должны быть обеспечены.

3.8 **влияющие факторы пробы:** Мешающие компоненты и другие свойства (факторы) пробы, оказывающие влияние на результат и значение показателя точности измерений.

3.9 **влияющие факторы методики:** Факторы, значения которых определяют условия проведения измерений по МКХА, оказывающие влияние на результат и значение показателя точности измерений.

4 Общие положения

4.1 МКХА разрабатывают и применяют с целью обеспечить проведение измерений показателей состава и свойств веществ, материалов, объектов технического регулирования, биологических и других объектов, подлежащих аналитическому контролю, в соответствии с установленными метрологическими требованиями к измерениям, в том числе требованиями к точности измерений.

4.2 Метрологические требования к измерениям, выполняемым при аналитическом контроле, устанавливают с учетом специфики контролируемых объектов и целей использования результатов измерений.

4.3 К метрологическим требованиям к измерениям, выполняемым при аналитическом контроле, относятся требования к:

- виду и характеристикам измеряемой величины (показателя);
- единице измеряемой величины (показателя);
- диапазону измерений величины (показателя);
- точности измерений;
- обеспечению прослеживаемости результатов измерений;
- к условиям проведения измерений;
- к числу цифр в результате измерений (округлению результатов измерений) — при необходимости.

4.4 Для МКХА, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, в соответствии с [1] федеральные органы исполнительной власти определяют обязательные метрологические требования к измерениям, в том числе показатели точности измерений.

МКХА, предназначенные, согласно [3], для подтверждения соответствия объектов технического регулирования требованиям технических регламентов, должны обеспечивать также обязательные требования в части соответствия:

- измеряемых величин (показателей) контролируемого объекта технического регулирования перечню установленных в нем показателей безопасности;
- единиц измерений по МКХА единицам величин, определенным техническим регламентом;
- диапазона измерений по МКХА установленным (допустимым) уровням показателей безопасности объектов технического регулирования;
- значений показателей точности МКХА нормам точности измерений, определенным техническим регламентом (при наличии).

При разработке МКХА могут быть определены дополнительные метрологические требования заказчиком (разработчиком).

4.5 Для МКХА, не относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, метрологические требования к измерениям определяет заказчик (разработчик) методики.

4.6 Разработку МКХА осуществляют на основании планов, программ национальной (отраслевой) стандартизации, планов модернизации производства организации и т. п., в зависимости от ее назначения и области применения.

4.7 Окончательным этапом разработки МКХА, применяемой в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, является ее аттестация. Окончательным этапом разработки МКХА, не предназначенной для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, является ее валидация или аттестация, выполняемая в добровольном порядке.

4.8 Документ на МКХА разрабатывают в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563, [4], настоящими рекомендациями и порядком, установленным для соответствующего ранга документа в области стандартизации, в котором предполагается утверждение конкретной МКХА.

4.9 Аттестацию МКХА проводят в соответствии с порядком, определенным ГОСТ Р 8.563 и настоящими рекомендациями. Аттестацию МКХА, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, проводят аккредитованные в установленном порядке на проведение работ по аттестации методик измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели [1] в соответствии с утвержденной областью их аккредитации.

4.10 Валидацию МКХА проводит ее разработчик или по его поручению — компетентная в области метрологического обеспечения КХА сторонняя организация в соответствии с настоящими рекомендациями.

4.11 Применению МКХА в конкретной лаборатории, не являющейся разработчиком МКХА, должна предшествовать процедура ее верификации (внедрения), подтверждающая ее реализуемость в условиях данной лаборатории с установленными показателями точности.

4.12 МКХА применяют в строгом соответствии с их назначением и областью применения, которые регламентированы в утвержденном документе на МКХА.

4.13 Результаты измерений, получаемые по МКХА, подлежат контролю их качества в соответствии с процедурами, регламентированными в документе на МКХА, в соответствующем разделе Руководства по качеству лаборатории (по ГОСТ ИСО/МЭК 17025) или отдельном внутреннем документе лаборатории, разработанными с учетом требований РМГ 76, ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Примечания

1 Приписываемые результатам измерений значения показателя точности должны подтверждаться результатами внутреннего контроля. При этом нормативы контроля должны быть взаимоувязаны с используемыми значениями показателя точности.

2 Процедуры, нормативы и периодичность контроля точности результатов измерений определяют с учетом конкретных условий их применения в лаборатории (многообразия анализируемых объектов, частоты их сменяемости, стабильности, периодичности контроля объектов, стабильности состава проб и т. п.).

5 Разработка методик количественного химического анализа

5.1 Разработка МКХА должна предусматривать проведение следующих основных процедур:

- планирование разработки МКХА;
- разработку документированной оптимизированной процедуры получения приемлемой характеристики измеряемой величины, отражающей состав/свойство анализируемого объекта;
- установление уравнения, отражающего взаимосвязь содержания определяемого компонента, аналитического сигнала средства измерения и условий измерения;
- однозначное определение области применения МКХА (в части диапазонов измеряемых величин и допускаемых вариаций уровней влияющих факторов анализируемой пробы и методики);
- подтверждение пригодности для достижения поставленных целей, в том числе обеспечения соответствия установленным метрологическим требованиям к измерениям.

5.2 Основные этапы разработки МКХА должны соответствовать подразделу 5.2 ГОСТ Р 8.563.

5.3 Планирование разработки МКХА включает:

- четкое определение (формулирование) измерительной аналитической задачи, для решения которой предназначена МКХА, и описание измеряемой величины, включая ее корректное наименование;
- анализ априорной информации (сведений) об объекте измерения/анализа;
- анализ требований заказчика;
- анализ метрологических требований;
- анализ литературных данных, включая национальные и международные стандарты, регламентирующие аналогичные методы или методики измерений.

5.3.1 Априорные сведения об объекте анализа включают информацию о:

- физической форме анализируемого объекта (агрегатное состояние, плотность, упругость пара, растворимость и т. п.);
- распределении физических свойств по объему;
- гранулометрическом составе (для дисперсных объектов);
- химическом составе, влючая информацию о реакционной способности по отношению к атмосферному воздуху, материалам пробоотборных устройств и контейнеров для хранения; возможности хранения проб анализируемого объекта;
- стабильности анализируемого объекта во времени;
- конкретных определяемых веществах (компонентах) и их формах, включая сведения об их токсичности и предельно допустимых уровнях содержания (для токсичных веществ);
- матричном составе объекта анализа (возможные вариации сопутствующих и определяемых компонентов);
- возможных колебаниях параметров анализируемого объекта (давление, температура, плотность и т. п.).

5.3.2 Требования заказчика могут включать требования:

- к области использования МКХА (одна лаборатория или несколько лабораторий);

- к трудоемкости анализа;
- к оперативности анализа;
- к стоимости анализа;
- к используемому оборудованию;
- к квалификации специалистов, выполняющих анализ;
- к условиям применения МКХА;
- к максимальной массе (объему) пробы, которая может быть использована для анализа;
- к идентификации анализируемых компонентов, атомных или молекулярных частиц или их форм;
- к наличию программного обеспечения;
- к предполагаемому экономическому эффекту от внедрения МКХА;
- другие требования (при необходимости).

5.3.3 Метрологические требования включают обязательные требования, предусмотренные государственной системой обеспечения единства измерений и действующим законодательством в части:

- требований к допустимой погрешности (неопределенности) результатов измерений, установленной для анализируемого объекта;
- требований к нижней (или верхней) границе диапазона действия МКХА;
- требований к пределу обнаружения, линейности градуировочной характеристики, к диапазонам содержания мешающих факторов пробы и т. п. (при необходимости);
- требований к условиям проведения измерений.

5.3.4 Нормы точности измерений, относящихся к сфере государственного регулирования в соответствии с [1] устанавливают Федеральные органы исполнительной власти. Нормы точности измерений могут быть установлены в отдельных нормативных документах (например ГОСТ 27384, ГОСТ 17.4.3.03, ГОСТ 17.2.4.02, ГОСТ Р 54569, ГОСТ 28473, ГОСТ Р 52599, [5]).

Если требования к точности измерений в явном виде не определены, то их можно оценить, если установлены допустимые уровни измеряемых показателей (например, в соответствии с рекомендациями РМГ 63 и РМГ 62).

5.3.5 При разработке МКХА, предназначенных для целей подтверждения соответствия требованиям безопасности объектов технического регулирования, для оценки соответствия объектов, подлежащих государственному экологическому, санитарно-гигиеническому, фито-санитарному, ветеринарному, токсикологическому контролю, необходимо учитывать, что нижняя граница диапазона измерений МКХА должна обеспечивать возможность измерения содержания определяемого компонента на уровне 0,5 установленного для него допустимого значения показателя безопасности.

5.4 На основе анализа исходных данных формируют необходимые требования, подлежащие обязательному учету при разработке МКХА, которые также могут являться критериями для оценки ее пригодности (критериями валидации) в решении поставленной аналитической измерительной задачи. Требования к разработке МКХА должны быть сформулированы четко и однозначно, чтобы исключить возможность двусмысленного толкования. Эти исходные требования излагают в техническом задании или другом документе, выполняющем его функции.

5.5 В основе разработки МКХА может быть использован международный стандарт, регламентирующий конкретный стандартизованный метод анализа (например, стандарты ИСО, EN, ASTM), не имеющий установленных показателей точности для всего диапазона измерений. В этом случае регламентированные в них процедуры, описывающие стандартный порядок действий (SOP — Standard Operation Procedure) и аналитический контроль качества (AQC — Analytical Quality Control) должны быть детализированы применительно к конкретной поставленной аналитической задаче настолько, чтобы они были доступны и понятны оператору, выполняющему анализ. Разработанная на основе международного стандарта МКХА подлежит валидации и аттестации, если она предназначена для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений. Если разработанная на основе международного стандарта МКХА не предназначена для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, она подлежит валидации.

Примечание — Допустима разработка МКХА на основе национального стандарта[1)] на метод измерений (испытаний, анализа), если во взятом за основу стандарте не конкретизирована в достаточной степени процедура выполнения измерений и не установлены соответствующие показатели точности методики измерений.

[1)] Национального стандарта, разработанного на основе международного.

5.6 Документ, регламентирующий МКХА, должен соответствовать пункту 5.2.2 ГОСТ Р 8.563 с учетом четкого определения:

- области применения (в части контролируемых объектов анализа, их наименования и измеряемых показателей), а также области использования (для одного предприятия, для сети лабораторий организации (отрасли);
- наименования (при необходимости развернутого определения) измеряемой величины (показателя), ее единиц в соответствии с ГОСТ 8.417 и диапазона ее измерений. При измерении величин, не установленных ГОСТ 8.417, в назначении МКХА указывают развернутые определения этих величин либо ссылки на нормативные документы, содержащие такие определения;
- наименования технического регламента и номера пункта, устанавливающего требования к измерениям конкретных показателей безопасности, если МКХА может быть использована для оценки соответствия анализируемого объекта требованиям технического регламента;
- специфических характеристик анализируемого объекта анализа, если они могут влиять на точность измерений (матричный состав пробы, гранулометрический состав и т. п.);
- метрологических и необходимых технических характеристик используемого оборудования, в том числе характеристик средств измерений;
- требований к процедуре подготовки к анализу;
- требований к процедуре отбора пробы и, при необходимости, к допустимой массе или объему пробы;
- требований к точности измерений;
- других метрологических и технических требований к измерениям (при их наличии).

5.7 Разработку измерительной аналитической процедуры МКХА осуществляют в соответствии с поставленной аналитической задачей и на основе построения модели процесса измерения, включающей следующие основные этапы:

- селективное выделение или преобразование компонентов пробы, подлежащих определению;
- выбор метода и средств измерений, реперов (эталонов, стандартных образцов, аттестованных смесей, чистых веществ, веществ известного состава и т. п.), вспомогательных и других технических средств (с учетом рекомендаций ГОСТ 8.315, РМГ 64, РМГ 60, [6], [7]);
- установление градуировочной характеристики;
- выделение аналитического сигнала и его измерение;
- применение приемов математической обработки и получение результата анализа;
- установление последовательности и содержания операций при выполнении измерений, которые должны обеспечивать передачу размера единицы измеряемой величины (показателя) от эталона (или другого репера) во всем диапазоне измерений с установленной неопределенностью (погрешностью), т. е. обеспечивать прослеживаемость результатов измерений (анализа);
- опробование процедуры аналитических измерений;
- валидация;
- аттестация (для МКХА, применяемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений).

5.7.1 Для обеспечения селективного выделения или преобразования компонентов анализируемой пробы предусматривают (в зависимости от необходимости) включение следующих процедур:

- отбора пробы, ее стабилизации и хранения;
- подготовки аналитической пробы;
- хроматографического или химического разделения компонентов пробы;
- концентрирования пробы;
- перевода компонентов пробы в удобную для измерений аналитическую форму;
- устранения (маскирования) мешающих определению компонентов пробы.

5.7.2 Выбор метода анализа осуществляют с учетом:

- опыта применения различных методов и методик (в первую очередь, регламентированных в международных и национальных стандартах и документах, в сборниках унифицированных методов анализа и др.);
- предела обнаружения компонента, присущего данному методу;
- наличия конкретного оборудования и уровня квалификации персонала;
- продолжительности и стоимости анализа;
- мнения заказчика.

5.7.3 Средства измерений выбирают в соответствии:

- с возможностью достижения требуемой точности результатов измерений при использовании средств измерений с установленными для них метрологическими характеристиками;
- с назначением средства измерений, зафиксированным в описании типа или технических документах на СИ;
- с требованиями к средствам измерений, применяемым в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений (если методика предназначена для применения в этой сфере);
- с рекомендациями РМГ 64, [6].

5.7.4 Выбор реперов, функции которых могут выполнять стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов по ГОСТ 8.315, аттестованные смеси по РМГ 60, чистые вещества с установленной степенью чистоты, абсолютные методы, вещества известного состава по [7], осуществляют с учетом:

- возможности обеспечения прослеживаемости результатов измерений к единицам СИ;
- неопределенности реперов, которая не должна вносить существенного вклада в общую неопределенность измерений;
- максимальной близости реперов к составу и структуре проб анализируемого объекта;
- совпадения аттестованных значений реперов с диапазоном измерения по МКХА.

5.7.5 В процессе определения градуировочной характеристики (например, по РМГ 54, Р 50.2.028), устанавливающей функциональную зависимость между выходным сигналом применяемого средства измерений и определяемым показателем в пробе или объекте измерения, необходимо обеспечивать передачу размера единицы измеряемой величины от эталона рабочему средству измерений во всем диапазоне измеряемых величин с установленной неопределенностью. В качестве образцов для градуировки допустимо использовать градуировочные растворы (смеси), приготовленные на основе стандартных образцов, чистых веществ, веществ известного состава с надежно установленной степенью чистоты [7], в соответствии с требованиями РМГ 60.

При необходимости предусматривают учет сигнала холостого опыта.

Примечание — В ряде случаев установление градуировочной характеристики допустимо проводить с использованием метода внутреннего стандарта (введение известного количества репера в измеряемый объект).

5.7.6 Возможное влияние матричных эффектов анализируемой пробы и других возможных влияющих факторов устраняют, используя при необходимости метод добавок (введение известных количеств эталонного вещества (репера) в рабочую пробу) или метод внутреннего стандарта, либо путем проведения соответствующих аналитических операций.

5.7.7 Для инструментальных методов анализа перед измерением выходного сигнала предусматривают проведение настройки и проверки работоспособности средства измерений, его способность обеспечивать требуемые значения технологических параметров в соответствии с эксплуатационной документацией, а также выбор и установку рабочего режима в соответствии с требованиями МКХА. Для других методов анализа до проведения измерений предусматривают процедуру проверки комплектности вспомогательного оборудования, а также качества реактивов, реагентов и растворов.

При необходимости предусматривают процедуру идентификации определяемого вещества (компонента) путем сравнения выходного (аналитического) сигнала, полученного при анализе рабочих проб, с соответствующими библиотеками данных (национальными, международными) или с расчетными/теоретическими данными, либо путем сопоставления свойств анализируемого вещества и веществ сравнения в одном и том же опыте. Идентификацию следует проводить только по отношению к тем формам определяемого компонента, приведенным в библиотеке данных, которые по физическому состоянию и составу соответствуют анализируемому объекту.

5.7.8 Алгоритм вычисления, включая процедуры обработки диаграмм самопишущих приборов (усреднение, интегрирование, масштабирование и т. п.) и способ представления результатов измерений должны быть точно определены с учетом указания числа значащих цифр, которое должно заноситься в протокол (ПМГ 96).

Полученное при измерении рабочих проб значение идентифицированного выходного сигнала подставляют в уравнение, отражающее установленную для данной МКХА градуировочную характеристику, и получают значения измеряемой величины, которые являются окончательным результатом измерений, если процедура измерений предусматривает проведение единичных определений.

Если процедура измерений предусматривает проведение параллельных определений, то должна быть определена процедура получения окончательного результата на основе результатов параллельных определений (процедура проверки приемлемости по ГОСТ Р ИСО 5725-6, [8]).

Если процедура аналитических измерений предусматривает учет поправки на холостой опыт или поправки на извлечение, рассчитанной по внутреннему стандарту, значения величин этих поправок учитывают при вычислении результата измерений.

5.7.9 Проводят опробование разработанной процедуры выполнения аналитических измерений путем предоставления доказательств, полученных посредством экспериментального определения состава модельных объектов в виде искусственных смесей (имитаторов объекта анализа) и/или реальных объектов анализа, подтверждающих правильность процедуры получения измерительной информации, положенной в основу данной МКХА.

5.8 Валидация МКХА

5.8.1 Разработанная МКХА подлежит валидации. Валидация МКХА включает предварительный процесс выбора критериев принятия МКХА и подтверждения того, что рассматриваемая методика имеет характеристики (performance capabilities), согласующиеся с требованиями к области ее применения.

Валидацию МКХА осуществляет разработчик или пользователь методики с привлечением специалистов, прошедших соответствующую подготовку в области метрологического обеспечения количественного химического анализа, либо специалистов метрологических служб организаций, компетентных в этих вопросах.

5.8.2 В общем случае процедура валидации МКХА должна предусматривать проведение следующих основных этапов:

- определение критериев валидации МКХА (минимума требований для приемки МКХА) с учетом области применения, целей и ограничений МКХА;
- определение необходимой номенклатуры параметров валидации МКХА (показателей эффективности МКХА);
- разработка порядка проведения (программы) валидации МКХА;
- проверка соответствия рабочих характеристик средств измерений, испытательного и вспомогательного оборудования, предусмотренных МКХА;
- проверка соответствия стандартных образцов, реактивов, материалов установленным требованиям, включая требования по обеспечению прослеживаемости стандартных образцов;
- планирование и проведение экспериментальных и/или теоретических исследований по установлению оценок параметров валидации МКХА (показателей эффективности МКХА) с учетом области ее использования;
- корректировку параметров методики и (или) критериев принятия МКХА (при необходимости);
- оценку соответствия установленных в процессе валидации оценок показателей эффективности МКХА критериям принятия методики (критериям валидации МКХА);
- формирование суждения о пригодности МКХА для конкретного целевого назначения;
- составление отчета по результатам валидации МКХА, содержащего вывод о пригодности МКХА для конкретного целевого назначения;
- корректировка (при необходимости) документа на МКХА.

5.8.3 В качестве критериев валидации МКХА могут быть выбраны исходные требования к разработке МКХА, сформулированные в техническом задании или документе, выполняющем его функцию, приоритетными из которых являются:

- требования заказчика (в части формулирования поставленной измерительной задачи в привязке к конкретному аппаратурному оснащению, условиям измерений и т. п.);
- требования действующего законодательства, государственной системы обеспечения единства измерений, регулирующих органов.

5.8.4 Параметрами, необходимыми для реализации процедуры валидации МКХА, на основании которых осуществляют оценку соответствия разработанной МКХА целевому назначению, являются следующие показатели эффективности методики: селективность (специфичность) методики, предел обнаружения (предел детектирования), предел количественного определения, диапазон измерений, линейность, устойчивость, прецизионность и смещение, точность измерений, число параллельных определений и т. п.

Выбор и количество необходимых параметров валидации в каждом случае устанавливают индивидуально, с учетом наличия априорной информации о степени разработанности метода, положенного в основу МКХА, степени его внедрения в практику аналитического контроля и стандартизации, целей и задач, поставленных перед проведением конкретной процедуры валидации.

5.8.4.1 Селективность/специфичность (Selectivity/specificity) МКХА, характеризующую способность аналитической измерительной процедуры однозначно выделять требуемый аналитический сигнал и определять конкретное химическое соединение в матрице пробы при наличии других схожих сигналов, а также отличать его от них, обычно оценивают в первую очередь.

В общем случае для оценки специфичности МКХА обычно используют метод добавок и аттестованные смеси, например, по РМГ 60.

В случае получения неудовлетворительных результатов оценки специфичности, процесс валидации МКХА прерывают и методику направляют на доработку.

5.8.4.2 Оценку величины смещения, характеризующего отклонение результатов анализа от истинного или опорного значения, обычно осуществляют путем:

- анализа подходящих реперов (стандартных образцов или проб с известными добавками), прослеживаемых к единицам СИ;
- сравнения с результатами, полученными по другой, например, стандартизованной методике с установленными показателями точности.

При оценке смещения следует иметь в виду, что каждый метод анализа, положенный в основу МКХА, обладает своими границами при измерении конкретных показателей и поэтому имеет определенные ограничения и возможности. В этой связи определение общего смещения результатов измерений относительно соответствующего опорного значения, как интегрального параметра отражающего особенности применяемого метода, является одним из наиболее важных элементов при оценке пригодности МКХА. Количественно смещение может быть выражено, например, как отношение наблюдаемого значения измеряемой величины к ее ожидаемому значению.

В этой части процедуры валидации МКХА задача разработчика методики состоит в том, чтобы показать, что смещением можно пренебречь или на него должна быть сделана соответствующая поправка.

Для эмпирических МКХА, применяемых при аналитическом контроле [2], когда сама измеряемая величина характерна только для используемого метода, понятие «смещение» теряет смысл, т. к. в качестве опорного значения используют математическое ожидание измеряемой величины. В этом случае обеспечивается только единообразие измерений, выполняемых по такого рода МКХА.

Для эмпирических МКХА показатель точности формируют только за счет показателя прецизионности, оценку которого проводят в условиях воспроизводимости на основе межлабораторного эксперимента с участием определенных, конкретно оговоренных типов средств измерений.

5.8.4.3 Исследование прецизионности МКХА проводят при широком варьировании экспериментальных условий и в течение достаточного интервала времени с учетом рекомендаций ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ Р ИСО 5725-2, ГОСТ Р ИСО 5725-3, РМГ 61. В зависимости от способов использования МКХА (одна лаборатория или ряд лабораторий) и необходимости выполнять единичные или параллельные определения, предусматривают оценку:

- прецизионности в условиях повторяемости;
- внутрилабораторной (промежуточной) прецизионности;
- прецизионности в условиях воспроизводимости.

5.8.4.4 Оценку линейности, показывающую, что результаты непосредственных измерений аналитического сигнала или после их математической обработки линейно зависят от содержания анализируемого вещества в пределах определенного интервала, проводят с использованием соответствующих реперов для всего диапазона действия методики измерений с учетом 5.7.4.

Проверку линейности можно осуществлять, например, по РМГ 54.

Значимую нелинейность обычно устраняют путем выбора более узкого рабочего диапазона методики, в котором эта зависимость линейна.

Примечание — В ряде случаев, когда невозможно использовать линейные градуировочные функции, допустимо применение нелинейных градуировочных характеристик при условии, что применяемое программное обеспечение позволяет устанавливать адекватную взаимосвязь между выходным сигналом средства измерений и содержанием определяемого компонента в анализируемых пробах.

5.8.4.5 Устойчивость методики, показывающую способность МКХА не подвергаться воздействию небольших, но выходящих за установленные пределы отклонений ее параметров (температура, давление, влажность, напряжение сети, наполнитель хроматографической колонки и т. п.), оценивают путем изучения влияния небольших изменений этих факторов (как в сторону увеличения, так и в сторону уменьшения их значений) на показатели точности методики, которые сравнивают с результатами, полу-

ченными в нормальных условиях применения МКХА. Если обнаруживают существенное влияние, то это оговаривают в тексте документа на методику.

5.8.4.6 Предел обнаружения (предел детектирования) определяют как минимальное значение величины контролируемого параметра в образце, которое может быть обнаружено, но не определено количественно в условиях измерений. Предел обнаружения необходимо охарактеризовать для того, чтобы оценить возможности методики, поскольку при низких значениях измеряемой величины усиливается влияние различных источников помех (шум или нестабильность выходного сигнала СИ; мешающие факторы, дающие вклад в суммарный выходной сигнал СИ; холостой опыт), вследствие чего значения показателя точности в относительных единицах с уменьшением значения измеряемой величины постепенно увеличиваются, достигая величины самого результата и во многих случаях превышая его.

Определение предела обнаружения варьируется в зависимости от типа методики (инструментальная или неинструментальная).

Для инструментальных методов анализа в основном определяют отношение сигнал/шум или измеряют величину фонового сигнала, после чего рассчитывают минимальный уровень. В качестве величины предела обнаружения обычно принимают отношение сигнал/шум равное 2:1 или 3:1. Полученную таким образом величину предела обнаружения затем подтверждают путем анализа ряда образцов (реальных, или специально приготовленных), имеющих характеристики контролируемого параметра, близкие к пределу детектирования.

Для неинструментальных методов анализа предел обнаружения определяют при анализе образцов с известными характеристиками контролируемого параметра путем установления его минимального уровня, при котором он достоверно может быть обнаружен.

5.8.4.7 Диапазон действия МКХА определяют как интервал между верхним и нижним значениями определяемого параметра в анализируемом образце (включая и эти граничные значения), для которого уже продемонстрировано, что измерительная аналитическая процедура характеризуется соответствующими показателями точности (смещением, прецизионностью) и линейностью.

5.8.5 Порядок проведения валидации должен предусматривать установление необходимого количества и последовательности проведения процедур для оценки соответствия МКХА ее целевому назначению.

5.8.6 Выбранные для реализации МКХА средства измерений, испытательное и вспомогательное оборудование, реперы, реактивы, материалы и т. п. проверяют на соответствие критериям их пригодности для конкретного целевого применения.

Если МКХА предназначена для использования в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, то типы выбранных средств измерений, стандартные образцы, испытательное оборудование должны быть согласно ГОСТ Р 8.563 метрологически обеспечены в системе измерений Российской Федерации. При этом выбранные стандартные образцы должны быть утверждены в установленном порядке, а средства измерений должны быть утверждены в установленном порядке, поверены и при их применении должны соблюдаться обязательные требования к условиям их эксплуатации [1].

При использовании в МКХА, предназначенной для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, испытательного оборудования и программного обеспечения, которое может повлиять на показатели точности результатов измерений, руководствуются положениями ГОСТ Р 8.568, ГОСТ Р 8.654, [9], [10], [11].

5.8.7 При планировании экспериментов по валидации МКХА учитывают факторы, которые могут оказывать влияние на значения показателя точности МКХА. Отдельные источники погрешности или неопределенности должны рассматриваться только тогда, когда они оказываются значимыми по сравнению с общими характеристиками прецизионности, поэтому основной упор при реализации процедуры валидации делают на выявление значимых влияющих эффектов и их возможное устранение, при этом должны быть:

- установлены все потенциально значимые влияющие факторы пробы с учетом типов контролируемых проб, на которые распространяется методика;
- установлены границы диапазона возможных влияющих факторов МКХА при обычном ее применении;
- проверены значимость влияния этих факторов на фоне общей прецизионности;
- доказано, что этими факторами можно пренебречь, либо предусмотрен их последующий учет в случае установления их значимости.

5.8.8 Эксперименты по валидации МКХА проводят с учетом ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ Р ИСО 5725-2, ГОСТ Р ИСО 5725-3, ГОСТ Р ИСО 5725-4, ГОСТ Р ИСО 5725-6, ГОСТ Р 8.736, ГОСТ Р 8.596, РМГ 61, РМГ 76.

Одним из существенных принципов, который следует учитывать при планировании и проведении исследований, является представительность, т. е. эксперименты по установлению значений показателя точности МКХА следует предусматривать для всего диапазона измерений (с учетом возможного влияния матричных эффектов пробы, условий измерений и т. п.).

Если МКХА предназначена для применения в ряде лабораторий, целесообразно планировать (с учетом специфики контролируемого объекта анализа) и проводить межлабораторный эксперимент по оценке показателя точности МКХА (ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ Р ИСО 5725-2, ГОСТ Р ИСО 5725-3, ГОСТ Р ИСО 5725-4, ГОСТ Р ИСО 5725-6, РМГ 61) с использованием подходящих реперов (стандартных образцов, аттестованных смесей, проб с известными добавками и т. п.), прослеживаемых к единицам величин СИ.

5.8.9 Если разрабатываемая МКХА является альтернативной по отношению к ранее разработанной и утвержденной методике (т. е. методики анализа предназначены для одних и тех же целей, предусматривают получение результатов в одних и тех же единицах измерений) или в документе на МКХА предусматривают две или более альтернативные методики анализа, то проводят эксперимент, подтверждающий незначимость смещения результатов измерений одной методики относительно другой на фоне установленных значений показателей точности этих МКХА, например в соответствии с РМГ 61.

Примечание — МКХА, имеющая наименьшие значения показателя точности (среди альтернативных), при возникновении спорных вопросов может быть рекомендована в качестве арбитражной.

5.8.10 Оптимальная последовательность операций при проведении валидации МКХА может зависеть непосредственно от метода анализа или самой методики, однако перед началом проведения данной процедуры необходимо учитывать, что:

- валидацию проводят только для полностью разработанной методики;
- валидация МКХА может быть различной по объему;
- критерии валидации должны основываться на информации о возможностях метода, реализованного в методике.

5.8.11 Результаты валидации МКХА оформляют в виде отчета, в котором целесообразно отражать следующие основные сведения:

- цели и область применения МКХА;
- установленные критерии валидации МКХА;
- подробное описание используемых химических веществ, реагентов, контрольных препаратов в части предъявления требований к их номинальным значениям и неопределенности (характеристике погрешности) их установления;
- подробное описание используемых эталонов и стандартных образцов в части предоставления свидетельств относительно их прослеживаемости к соответствующим национальным или международным эталонам;
- процедуры проверок качества используемых химических веществ, реагентов, эталонов и реперов, контрольных препаратов;
- перечень оборудования и требований к его функциональным и эксплуатационным качествам (например, размер измерительной ячейки, фоновые помехи, область температуры колонки и т. п.);
- параметры метода анализа;
- критические параметры, выявленные на основании проведения теста на устойчивость;
- подробные условия, при которых проводился эксперимент по оцениванию показателей эффективности методики;
- результаты проведенных исследований показателей эффективности МКХА с отражением установленных значений этих показателей;
- использованные статистические методы и типичные вычислительные операции;
- типичные диаграммы (например, хроматограммы, спектральные графики) и калибровочные кривые;
- информацию о лице, разработавшем и валидировавшем методику измерений;
- обобщенные результаты валидации и выводы о пригодности МКХА для ее конкретного целевого назначения.

5.8.12 В случае выявления несоответствия методики критериям валидации, проводят необходимую модификацию МКХА с последующей валидацией, либо делают вывод о невозможности применения МКХА для решения поставленной задачи.

Модификация МКХА может иметь три основные разновидности:

- устранение обнаруженного эффекта;
- уменьшение влияния, вызванного обнаруженным эффектом, за счет выбора диапазона или сужения ранее установленного диапазона изменений влияющего фактора (например, может оказаться необходимым установить конкретную рабочую температуру или диапазон температур, чтобы уменьшить влияние колебаний температур);
- поправка на обнаруженный эффект путем ее учета при вычислении результата измерений.

Если значимых влияний не обнаружено, МКХА может считаться валидированной и применяться без модификации в конкретной лаборатории.

5.9 Документ, регламентирующий МКХА, оформляют в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563 (пункт 5.2.2 и приложение Б) и рекомендациями [4].

6 Аттестация методик количественного химического анализа

6.1 Цель аттестации МКХА — исследование методики измерений для подтверждения возможности выполнения измерений в соответствии с процедурой, регламентированной в документе на МКХА, со значениями показателей точности измерений, не превышающими установленных или требуемых значений и с соблюдением предъявленных к методике измерений метрологических требований.

6.2 На аттестацию МКХА представляют:

- исходные требования на разработку МКХА;
- документ (проект документа), регламентирующий МКХА;
- отчет по результатам оценки пригодности, в т. ч. программу и результаты установления показателей точности МКХА экспериментальным, расчетным или расчетно-экспериментальным путем, и другие документы, необходимые для подтверждения соответствия МКХА установленным метрологическим требованиям к измерениям.

6.3 Аттестация МКХА включает:

1) исследование соответствия МКХА установленным метрологическим требованиям к измерениям посредством:

- метрологической экспертизы материалов разработки МКХА;
- проведения эксперимента по проверке правильности установления показателей точности МКХА (при необходимости);

2) подтверждение соответствия МКХА установленным метрологическим требованиям к измерениям (оформление результатов аттестации МКХА).

6.4 Метрологическая экспертиза материалов разработки МКХА включает:

- метрологическую экспертизу документа (проекта документа), регламентирующего МКХА;
- метрологическую экспертизу исходных данных на разработку МКХА;
- метрологическую экспертизу программы и результатов оценивания показателей точности МКХА, включая материалы теоретических и экспериментальных исследований, с целью проверки корректности установления показателей точности МКХА;
- проверку соответствия МКХА установленным метрологическим требованиям.

6.5 Проведение метрологической экспертизы МКХА осуществляют в соответствии с рекомендациями Р 50.2.008, РМГ 63.

6.6 Эксперимент по проверке правильности установления показателей точности методики измерений может быть проведен с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ Р ИСО 5725-2, ГОСТ Р ИСО 5725-3, ГОСТ Р ИСО 5725-4, ГОСТ Р ИСО 5725-6, ГОСТ Р 8.736, ГОСТ Р 8.596, РМГ 61, РМГ 76.

6.7 Результаты метрологической экспертизы материалов разработки МКХА оформляют в виде экспертного заключения о соответствии МКХА установленным метрологическим требованиям, например, по форме приложения Р 50.2.008.

6.8 Юридическое лицо или индивидуальный предприниматель, проводящий аттестацию МКХА, в процессе аттестации может запрашивать у разработчика методики дополнительные данные.

6.9 При положительном результате аттестации оформляют свидетельство об аттестации МКХА в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563. Значения показателей точности МКХА и, при необходимости другую информацию, приводят в приложении к свидетельству об аттестации МКХА.

6.10 В свидетельстве об аттестации МКХА может быть указан рекомендуемый срок пересмотра МКХА.

6.11 Документ, регламентирующий МКХА, утверждают в соответствии с порядком, принятым для ранга документа, в котором содержится МКХА. Ко всем экземплярам документа, регламентирующего МКХА, целесообразно прилагать копии свидетельства об аттестации.

6.12 Организация-разработчик МКХА направляет копию утвержденного документа, регламентирующего МКХА, в организацию, аттестовавшую методику.

6.13 При отрицательном результате аттестации выдают экспертное заключение с указанием причин отрицательного результата аттестации.

После устранения выявленных при аттестации несоответствий и доработки МКХА представляют на аттестацию повторно.

6.14 МКХА, используемые в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, подлежат обязательной регистрации в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений в установленном порядке.

6.15 Изменения в аттестованные или валидированные МКХА могут быть внесены только разработчиком методики. После внесения изменений МКХА подлежит аттестации в обязательном порядке, если она предназначена для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений.

Если МКХА предназначена для применения вне сферы государственного регулирования обеспечения единства измерений, после внесения изменений МКХА может быть:

- аттестована в добровольном порядке (если она была аттестована ранее);
- при применении в аккредитованной лаборатории подвергнута валидации в объеме, необходимом и достаточном для демонстрации соответствия установленным ранее параметрам и (или) критериям валидации.

7 Порядок применения методик количественного химического анализа

7.1 Аттестованные и прошедшие процедуру валидации МКХА реализуют в строгом соответствии с документом, в котором они изложены.

Применение методики вне установленной в документе на МКХА области применения [расширение диапазона измерений, изменение вида или числа объектов анализа (измерений) и т. п.] недопустимо. При необходимости расширения области применения МКХА проводят ее доработку, вносят соответствующие изменения в документ на МКХА и руководствуются 6.15.

Использование МКХА, разработанной и аттестованной для применения в одной лаборатории (на одном предприятии), в других лабораториях (другим предприятием и т. п.) возможно только в том случае, если будет установлена и подтверждена документально реализуемость МКХА в условиях данной лаборатории, с установленными показателями точности во всем диапазоне действия МКХА (например по Р 50.2.060).

7.2 В сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений применяют только аттестованные МКХА. В лабораториях, аккредитованных в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО МЭК 17025, применяют аттестованные или прошедшие процедуру валидации МКХА (если МКХА не предназначена для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений).

7.3 При внедрении в лаборатории в практику аналитического контроля международных документов в области стандартизации, регламентирующих стандартизованные методы анализа (методы измерений), которые не имеют установленных показателей точности (например, стандарты ИСО, ЕН) и допущены к применению в национальной системе технического регулирования в статусе:

- национальных стандартов;
- международных стандартов, региональных стандартов, стандартов иностранных государств, зарегистрированных в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов;

- надлежащим образом заверенных официальных переводов на русский язык международных стандартов, региональных стандартов, стандартов иностранных государств, принятых на учет национальным органом Российской Федерации по стандартизации —

необходимо предусматривать:

- разработку на основе международных документов в области стандартизации соответствующих методик КХА, содержащих совокупность конкретно описанных операций, выполнение которых обеспечивает получение результатов КХА с установленными показателями точности;
- разработку документов, регламентирующих МКХА в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563;
- подтверждение соответствия МКХА целевому назначению и пригодности для решения конкретных аналитических задач (в необходимом объеме и с учетом положений, реализованных при стандартизации метода);
- подтверждение соответствия МКХА метрологическим требованиям, предъявляемым государственной системой обеспечения единства измерений Российской Федерации (путем аттестации, если МКХА предназначена для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений).

7.4 Если международный документ в области стандартизации, регламентирующий МКХА, соответствует по построению и содержанию требованиям ГОСТ Р 8.563, содержит информацию об установленных для всего диапазона действия методики показателях точности и не нуждается в каких-либо уточнениях и дополнениях, чтобы быть доступным и понятным при проведении анализа, то он может применяться непосредственно, без разработки на его основе МКХА.

7.5 До использования в практике деятельности аттестованной или валидированной МКХА в каждой лаборатории, в которой предполагается использовать эту методику, проводят ее внедрение (верификацию) путем подтверждения реализуемости МКХА в условиях данной лаборатории с установленными показателями точности (например, в соответствии с рекомендациями Р 50.2.060).

7.6 Претензии пользователей к аттестованным или валидированным МКХА, возникшие в процессе их применения в ряде лабораторий, должны быть направлены разработчику МКХА с необходимыми обоснованиями.

7.7 МКХА, разработанные в государствах — участниках «Соглашения о проведении согласованной политики в области стандартизации, метрологии и сертификации» и предназначенные для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, должны пройти процедуру признания в соответствии с ПМГ 44.

Библиография

[1] Федеральный закон Российской Федерации от 26 июня 2008 года №102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений»

[2] Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК «Количественное выражение неопределенности в аналитических измерениях» (2-е издание,2000 — В пер. с англ. — СПб: ВНИИМ им. Д.И. Менделеева

[3] Порядок разработки перечня национальных стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения принятого технического регламента и осуществления оценки соответствия, а также в случае отсутствия указанных национальных стандартов применительно к отдельным требованиям технического регламента или объектам технического регулирования порядок разработки правил и методов исследований (испытаний) и измерений, в том числе правил отбора образцов, необходимых для применения и исполнения принятого технического регламента и осуществления оценки соответствия (утвержден Приказом Минпромторга от 3 сентября 2008 г. №119, зарегистрирован в Минюсте РФ 20 октября 2008 г., регистрационный № 12510)

[4] Рекомендации по метрологии МИ 3269—2010 — Государственная система обеспечения единства измерений. Построение, изложение, оформление и содержание документов на методики измерений

[5] М20—2010 — Методические указания. Нормы точности количественного химического анализа материалов черной металлургии

[6] Рекомендации по метрологии МИ 1967—89 — Государственная система обеспечения единства измерений. Выбор методов и средств измерений при разработке методик выполнения измерений. Общие положения

[7] РД 50-674—88 — Методические указания. Метрологическое обеспечение количественного химического анализа. Основные положения

[8] Рекомендации по метрологии МИ 2881—2004 — Государственная система обеспечения единства измерений. Методики количественного анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа

[9] Рекомендации по метрологии МИ 2174—1991 — Государственная система обеспечения единства измерений. Аттестация алгоритмов и программ обработки данных при измерениях. Основные положения

[10] Рекомендации по метрологии МИ 2891—2004 — Государственная система обеспечения единства измерений. Общие требования к программному обеспечению средств измерений

[11] Рекомендации по метрологии МИ 2955—2005 — Государственная система обеспечения единства измерений. Типовая методика аттестации программного обеспечения средств измерений и порядок ее проведения

УДК 53.088:062:006.354 ОКС 17.020

Ключевые слова: методика количественного химического анализа (МКХА), область применения МКХА, разработка МКХА, валидация (оценка пригодности) МКХА, аттестация МКХА, показатели точности измерений

Редактор *Н.О. Грач*
Технический редактор *Е.В. Беспрозванная*
Корректор *В.И, Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 10.09.2014. Подписано в печать 30.09.2014. Формат 60x84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 2,79.
Уч.-изд. л. 2,30. Тираж 121 экз. Зак. 3794.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru