

ДОВІДКА
про діяльність Науково-методичного центру
ССЗ ННЦ "Інститут метрології"
протягом 2020 року

I. У 2020 році Науково-методичний центр Служби стандартних зразків України у відповідності до Замовлення № 22 М від 11.08.2020 р. Мінекономіки України здійснив проведення наукових досліджень з метою аналізу поточного стану використання сертифікованих стандартних зразків (СЗ) складу та властивостей речовин і матеріалів для перевірки законодавчо регульованих ЗВТ та надання рекомендацій щодо використання СЗ державними підприємствами, які належать до сфери управління Мінекономіки та провадять метрологічну діяльність.

У ході виконання НДР на основі використання положень Інструкції визначення придатності референтних матеріалів для застосування під час проведення перевірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки СОУ ІСЯ/00.210:2019 (далі – Інструкція, доступно: http://www.metrology.kharkov.ua/fileadmin/user_upload/data_gc/crm/210_SOU_ISJA_00.210_2019.pdf) здійснено дослідження поточного стану використання стандартних зразків при проведенні перевірки законодавчо регульованих ЗВТ і надано рекомендації щодо вимог до обирання сертифікованих референтних матеріалів і інших засобів при використанні СЗ у законодавчо регульованій сфері для підвищення якості продукції, що випускається.

Повірку ЗВТ проводять згідно з методиками перевірки, які містяться в нормативно-правових актах або національних стандартах. Порядок проведення перевірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки (далі – Порядок проведення перевірки), що перебувають в експлуатації затверджено наказом Мінекономрозвитку №193 від 08.02.2016 року.

Повірка законодавчо регульованих ЗВТ провадиться для контролю похибки отримуваних при застосуванні ЗВТ результатів вимірювань, необхідної для гарантування виконання вимог до достовірності цих результатів, законодавчо встановлених в місці їх використання. Повірка законодавчо регульованого засобу вимірювальної техніки має на меті підтвердити зі застосуванням методики перевірки відповідність ЗВТ, що перевіряється, встановленим метрологічним вимогам до нього.

Поряд з ЗВТ, використовуваними у якості окремого обладнання, законодавчо регульованим об'єктом перевірки може бути також застосовувана у вимірюваннях вимірювальна система, яка разом з ЗВТ включає також і методику, реагенти та інші пристрої, що використовуються для отримання вимірних значень величин.

Потребам практики хімічних, медичних і біологічних лабораторій, в яких потрібно перевірити відповідність необхідних показників стану та властивостей досліджуваних зразків встановленим вимогам ДСТУ ОІМЛ D 20:2008, не відповідають методи класичної перевірки, коли перевіряють тільки інструментальний сигнал (оптичну густину тощо). Відповідь тут треба отримати щодо правильності вимірювання відповідного показника, тому в цих випадках застосовують відповідні стандартні зразки — референтні матеріали.

Науково-методичний центр здійснив збирання наданих державними підприємствами, які належать до сфери управління Мінекономіки та провадять метрологічну діяльність, відомостей про сертифіковані стандартні зразки (референтні матеріали) та інші засоби, які при проведенні перевірки засобів

вимірювальної техніки у законодавчо регульованій сфері використовують більшість державних підприємств, які належать до сфери управління Мінекономіки та провадять метрологічну діяльність.

В процесі дослідження отримано відомості про атрибути і характеристики використовуваних засобів, до числа яких було включено відомості щодо: шифру, категорії СЗ (РМ), типу документа на СЗ (РМ), найменування вимірюваної величини (характеристики), відомості щодо простежуваності значень СЗ (РМ), виробника СЗ (РМ) і його компетентності. Найявні відомості щодо отриманих вихідних даних про 348 СЗ, які використовуються у законодавчо регульованій сфері державними підприємствами, які належать до сфери управління Мінекономіки та провадять метрологічну діяльність, були наведені у Додатку до Звіту про виконання цієї НДР.

В реальній практиці здійснення повірки законодавчо регульованих ЗВТ поряд з сертифікованими референтними матеріалами, з державними стандартними зразками розчинів іонів металів і неметалів, повірочних газових сумішей, складу сталей та інших сплавів і матеріалів тощо державні підприємства, які належать до



Рисунок 1. Діаграма часток видів засобів, застосовуваних при проведенні повірки законодавчо регульованих ЗВТ (тут ДСЗУ — державний стандартний зразок; CRM —сертифікований референтний матеріал; СЗ — стандартний зразок)

застосовуваних в повірці ЗВТ, центри зазначають також генератори газових сумішей. Розподіл варіантів видів (категорій і типів) стандартних зразків та інших засобів, які державні підприємства, які належать до сфери управління Мінекономіки та провадять метрологічну діяльність, фактично застосовують при повірці ЗР ЗВТ, відображено на рисунку 1.

Узагальнені відомості щодо особливостей застосування стандартних зразків та інших матеріалів порівняння при проведенні повірки законодавчо регульованих ЗВТ за типами матеріалу і використанням цих засобів різними державними підприємствами, які належать до сфери управління Мінекономіки та провадять метрологічну діяльність, були відображені в таблицях, наведених у звіті про виконання НДР.

сфери управління Мінекономіки та провадять метрологічну діяльність, фактично використовують також безліч інших різноманітних матеріалів порівняння таких як: еталонна міра; робочі еталонні газові суміші; калібрувальні газові суміші; імітаційні зразки вмісту компонентів; розчини калібраторів; калібрувальні розчини; контрольні розчини; набори (комплекти) реагентів, що використовуються в роботі аналітичних систем і автоматичних аналізаторів визначення концентрації компонентів крові; стандарт-титри; хімічні реактиви різних видів і станів (у тому числі, наприклад, сахароза, чи азот газоподібний підвищеної чистоти); засоби для випробування обладнання тощо. Серед засобів забезпечення і контролю точності,

Як було виявлено у зазначеному дослідженні, при організації і при проведенні повірки законодавчо регульованих ЗВТ державні підприємства, які належать до сфери управління Мінекономіки та провадять метрологічну діяльність, не приділяють необхідної уваги виконанню вимог до СЗ, встановлених наказом Мінекономрозвитку №193 від 08.02.2016 року. Слід зауважити, що і частина застосовуваних чинних методик повірки не містить вимог до СЗ та їх характеристик.

В цілому, як випливає з аналізу, у двох третин (62,4 %) стандартних зразків та інших матеріалів (реактивів тощо) всіх видів, використовуваних при повірці законодавчо регульованих ЗВТ, супроводжувальні документи не відповідають вимогам ДСТУ-Н ISO Guide 31 до Сертифікатів.

В них відсутні:

- відомості щодо простежуваності – у 65,2 %;
- підтвердження компетентності виробника – у 51,4 %;
- характеристики їх невизначеності (похибки) – у 31,3 %.

У 20 % матеріалів не існують встановлені значення властивостей, відсутні також відомості щодо однорідності матеріалу, щодо гарантованого виробником терміну придатності референтного матеріалу тощо.

Невиконання державними підприємствами, які належать до сфери управління Мінекономіки та провадять метрологічну діяльність, встановлених вимог при застосуванні різних типів СЗ для проведенні повірки законодавчо регульованих ЗВТ характерне для наступних конкретних видів застосовуваних засобів:

– відсутні документи, що відповідають ДСТУ-Н ISO Guide 31 для СЗ рідин тіла людини, складу матеріалів чорної металургії, складу кольорових металів і сплавів, складу гірничих порід, матеріалів натурального походження, складу продукції сільськогосподарського виробництва;

– відсутні відомості щодо простежуваності СЗ рідин тіла людини; складу кольорових металів і сплавів; складу гірничих порід, матеріалів натурального походження, іонів неметалів (показник активності pNO_3);

– відсутнє підтвердження компетентності виробника СЗ рідин тіла людини, складу кольорових металів і сплавів, складу гірничих порід, переважної більшості матеріалів натурального походження.

– відсутні вимоги до невизначеності (похибки) більшості СЗ складу гірничих порід, матеріалів натурального походження, рідини тіла людини, органічних речовин.

Отримані дані демонструють, що у значному числі випадків ми маємо справу з виробниками, які не акредитовані і не довели свою компетентність, використовувані матеріали і речовини не мають метрологічних характеристик (наприклад, сахароза, Трилон Б, зразок метанолу тощо). Найменування сертифікованої характеристики стандартного зразка часто не відповідає **найменуванню величини, вимірюваної законодавчо регульованим ЗВТ** (тієї вимірюваної ЗВТ величини, повірку якої має забезпечити методика повірки, у тому числі, з урахуванням перетворень сертифікованої характеристики стандартного зразка відповідно до рівняння вимірювань та інших необхідних трансформацій, визначених методикою повірки).

У значному числі випадків значення властивостей СЗ, які застосовують в методиках повірки законодавчо регульованих ЗВТ, не відповідають реалізації одиниць, в яких виражено наведені у сертифікатах значення цих характеристик.

Найбільш неприйнятною є ситуація з повіркою законодавчо регульованих ЗВТ зі застосуванням стандартних зразків в лабораторній медицині, які в жодному випадку не здатні забезпечити реальне виконання вимог до достовірності цих результатів, законодавчо встановлених в цій сфері. Стан справ в повірці медичних ЗВТ має бути охарактеризований у такий спосіб:

- немає належних сертифікатів СЗ/РМ;
- немає встановлених значень характеристики СЗ/РМ;
- немає значень похибки або невизначеності СЗ/РМ;
- немає відомостей щодо простежуваності СЗ/РМ;
- немає підтвердженої компетентності виробників СЗ/РМ.

У ході роботи було проведено дослідження конкретних прикладів застосування стандартних зразків та інших матеріалів (реактивів тощо) всіх видів в лабораторній медицині.

Рекомендації щодо використання СЗ державними підприємствами, які належать до сфери управління Мінекономіки та провадять метрологічну діяльність.

Достовірність результатів повірки істотно залежить від правильності вибору робочих еталонів. Вимоги, яким повинні відповідати засоби вимірювальної техніки, що призначені для застосування у сфері законодавчо регульованої метрології, коли вони надаються на ринку та/або вводяться в експлуатацію для виконання завдань, пов'язаних з вимірюванням, регламентовані Постановою Кабінету Міністрів України від 13.01.2016 р. № 94 "Про затвердження Технічного регламенту законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки", затвердженою постановою Кабінету Міністрів України. В повірці законодавчо регульованого ЗВТ стандартний зразок та прирівнені до нього матеріали порівняння використовують у якості робочого еталона. Тому при застосуванні стандартного зразка для повірки ЗВТ (у якості робочого еталону) має бути забезпечено:

- відповідність роду величини, вимірюваної повірюваним ЗВТ і сертифікованої властивості стандартного зразка;
- відповідність їх діапазонів вимірювання;
- відповідність вимогам до межі припустимого значення похибки стандартного зразка.

Приписані значення властивостей референтних матеріалів, які застосовують в методиках повірки законодавчо регульованих ЗВТ, повинні відповідати реалізації одиниць, в яких виражено наведені у сертифікатах значення цих характеристик.

При здійсненні повірки законодавчо регульованих ЗВТ необхідно використовувати сертифіковані референтні матеріали. Якщо з технічних причин сертифіковані референтні матеріали не можуть бути застосовані, можуть використовуватися інші референтні матеріали, за умови наявності належного обґрунтування.

Сертифіковані стандартні зразки повинні бути виготовлені:

- 1) компетентним виробником, який має підтверджену в установленому порядку національним агентством з акредитації України (НААУ) або національним органом з акредитації іншої держави відповідність вимогам стандарту ISO 17034 (або ДСТУ-Н ISO/IEC Guide 34);

2) науковим метрологічним центром, система менеджменту якості якого отримала успішну оцінку регіональної організації з метрології на відповідність вимогам ДСТУ ISO 9001 та ДСТУ ISO 17034.

Пункт 9. розділу II Порядку проведення повірки, встановлює, що у разі застосування стандартних зразків під час проведення повірки законодавчо регульованих ЗВТ ці зразки повинні:

- мати сертифіковані значення і відповідні невизначеності вимірювань та простежуваність згідно ДСТУ-Н ISO Guide 35 ;
- супроводжуватися документами згідно з ДСТУ-Н ISO Guide 31;
- сертифіковані референтні матеріали, які застосовують під час повірки ЗВТ для діагностики *in vitro*, додатково повинні відповідати також вимогам ДСТУ EN ISO 15194 та ДСТУ EN ISO 17511.

Сертифікати референтних матеріалів, видані відповідно до ISO Guide 31 міжнародною організацією або виробниками іншої держави, що мають підтверджену згідно вимог ISO 17034 компетентність, визнаються такими, що підтверджують встановлення сертифікованих значень властивостей з визначеними невизначеностями вимірювань і простежуваністю згідно з ДСТУ-Н ISO Guide 35, якщо вони відповідають "Угоді про взаємне визнання національних еталонів, сертифікатів про калібрування і вимірювання, які видаються національними метрологічними інститутами", та "Настанові з реалізації Угоди Guide CIPM MRA-G-01".

Коли це можливо, сертифіковані значення повинні мати метрологічну простежуваність до відповідних національних еталонів. У випадках, коли метрологічна простежуваність значень цих властивостей до одиниць SI є технічно неможливою, референтні матеріали повинні демонструвати метрологічну простежуваність до найвищого наявного метрологічного рівня, який є загальноприйнятий у цій галузі – до інших узгоджених міжнародних основ для порівняння (прийнятих опорних значень), як це рекомендовано ДСТУ-Н ISO Guide 35 (9.2), ISO 17034 (7.9), ДСТУ ISO/IEC 17025 (6.5). Для *in vitro* діагностики згідно ISO 17511:2020 це можуть бути також біологічні еталони ВООЗ, міжнародно валідовані або референтні методики вимірювань/досліджень, або обрані виробниками виробів для *in vitro* діагностики при відсутності референтних матеріалів вищого рівня.

У кожному конкретному випадку вищий рівень метрологічної простежуваності повинен бути відомим і задокументованим.

Придатність до застосування стандартних зразків визначається Науково-методичним центром Служби стандартних зразків складу та властивостей речовин і матеріалів згідно з СОУ ІСЯ/00.210:2019.

Для забезпечення належного метрологічного забезпечення лабораторної медицини і забезпечення єдності вимірювань клінічних лабораторних досліджень необхідно врахувати наступне.

1 В Україні немає власних виробників реагентів або приладів для *in vitro* діагностики, тому необхідно слідувати міжнародно прийнятим стандартам і рекомендаціям.

2 Потрібне обов'язкове ознайомлення метрологів зі стандартом ISO 17511:2020 (E) *In vitro diagnostic medical devices - Requirements for establishing metrological traceability of values assigned to calibrators, trueness control materials and human samples* ("Пристрої для *in vitro* діагностики. Вимоги до метрологічної

простежуваності значень, що приписуються калібраторам, матеріалам для контролю правильності і пробам пацієнтів").

Це вимагає впровадження в Україні системи розроблення і застосування референтних матеріалів для лабораторних досліджень.

Щоб виправити існуючу незадовільну ситуацію необхідно здійснити наступне:

1) НААУ вжити заходів з організації акредитації вітчизняних виробників референтних матеріалів (стандартних зразків) на відповідність вимогам стандарту ДСТУ-Н ISO/IEC Guide 34 або ISO 17034.

2) Запровадити проведення обов'язкової експертизи Науково-методичним центром Служби стандартних зразків усіх розроблюваних методик повірки законодавчо регульованих ЗВТ, в яких потрібне застосування стандартних зразків, перед їх затвердженням.

3) Провести навчання:

– спеціалістів, що займаються розробленням і застосуванням методик повірки законодавчо регульованих ЗВТ – загальним основам вибору і застосування стандартних зразків під час здійснення такої повірки;

– спеціалістів, що створюють стандартні зразки та постачають їх для використання під час повірки законодавчо регульованих ЗВТ – встановленим вимогам до виготовлення і сертифікації референтних матеріалів (стандартних зразків), призначених для повірки законодавчо регульованих ЗВТ.

II. З метою інформаційного забезпечення використання стандартних зразків надано письмові та усні (у т.ч. за телефонними запитами) консультації ряду промислових підприємств з питань аспектів практичного застосування стандартних зразків і закордонних референтних матеріалів, у тому числі, щодо поводження зі СЗ, щодо конкретних СЗ кварцитів, СЗ для контролю складу молока. Було надано консультації метрологічним центрам з питань застосування СЗ під час повірки законодавчо регульованих ЗВТ, щодо з'ясування вимог до СЗ для встановлення придатності, до сертифікатів СЗ, щодо інформації, необхідної для визначення придатності СЗ, і підготування даних для встановлення придатності тощо.

Надано консультації координаторам міжлабораторних порівнянь результатів вимірювань (МПР) щодо застосування стандартних зразків і статистичних методів оброблення результатів МПР.

III. Проведено експертизу та надано консультації щодо складання звіту про результати проведення XVI раунду Програми міжлабораторних порівнянь результатів вимірювань "Біохімічні показники, гемостаз та гемоглобін" у зразках біологічних рідин людини - КЗОЗ "Обласна клінічна лікарня - Центр екстреної медичної допомоги та медицини катастроф", м. Харків.

IV. Взято участь у роботі у складі організаційного комітету Комунального некомерційного підприємства Харківської обласної ради "Обласна клінічна лікарня" щодо результатів проведення XVI раунду Програми МПР.

В. о. начальника НДЛ-41
"Науково-методичний центр ССЗ",
пров. науковий співробітник



А. Івков