



ВНИИМ

ФГУП "Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И.Менделеева"

ОСОБЕННОСТИ РАЗРАБОТКИ И ВАЛИДАЦИИ МЕТОДИК КАЛИБРОВКИ

www.vniim.ru

Тумилович Анастасия Андреевна, ведущий специалист
лаборатории теоретической метрологии



Метрологическая прослеживаемость

Метрологическая прослеживаемость:

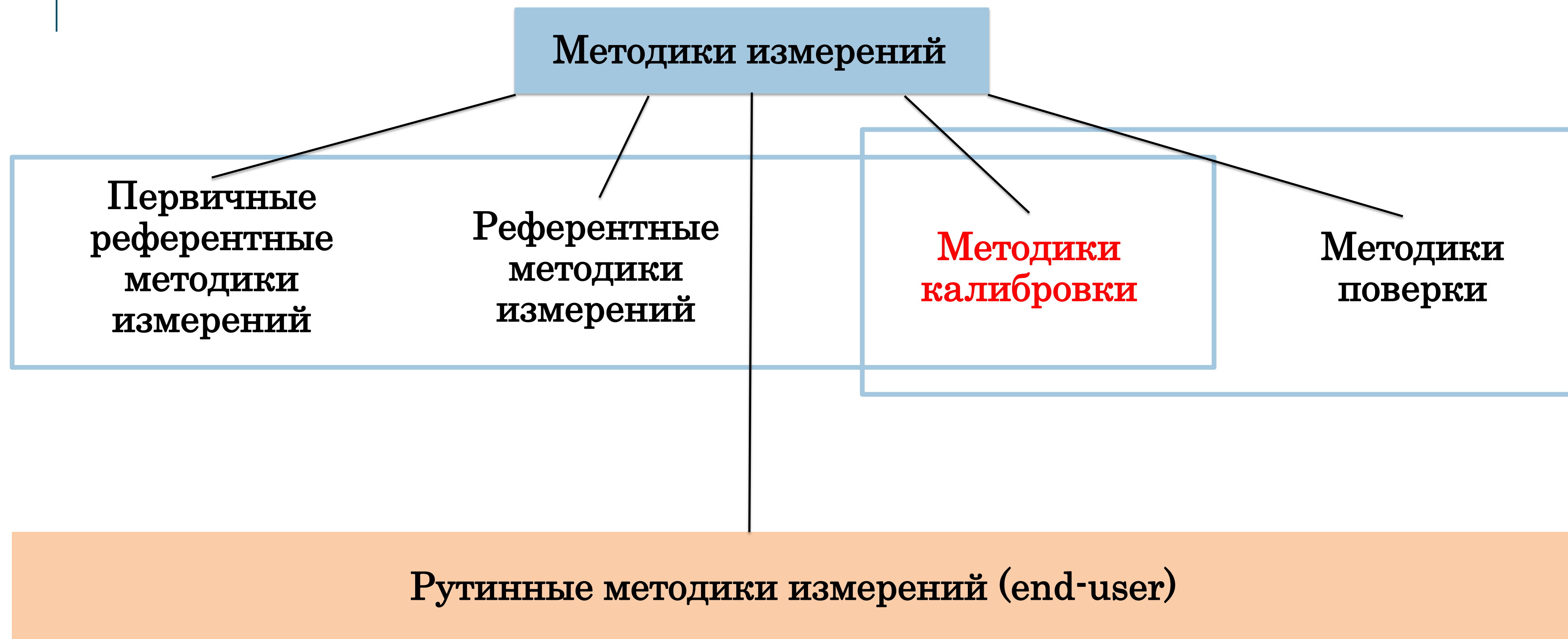
Свойство результата измерения, в соответствии с которым результат может быть соотнесен с основой для сравнения через документированную непрерывную цепь калибровок, каждая из которых вносит вклад в неопределенность измерений.

Калибровочная иерархия:

Последовательность калибровок, начиная от основы для сравнения и кончая средством измерения, причем в этой последовательности результат каждой калибровки зависит от результата предыдущей калибровки.

VIM 3
«Международный
словарь по
метрологии.
Основные и общие
понятия
и соответствующие
термины»

Виды методик измерений



Калибровка

Калибровка (средств измерений)

Совокупность операций, устанавливающих соотношение между значением величины, полученным с помощью данного средства измерений и соответствующим значением величины, определенным с помощью эталона с целью определения метрологических характеристик этого средства измерений.

РМГ 29-2013

Калибровка

Операция, в ходе которой при заданных условиях на первом этапе устанавливают соотношение между значениями величин с неопределенностями измерений, которые обеспечивают эталоны, и соответствующими показаниями с присущими им неопределенностями, а на втором этапе на основе этой информации устанавливают соотношение, позволяющее получать результат измерения исходя из показания.

VIM 3

Методика калибровки

Методика калибровки средств измерений

Документ, регламентирующий процедуру калибровки средств измерений.

ГОСТ Р 8.879-
2014

Референтная методика измерений

Методика измерений, принятая для получения результатов измерений, которые могут быть использованы для оценки правильности измеренных значений величины, полученных по другим методикам измерений величин того же рода, **а также для калибровки** или для определения характеристик стандартных образцов.

РМГ 29-2013

Нормативные документы

ГОСТ Р 8.879-2014

«Государственная система обеспечения единства измерений. Методики калибровки средств измерений.

Общие требования к содержанию и изложению».

3.1 По назначению методики калибровки подразделяются на:

- методики калибровки, предназначенные для калибровки средств измерений, относящихся к одной или нескольким **группам** средств измерений;
- методики калибровки, предназначенные для калибровки средств измерений одного или нескольких **типов** средств измерений;
- методики калибровки, предназначенные для калибровки единичных экземпляров средств измерений.

Нормативные документы

ГОСТ Р 8.879-2014

«Государственная система обеспечения единства измерений. Методики калибровки средств измерений.

Общие требования к содержанию и изложению».

3.2 Документ, регламентирующий методику калибровки, может быть представлен в виде:

- международного, регионального, межгосударственного или соответствующего стандарта;
- специального раздела эксплуатационной документации средств измерений;
- документа, оформленного в качестве рекомендаций, утвержденных государственным научным метрологическим институтом;
- документа, утверждаемого руководителем предприятия – разработчика методики калибровки;
- документа, утверждаемого руководителем предприятия, применяющего методику калибровки.

Методика калибровки, должна содержать:

ГОСТ Р 8.879-2014

**«Государственная система обеспечения
единства измерений. Методики
калибровки средств измерений.
Общие требования к содержанию и
изложению».**

РМГ 120-2013

**«Государственная система обеспечения
единства измерений. Общие
требования к выполнению
калибровочных работ».**

- а) титульный лист;
- б) соответствующую идентификацию: наименование, номер, сведения о разработчике;
- в) указания об области распространения (назначении) методики калибровки (**указание группы (групп), типа (типов) средств измерений**, для калибровки которых данная методика предназначена), **сведения о метрологических характеристиках** средств измерений, действительные значения которых подлежат определению в процессе калибровки;
- г) нормативные ссылки;
- д) термины и определения;
- е) перечень средств калибровки и вспомогательного оборудования, необходимых для проведения калибровки, с указанием требований к их техническим и метрологическим характеристикам, включая требования к обеспечению прослеживаемости измерений;
- ж) сведения об условиях окружающей среды и необходимом периоде стабилизации для оборудования;
- и) описание процедуры калибровки, включая
- к) процедуру обработки результатов измерений;
- л) **указание о неопределенности** (в том числе целевой) или процедуру оценки неопределенности измерений при калибровке.
- м) процедуру оценки соответствия (если необходимо)
- н) описание оформления результатов калибровки;
- о) приложение с формой протокола калибровки

Протоколы калибровки

РМГ 120-2013

«Государственная система обеспечения единства измерений. Общие требования к выполнению калибровочных работ»

4.16.2 При оформлении протокола калибровки особое внимание следует уделять указанию сведений:

- о применяемых средствах калибровки;
- об особенностях калибруемого средства измерений, которые могли повлиять на результаты измерений;
- об условиях проведения калибровки;
- о порядке обработки результатов наблюдений.

Протоколы калибровки

РМГ 120-2013

**«Государственная система
обеспечения единства измерений.
Общие требования к выполнению
калибровочных работ»**

Форма протокола должна предусматривать подпись калибровщика, и, в случае необходимости, визирование представителем заказчика калибровки.

4.17 Раздел «Оформление результатов калибровки» должен содержать исчерпывающий перечень сведений о регистрации, хранении, оформлении промежуточных и окончательных данных, получаемых в результате калибровки.

Важные моменты



Требования ISO 17025

п. 7.2.1.5

До внедрения методов в работу лаборатория должна подтвердить, что она может надлежащим образом применять выбранные методы, обеспечивая требуемое исполнение. Записи о верификации должны сохраняться. Если изменения в метод были внесены организацией-разработчиком, то верификация должна быть проведена повторно в необходимом объеме.

п. 7.2.2.1

Лаборатория должна проводить валидацию нестандартных методов, методов, разработанных лабораторией, и стандартных методов, используемых за пределами их области применения или каким-либо иным образом модифицированных. Валидация должна быть настолько полной, насколько это необходимо, чтобы отвечать потребностям данного применения или области применения.

Валидация

Валидация метода

Процесс определения аналитических требований и подтверждения соответствия рассматриваемой методики ее целевому назначению. Неотъемлемой частью является оценка рабочих характеристик метода. Важно сделать заключение о пригодности методики...

Eurachem Guide:
The Fitness for Purpose
of Analytical Methods –
A Laboratory Guide to
Method Validation and
Related Topics

Валидация

Верификация, при которой установленные требования связаны с предполагаемым использованием.

VIM 3

Верификация

Лаборатория может внедрить методику, прошедшую валидацию, которая, например, опубликована в качестве стандарта, или же приобрести полную измерительную систему, предназначенную для конкретного применения, у коммерческого производителя. В обоих случаях основная **работа по валидации уже выполнена**, однако лаборатория должна подтвердить свою способность использовать данную методику. Это и есть **верификация**.

Верификация – предоставление объективных свидетельств того, что данный объект полностью удовлетворяет установленным требованиям.

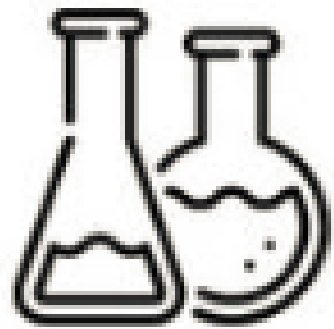
Eurachem Guide:

The Fitness for Purpose of Analytical Methods – A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics

VIM 3

Валидация

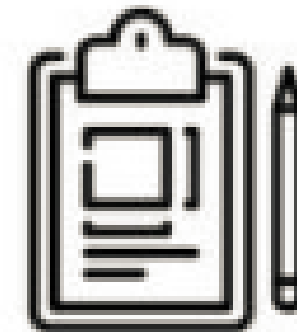
Лаборатории
нужна методика



Лаборатории
создаёт методику



Лаборатория
подтверждает пригодность методики
для использования
в поставленных целях



Результат:
валидированная методика
с отчётом

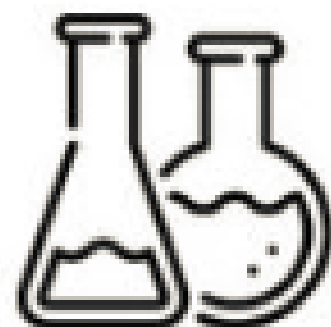


Верификация

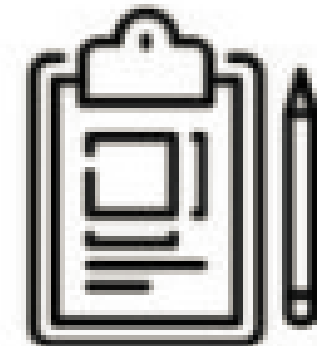
Существует
валидированная
методика



Лаборатория
хочет её применять



Лаборатория
подтверждает, что может получать
достоверные результаты
по этой валидированной методике



Результат:
применение
валидированной методики
и отчёт о верификации



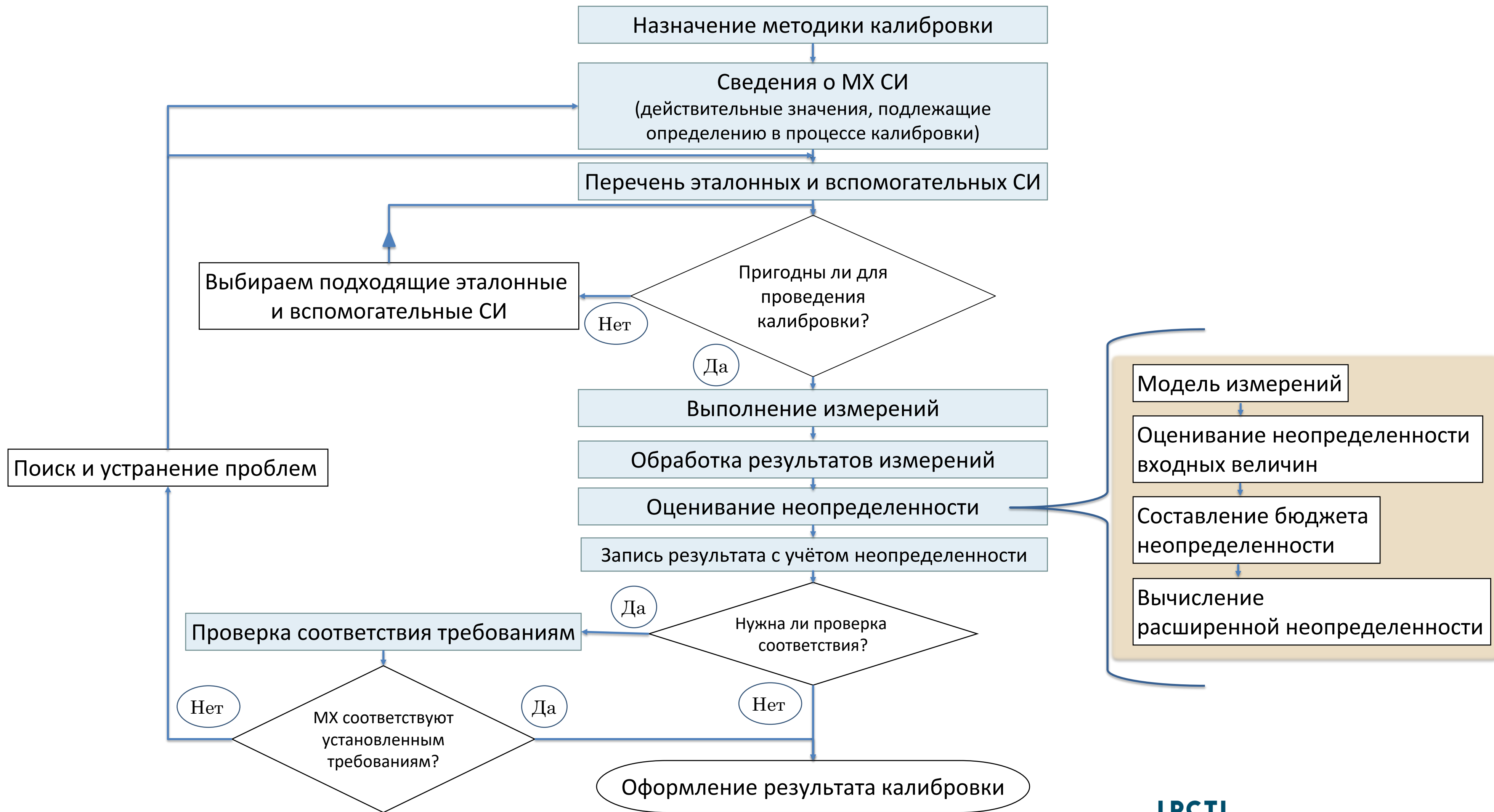


Рисунок 1 – процесс валидации методик калибровки

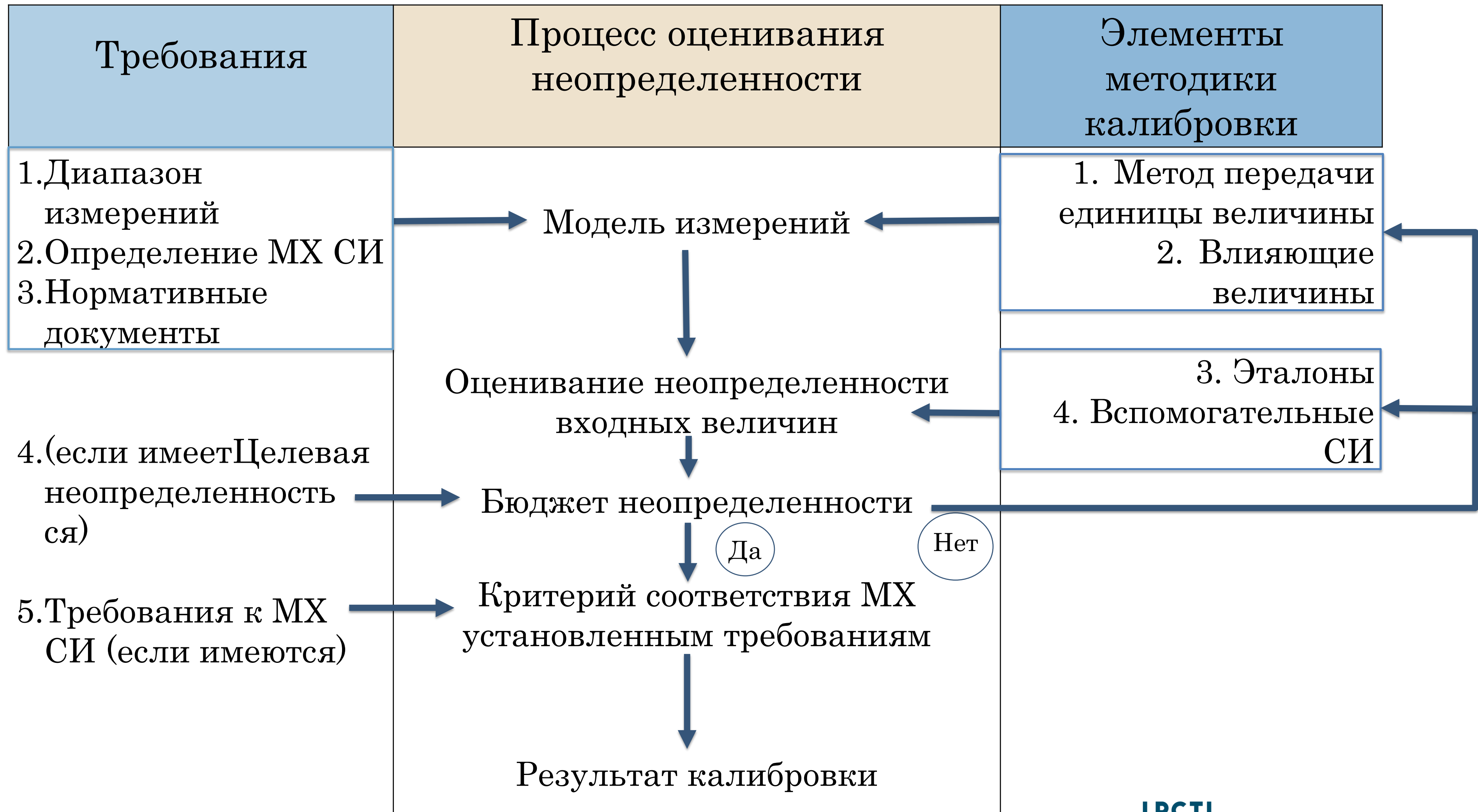


Рисунок 2- Связь неопределенности с требованиями и элементами методики калибровки

Целевая неопределенность измерения

Целевая неопределенность измерений

Неопределенность измерений, заранее установленная как верхний предел и принятая исходя из предполагаемого использования результатов измерений

VIM 3,
РМГ 29-2013

ILAC Policy for Measurement Uncertainty in Calibration

Политика ILAC в отношении неопределенности при калибровках

Обычно результат измерений включает измеренное значение величины y и связанную с ним расширенную неопределенность U .

В сертификатах калибровки результат измерения должен быть представлен в виде $y \pm U$ вместе с единицами измерений для y и U . Может представлять результат измерения в виде таблицы и, при необходимости может также быть представлена относительная расширенная неопределенность $U/|y|$. В сертификате калибровки должны указываться коэффициент охвата и вероятность охвата. К этому должно быть добавлено пояснение, примерно следующего содержания:

Указанная расширенная неопределенность измерений устанавливается, как стандартная неопределенность измерений $u(y)$, умноженная на коэффициент охвата k , такой, что вероятность охвата соответствует приблизительно 95%

$$U_{0,95}(y) = u(y) \cdot k$$

ILAC Policy for Measurement Uncertainty in Calibration

Политика ILAC в отношении неопределенности при калибровках

Не должно быть двусмысленности в выражении СМС в области аккредитации и, следовательно, наименьшей неопределенности измерений, которая может быть достигнута лабораторией в ходе выполнения калибровки или измерений. Если измеряемая величина охватывает значение или диапазон значений, должен применяться один или несколько из следующих методов выражения неопределенности измерения:

Открытые интервалы ((пример 1) « $0 < U < x$ » или (пример 2) для интервала сопротивления от 1 до 100 Ом, неопределенность, указанная как «менее 2 мкОм / Ом») не допускаются в выражениях СМС.

- a) Отдельное значение, которое действительно по всему диапазону измерений;
- b) Диапазон измерений. В таком случае калибровочной лаборатории необходимо иметь соответствующее предположение для интерполяции, чтобы найти неопределенность на промежуточных значениях;
- c) Явная функция измеряемой величины или параметра;
- d) Матрица, где значения неопределенности зависят от значений измеряемой величины и дополнительных параметров;
- e) Графическое представление, обеспечивающее разрешающую способность на каждой оси координат с целью получения, по меньшей мере, двух значащих цифр для неопределенности.

Протокол валидации методики калибровки

Протокол валидации должен содержать всю необходимую информацию, достаточную для подтверждения пригодности использования данной методики калибровки заданным целям.

- Информация о методике (обозначение, наименование, разработчик, назначение);
- Требования к определяемым характеристикам и неопределенности измерений;
- Результаты экспериментального определения характеристик;
- Оценивание неопределенности измерения (модель уравнения, уравнение расчета неопределенности, бюджет неопределенности);
- Проверка соответствия требованиям;
- Вывод о пригодности методики калибровки.

Протокол валидации методики калибровки. Анализаторы

$$\Delta = Y - Y_0$$

Таблица 1- Требования к определяемым характеристикам объекта калибровки и неопределённости измерений

| Объект калибровки | Определяемая характеристика | Требования к значениям определяемой метрологической характеристике | Расширенная неопределённость измерений («целевая») | Примечание |
|--|-----------------------------|--|--|------------|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Анализатор растворенных газов в трансформаторном масле | Δ % | 0,021% | Из области аккредитации 0,014 % | |

Протокол валидации методики калибровки. Анализаторы

$$\Delta = Y - Y_0$$

Таблица 2- Результаты экспериментального определения характеристик

| Определяемая характеристика | Метод (раздел документа) | Результаты измерений и вычислений | Расширенная неопределенность | Дата, исполнитель |
|-----------------------------|--------------------------|-----------------------------------|------------------------------|---------------------------|
| Δ % | п.6.3 | 0,006 % | 0,014 % | 14.10.2020 Иванов И.И. |

Протокол валидации методики калибровки. Анализаторы

$$\Delta = Y - Y_0$$

Таблица 3- Бюджет неопределенности измерений

| Входная (влияющая) величина и единица | Значение или интервал | Стандартная неопределённость, единица или % | Тип оценки | Вид распределения | Коэффициент чувствительности | Вклад в неопределённость | Процентный вклад |
|---------------------------------------|-----------------------|---|------------|-------------------|------------------------------|--------------------------|------------------|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| Y | 0,107 % | 0,0015 % | A | Нормальное | 1 | 0,0015 % | 23% |
| Y_0 | 0,113 % | 0,0050 % | B | Нормальное | 1 | 0,0050 % | 77% |
| Выходная величина Δ | 0,006 % | Суммарная стандартная неопределенность = 0,0052 % | | | | | 100% |

Расширенная неопределенность $U_{0,95}(\Delta) = k \cdot 0,0052 \% = 0,0104 \%$

Результат калибровки = $\Delta_{rel} \pm U_{rel,0,95}(\Delta) = 0,006\% \pm 0,0104\%$

Протокол валидации методики калибровки. Анализаторы

Таблица 4- Проверка соответствия требованиям

| Определяемая характеристика | Значение характеристики | | | Неопределённость | | | Примечание |
|-----------------------------|-------------------------|----------|----------------------|------------------|----------|----------------------|------------|
| | Треб. | Получено | Вывод о соответствии | Треб. | Получено | Вывод о соответствии | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| Δ % | 0,021% | 0,006% | Соответствует | 0,0140% | 0,0104% | Соответствует | |

$$|\Delta| + U_{0,95}(\Delta) < \Delta_{lim} \quad \text{или}$$

$$0,006\% + 0,0104\% < 0,021\%$$

$$\begin{cases} |\Delta| \leq \Delta_{lim} \\ U_{0,95}(\Delta) \leq \frac{\Delta_{lim}}{q} \end{cases}$$

q - часто выбирается равным 3, чтобы оптимизировать влияние неопределенности измерения на решение (OIML G 19, п.5.3.4)



ВНИИМ

ФГУП "Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И.Менделеева"

**СПАСИБО
ЗА ВНИМАНИЕ!**

www.vniim.ru

PCT