

ПРОВЕДЕНИЕ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ В РАМКАХ ЦЕЛЕВЫХ ПРОВЕРОК ДЕЯТЕЛЬНОСТИ ИСПЫТАТЕЛЬНЫХ ЛАБОРАТОРИЙ ПРИ ГОСУДАРСТВЕННОМ МЕТРОЛОГИЧЕСКОМ НАДЗОРЕ

О.Б.Пономарева
Уральский НИИ метрологии
620219, Екатеринбург, Красноармейская, 4

Поступила в редакцию 22 сентября 2000 г.

В статье в кратком виде описываются межлабораторные сравнительные испытания, проведенные в 1999 году среди аккредитованных испытательных лабораторий в рамках государственного метрологического надзора, и работы, проводимые в этом направлении в 2000 году.

Для проведения эффективного государственного надзора чрезвычайно важно дополнение частных оценок качества работ лабораторий, регламентируемых ПР 50.2.002-94 [1], методами экспериментальной проверки качества испытаний, при этом использование межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ) является наиболее эффективным и экономичным методом проведения такой оценки.

Во исполнение п.15 «Плана мероприятий на 1999-2000 гг. по совершенствованию метрологического обеспечения сертификационных испытаний пищевых продуктов и продовольственного сырья», утвержденного постановлением Коллегии Госстандарта России №6 от 31 марта 1999 г., в 1999 г. была осуществлена целевая проверка качества метрологического обеспечения сертификационных испытаний, проведенная в рамках государственного контроля и надзора (далее – целевая проверка), включавшая экспериментальную проверку качества испытаний образца для контроля (ОК) водки в испытательных лабораториях (ИЛ) на территории Российской Федерации.

Пономарева Ольга Борисовна – старший научный сотрудник Уральского НИИ метрологии.

Область научных интересов: метрологическое обеспечение аналитического контроля, разработка методов внутреннего и внешнего контроля точности результатов измерений, аккредитация лабораторий.

Автор более 40 печатных работ.

Объектом целевой проверки являлась деятельность аккредитованных испытательных лабораторий, осуществляющих сертификационные испытания пищевых продуктов и продовольственного сырья (ПП и

ПС).

Цель проверки - выполнение метрологических требований, правил и норм при осуществлении сертификационных испытаний ПП и ПС в аккредитованных лабораториях.

Особенностью целевой проверки являлось проведение экспериментальной проверки качества испытаний ПП и ПС с использованием межлабораторного эксперимента.

При этом по предложению органов государственной метрологической службы (ОГМС) в качестве объекта для проведения экспериментальной проверки была выбрана водка, а в качестве анализируемых показателей - альдегиды, сивушные масла и метиловый спирт.

Был создан ОК состава водки, однородного и стабильного состава, аттестованный по процедуре приготовления.

Для оценки качества результатов экспериментальной проверки в отдельно взятой лаборатории был выбран алгоритм оперативного контроля точности с применением образца для контроля в соответствии с МИ 2335-95 [2].

ОГМС в ходе проведения целевой проверки передавали в ИЛ на анализ ОК состава водки в шифрованном виде вместе с инструкцией по его применению, получали от ИЛ протоколы результатов испытаний¹ и отправляли их в УНИИМ, который, в свою очередь, обрабатывал результаты эксперимента и представлял в ОГМС и в Госстандарт России выводы об оценке качества полученных результатов испытаний.

Учитывая, что Правилами по сертификации ПП и ПС [3] для выбранных объектов и показателей допущены к применению ГОСТ 5363-93 [4] (фотометрический метод измерений) и ГОСТ 30536-97 [5] (газохроматографический метод измерений), при проведении экспериментальной проверки было предусмотрено использование указанных методов.

Оценка качества результатов испытаний при проведении экспериментальной проверки осуществлялась путем сопоставления статистических оценок характеристик погрешности результатов испытаний ОК с нормативами контроля, расчет которых проводят на основе характеристик погрешности, заданных в нормативных документах (НД) на методы испытаний.

К сожалению, в использованных НД на методы испытаний (ГОСТ 5363-93 и ГОСТ 30536-97) характеристика погрешности не регламентирована

(в ГОСТ 5363-93 приведен только норматив оперативного контроля сходимости в виде допускаемого отклонения результатов параллельных определений от их среднего значения², а в ГОСТ 30536-97 приведен, кроме указанного норматива, лишь норматив оперативного контроля воспроизводимости в виде допускаемого отклонения результатов измерений от их среднего значения). В связи с этим стояла задача установить допустимые (экспертные) значения характеристик погрешности для оценивания качества результатов, полученных в эксперименте. Значения характеристик погрешности были рассчитаны исходя из общей практики аналитического контроля применительно к методикам, метрологический уровень которых представляется допустимым, а также исходя из реальных значений оценок характеристик погрешности, полученных в ходе эксперимента. При этом были приняты следующие допущения: для обоих используемых методов характеристика систематической составляющей погрешности равна характеристике случайной составляющей погрешности; для фотометрического метода – характеристика случайной составляющей погрешности (характеристика воспроизводимости) равна $2,5\sigma_{\text{ок}}$, где $\sigma_{\text{ок}} = d'/1,39$ (d' – норматив оперативного контроля сходимости, $\sigma_{\text{ок}}$ – характеристика составляющей случайной составляющей погрешности – характеристика сходимости). Установленные значения характеристик погрешности для использованных методов анализа приведены в табл. 1.

Таблица 1

Установленные значения характеристики погрешности (для методик выполнения измерений содержания токсичных микропримесей в водке), использованные для определения нормативов контроля при проведении экспериментальной проверки в 1999 году

Определяемый показатель	Аттестованное значение ОК (в пересчете на безводный спирт)	Принятое значение характеристики погрешности, δ , %	
		Для газохроматографического метода по ГОСТ 30563-97	Для фотометрического метода по ГОСТ 5363-93
Альдегиды	5,0 мг/дм ³	33	21
Сивушные масла	3,5 мг/дм ³	33	21
Метиловый спирт	0,04 % (по объему)	25	21

Анализ обобщенных результатов целевой проверки, их детальное рассмотрение на совещании в Управлении региональной политики и государ-

ственного надзора Госстандарта России выявили недостаточный уровень качества проводимых испытаний в испытательных лабораториях

¹ В ходе экспериментальной проверки ОГМС проверяли соблюдение всех требований нормативного документа на методы испытаний, включая проверку соответствия средств измерений, испытательного оборудования, используемых реактивов, материалов, процедуры выполнения испытаний установленным требованиям, корректность построения и контроля стабильности градуировочных графиков, соблюдение требований к обеспечению точности измерений, проводимых при испытаниях ОК, соблюдение техники лабораторных работ, правильности выполнения расчетов.

² Изменение №2 ГОСТ 5363-93, в котором указана характеристика погрешности для метода определения объемной доли метилового спирта в водке, вышло после установления характеристик погрешности для использованных методов анализа.

(см. табл. 2) и показали настоятельную необходимость введения более жестких требований к проведению государственного контроля и надзора за соблюдением обязательных требований государственных стандартов, правил обязательной сертификации и соблюдением метрологических правил и норм с целью обеспечения достоверности результатов сертификационных испытаний и повышения на этой основе доверия потребителей

к качеству производимой продукции. При этом одним из основных элементов повышения качества государственного контроля и надзора является внедрение в практику деятельности государственных контрольных органов обоснованных методов экспериментальной проверки качества результатов испытаний с использованием ОК в зашифрованном виде.

Таблица 2

Обобщенные результаты обработки экспериментальных данных, полученных в 1999 году лабораториями – участниками целевой проверки при определении содержания токсичных микропримесей в образце для контроля состава водки

Определяемый показатель	Аттестованное значение, С (в пересчете на безводный спирт)	Количество лабораторий, использовавших газохроматографический метод анализа по ГОСТ 30563-97		Количество лабораторий, использовавших фотометрический метод анализа по ГОСТ 5363-93	
		Всего	Получивших неудовлетворительные результаты	Всего	Получивших неудовлетворительные результаты
Альдегиды	5.0 мг/дм ³	13	5	26	18
Сивушные масла	3.5 мг/дм ³	13	2	26	9
Метиловый спирт	0,04 % (по объему)	17	4	24	11

В 2000 г. организовано проведение целевых проверок, включая организацию экспериментальной проверки качества проведения испытаний:

- в клинико-диагностических лабораториях МЗ РФ (определение биохимических показателей сыворотки крови);

- в аккредитованных ИЛ пищевой продукции, в том числе в ИЛ, показавших неудовлетворительные результаты при их экспериментальной проверке в 1999 году (определение показателей безопасности и качества алкогольной продукции);

- в ИЛ, занимающихся анализом питьевой воды (определение показателей качества питьевой воды);

- в ИЛ нефтеперерабатывающих заводов, неф-

тебаз, нефтяных инспекций (определение показателей качества бензина).

Работа по проведению целевых проверок осуществляется аналогично работам прошлого года в соответствии с техническими заданиями на проведение целевых проверок, разработанными в установленном порядке.

Обобщенные результаты проверок будут представлены ОГМС, доведены до сведения Госстандарта России. На основе результатов проверок будут сделаны выводы о качестве работы отдельных лабораторий, на основе обобщенных результатов – осуществлены мероприятия по совершенствованию процедуры государственного надзора, осуществляемого Госстандартом России.

ЛИТЕРАТУРА

1. ПР 50.2.002-94. ГСИ. Порядок осуществления государственного метрологического надзора за выпуском, состоянием и применением средств измерений, аттестованными методиками выполнения измерений, эталонами и соблюдением метрологических правил и норм. Москва, 1994. 16 с.
2. МИ 2335 – 95. Рекомендации. ГСИ. Внутривлабораторный контроль качества результатов количественного химического анализа. Екатеринбург, 1997. 48 с.
3. Система сертификации ГОСТ Р. Правила проведе-

ния сертификации пищевых продуктов и продовольственного сырья (рег. № РОСС RU.0001.01ПО00). Москва, 1999. 184 с.

4. ГОСТ 5363-93. Водка. Правила приемки и методы анализа (переиздание с изм. №1). М.: Изд-во стандартов, 1998. 19 с.

5. ГОСТ 30536-97. Водка и спирт этиловый. Газохроматографический метод определения содержания токсичных микропримесей. М.: Изд-во стандартов, 1998. 8 с.

* * * * *