

ИЛАК-G12:2000
Руководство по оценке
компетентности
производителей стандартных образцов.

ILAC-G12:2000
Guidelines for the Requirements for the Competence of
Reference Materials Producers

Перевод ААЦ «Аналитика»

СОДЕРЖАНИЕ.

ВВЕДЕНИЕ		3
ЦЕЛЬ		4
АВТОРСТВО		4
1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ		5
1.1	Область распространения	5
1.2	Ссылки	5
1.3	Определения	6
2 ТРЕБОВАНИЯ К СИСТЕМЕ МЕНЕДЖМЕНТА		6
2.1	Система Менеджмента Качества	6
2.2	Организация и менеджмент	8
2.3	Управление документами и информацией	8
2.4	Анализ запросов, тендеров и контрактов	9
2.5	Привлечение соисполнителей (субподрядчиков)	9
2.6	Приобретение услуг и материальных запасов	10
2.7	Обратная связь с клиентом	10
2.8	Управление несоответствующими СО	10
2.9	Корректирующие действия	11
2.10	Предупреждающие действия	11
2.11	Записи	12
2.12	Внутренний аудит	12
2.13	Анализ со стороны руководства	13
3 ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ		13
3.0	Общие положения	13
3.1	Управление, подбор персонала и обучение	14
3.2	Лаборатория производителя	14
3.3	Соисполнители	15
3.4	Планирование производства	15
3.5	Контроль производства	16
3.6	Условия окружающей среды	16
3.7	Приготовление материала	17
3.8	Оценка однородности и стабильности	18
3.9	Методы измерения	19
3.10	Измерительное оборудование	19
3.11	Прослеживаемость	20
3.12	Процедуры характеристики СО	21
3.13	Установление значений характеристик и их неопределенностей	22
3.14	Сертификаты и информация для потребителя	23
3.15	Обработка и хранение материалов	23
3.16	Упаковка	24
3.17	Маркировка и отправка	24
3.18	Внутренние записи и отчеты	24
3.19	Обслуживание после поставки	25
ПРИЛОЖЕНИЕ А БИБЛИОГРАФИЯ		26
ПРИЛОЖЕНИЕ В КАТЕГОРИИ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ		27
ПРИЛОЖЕНИЕ С ПЕРЕКРЕСТНЫЕ ССЫЛКИ С ISO 9000, РУКОВОДСТВОМ ISO 34 И ISO/IEC 17025		38
ПРИЛОЖЕНИЕ D СОДЕРЖАНИЕ СЕРТИФИКАТОВ, НА СО		39
ПРИЛОЖЕНИЕ E ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТЬ ИЗМЕРЕНИЙ		42

ВВЕДЕНИЕ

Одним из ключевых факторов, влияющих на способность лабораторий получать надежные данные испытаний, является доступность стандартных образцов, на значения характеристик которых пользователь может положиться. Чтобы повысить доверие к надежности стандартных образцов (СО), международными организациями (такими как ISO/REMCO) был подготовлен ряд руководств, одним из которых явилось Руководство ISO 34:1996 «Руководство по системе качества для производства стандартных образцов».

Данное Руководство было разработано для оценки компетентности производителей стандартных образцов с целью возможного последующего установления принятых на международном уровне критериев.

Это Руководство было разработано на основе следующих основных принципов:

а) Оно распространяется как на производителей СО, так и на производителей аттестованных СО (см. Руководство ISO 30:1992). Дополнительные требования установлены для производителей аттестованных СО (АСО), потому что, по определению, такие СО требуют аттестованного значения их характеристик, имеющего прослеживаемость к эталонам единиц, в которых они выражены и также требуют, чтобы каждому аттестованному значению приписывалась неопределенность с установленным уровнем доверительной вероятности.

б) Существует много различных условий для производства и характеристики¹ и установления значений характеристик СО. Эти этапы, необходимые для получения СО, могут выполняться как одной организацией, так и несколькими, выполняющими отдельные функции. Эти этапы могут включать, например, планирование; приготовление материала; оценку однородности и стабильности; испытание (соответствующей компетентной лабораторией); установление значений характеристик и их неопределенностей; упаковку, маркировку, и распределение (дистрибуцию) СО.

Руководство ISO 30:1992 определяет сертифицирующий орган как: “Технически компетентный орган (организация или фирма, общественный или частный), который выдает сертификат на СО, который обеспечивает информацию, описанную в Руководстве ISO 31.”

Руководство 30 также отмечает что: “Это [сертифицирующая орган] может быть та же самая или другая, что и выпускающая организация (то есть, организация, от которой СО поступают) и орган испытания (то есть, организация, которая выполнила измерения, ведущие к сертификации)”.

Для целей этого Руководства под производителем СО понимается организация, которая является ответственной за поставку СО (обоих типов) и авторизацию данных, сопровождающих СО, либо в форме сертификата (для АСО) или в любой другой форме представления значений характеристики (для СО).

Примечание: Руководство ISO 30 дает только определение “производитель аттестованных стандартных образцов”. Поэтому, для данного Руководства используется более общее определение “производитель стандартных образцов”. (См. определение 1.3.1).

Организация, которая является ответственной за поставку СО, должна гарантировать, что все этапы, ведущие к такой поставке, выполнены квалифицированно, независимо от того, выполнены

12.12.2011_____

¹ В отечественной практике термин «Характеризация» не применяется, аналоги данного термина «определение характеристик, установление характеристик, описание свойств»

ли эти этапы непосредственно производителем или с привлечением субподрядчиков. Субподрядчики определяются как соисполнители в Руководстве ISO34.

Соответственно, организация - производитель (и любые субподрядные организации, которые она привлекает) должна быть оценена с целью подтверждения ее компетентности в поставке СО с установленными значениями характеристик в соответствии с данным Руководством.

с) Данное Руководство основано на существующих Руководствах ISO относящихся к производству, характеристизации и использованию СО и на соответствующих элементах ISO/IEC 17025 (1999), применимых к испытаниям и измерениям, относящихся к установлению значений характеристик СО. Дополнительно, соответствующие элементы ISO 9000 включены в Руководство, чтобы устранить необходимость для отдельного признания производителя СО в соответствии с ISO 9000.

Соответственно, это Руководство было подготовлено в двух направлениях, охватывающих, соответственно:

- (1) Требования Системы Менеджмента и
- (2) Технические Требования.

Производители, как ожидается, для достижения и подтверждения компетентности выполняют как требования к системе менеджмента, так и технические требования.

d) Процесс оценки соответствия данному Руководству предполагает задействование комиссии, включающей как технических экспертов так и штатных сотрудников, например, органа по аккредитации. Если производитель СО - лаборатория, оценка согласно данному Руководству может быть сделана органом по аккредитации лабораторий совместно с аккредитацией согласно ISO/IEC 17025. В другом случае, оценка органом по сертификации продукции, аккредитованным для этой цели, может оказаться более уместной.

Примечание: Данное Руководство не исключает процесс аккредитации калибровочных лабораторий по ISO/IEC 17025 для установления значений СО (являющихся артефактами).

e) Формальное признание производителя СО представляется в терминах определенных категорий СО, которые описывают определенные типы СО, которые претендент признается компетентным производить. Область аккредитации обычно оговаривается с каждым производителем. Различия сделаны в областях аккредитации между поставкой СО и аттестованных СО.

ЦЕЛЬ

Данное Руководство было разработано для оценки компетентности производителей стандартных образцов с целью возможного последующего установления принятых на международном уровне критериев.

АВТОРСТВО

Данное издание было подготовлено Комитетом ILAC по техническим вопросам аккредитации и утверждено для печати решением Генеральной Ассамблеи ILAC в 1999.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1 Область распространения

Данное Руководство излагает критерии, которые производитель (и привлеченные соисполнители) должен выполнить, чтобы быть признанным компетентным в сфере поставок определенных типов СО с установленными значениями характеристик.

1.1.1 Ответственность за то, что все требования к компетентности (то есть, и технические и системы менеджмента) выполнены самим производителем и всеми привлеченными соисполнителями, лежит на производителе СО.

1.1.2 Признано, что может иметься ряд альтернативных методов, используемых производителем, чтобы выполнить требования данного Руководства. Документ содержит *Примечания*, которые дают информацию относительно возможных вариантов действий. Такие *Примечания* не являются неотъемлемой частью Руководства.

1.1.3 Там, где разделы данного Руководства содержат существующие требования соответствующих Руководств ISO или ISO 9000:1994, на них даны перекрёстные ссылки в Приложении (С).

1.1.4 Как полагают, производители, выполняющие требования данного Руководства, выполняют также соответствующие требования стандартов серии ISO 9000:1994 для поставки определенных типов СО. Известно, что некоторые производители не осуществляют непосредственно поставки своих СО, но осуществляют их через отдельных дистрибьюторов, и в таких случаях некоторые элементы ISO9000 на них не распространяются.

1.2 Ссылки

ISO/IEC 17025:2000, Общие требования к компетентности калибровочных и испытательных лабораторий.

Руководство ISO 30:1992, Термины и определения, используемые в связи со стандартными образцами.

Руководство ISO 31:1986 (пересматривается), Содержание сертификатов стандартных образцов.

Руководство ISO 34:1996 (пересматривается), Руководство по системам качества для производства стандартных образцов.

Руководство ISO 35:1989 (пересматривается), Сертификация стандартных образцов - Основные и статистические принципы.

Руководство ISO/IEC 65: 1999, Общие требования к органам, применяющим системы сертификации продукции.

ISO 9000 series:1994, Стандарты по менеджменту качества и обеспечению качества.

Руководство ISO по выражению неопределенности измерений (1993).

VIM:1993, (пересматривается) Международный словарь основных и общих терминов в метрологии (выпущенный BIPM, IEC, ISO и OIML).

EURACHEM документ 1995: (пересматривается Eurachem и CITAC). Определение неопределенности Аналитического Измерения.

Руководства Европейской Комиссии для производства и сертификации стандартных образцов : 1997, Документ BCR/01/97 Часть А.

1.3 Определения

Для целей данного Руководства применяются следующие определения дополнительно к описанным в Руководстве ISO30:1992, ISO/IEC 17025:2000 и VIM:1993.

1.3.1 Производитель стандартных образцов

Технически компетентный орган (организация или фирма, общественный или частный) ответственный за поставку СО или АСО и уполномоченный (авторизованный) определять значения характеристик (свойств) СО или АСО.

Другие определения, касающиеся этого документа:

1.3.2 Аккредитация

Процедура, в соответствии с которой авторитетный орган дает формальное признание, что орган или человек компетентен выполнять определенные задачи. [Руководство ISO/IEC 2:1996].

1.3.3 Соисполнители (субподрядчики)

Технически компетентный орган (организация или фирма, общественный или частный), который выполняет этапы изготовления или характеристики СО от имени производителя СО, как на договорной, так и на добровольной основе. [Основано на Руководстве ISO 34:1996].

1.3.4 Аттестованный стандартный образец (АСО)

Стандартный образец, сопровождаемый сертификатом, одно или более значений характеристик которого заверено (аттестовано) в соответствии с процедурой, предписанной Руководством по оценке компетентности производителей СО, которая устанавливает его прослеживаемость к эталонам единицы, в который выражены значения характеристик, и для которого каждому заверенному (аттестованному) значению приписана неопределенность с установленной доверительной вероятностью. (Руководство ISO 30:1992).

1.3.5 Стандартные образцы (СО)

Материал или вещество, одно или более значений характеристик которого являются достаточно однородными и достаточно точно установлены, чтобы использоваться для калибровки оборудования, оценки метода измерения или установления значения характеристик материалов. (Руководство ISO 30:1992)

2 ТРЕБОВАНИЯ К СИСТЕМАМ МЕНЕДЖМЕНТА

2.1 Система Менеджмента Качества

2.1.1 Производитель СО должен разработать, внедрить и поддерживать систему менеджмента качества, соответствующую его сфере деятельности, с учетом типа, формы и объема производства СО.

2.1.2 Производитель СО должен определить и документировать свои политику, цели и обязательства по обеспечению и поддержанию качества всех этапов производства СО, включая качество *исходного* материала (например, однородность и стабильность), характеристику (например, калибровка оборудования и валидация метода измерения), установление значений характеристик

(например, использование соответствующих статистических процедур) и обработка материала, хранение и транспортировка.

Политика в области качества должна включать изучение характеристики привлекаемых лабораторий, которые работают и являются компетентными в соответствующей области измерений. Политика должна также включать обязательство производить СО, которые подходят под определения Руководства ISO 30 и чьи значения характеристик оценены, с использованием принятых статистических методов. (См. Примечание ниже). Политика должна включать обязательство выполнять требования Руководства ISO 31:1986 для содержания сертификатов (паспортов) СО и предоставления связанной с этим информации для пользователей. Политика должна также определить область применения поставляемых материалов и должна гарантировать, что клиенты полностью проконсультированы организацией-производителем.

Примечание: Руководство ISO 35:1989 «Аттестация стандартных образцов - Основные и статистические принципы» дает некоторое руководство и библиографию, охватывающую возможные методы для установления значений характеристик. Руководство 35, однако, в настоящее время пересматривается. Другим источником руководства по этой теме служит Документ Европейской Комиссии BCR/01/97 Часть А, «Руководство для производства и сертификации BCR стандартных образцов».

2.1.3 Производитель СО должен разработать и поддерживать документированную систему качества соответствующую типу, форме и объему производства СО, чтобы гарантировать, что производимые СО соответствуют определенным требованиям.

Чтобы удовлетворять соответствующим требованиям ISO/IEC 17025:2000 и серии стандартов ISO 9000:1994 к системам качества, производитель должен иметь систему качества, которая, в частности, охватывает следующее:

- a) условия, обеспечивающие надлежащий выбор исходного материала СО (например, матрица образца, размер частиц, диапазон концентраций);
- b) процедуры приготовления материала;
- c) оценку и количественное определение требуемой степени однородности СО;
- d) оценку стабильности СО, включая мониторинг стабильности там, где это необходимо;
- e) процедуры для проведения характеристики;
- f) практическую реализацию прослеживаемости к национальным или международным стандартам измерения (эталонам);
- g) установление значений характеристик, включая подготовку сертификатов или деклараций в соответствии с Руководством ISO 31, когда это подходит;
- h) обеспечение подходящих средств производства;
- i) меры для обеспечения надлежащих средств для идентификации, маркировки и упаковки, а также процессов упаковки и поставки и обслуживания заказчиков.

2.1.4 Документированная система должна определять, какие действия выполняет производитель и какие действия выполняют соисполнители, и должна включать политику и процедуры, используемые производителем, чтобы гарантировать, что все действия, выполняемые соисполнителями, удовлетворяют соответствующим пунктам данного Руководства.

2.1.5 Документированная система качества должна определить роли и обязанности управляющего техническими вопросами и менеджера по качеству, включая их обязанности для обеспечения соответствия данному Руководству.

2.2 Организация и менеджмент

2.2.1. Производитель, или организация частью которой он является, должен иметь статус юридического лица.

2.2.2. Производителю следует:

a) иметь руководящий персонал, имеющий в подчинении технический персонал, обладающий полномочиями и ресурсами, необходимыми для выполнения их обязанностей и определения возникновения отклонений от системы менеджмента качества или процедуры производства СО и инициирования действий для предотвращения или минимизации таких отклонений;

b) создать условия, чтобы гарантировать, что его управление и персонал свободны от любого коммерческого, финансового и другого внутреннего и внешнего давления, которое может неблагоприятно воздействовать на качество их работы;

c) иметь политику и процедуры, которые гарантируют защиту конфиденциальной информации и прав собственности его клиентов;

d) иметь политику и процедуры, позволяющие избежать участия в любых действиях, которые могут снизить доверие к его компетентности, беспристрастности, суждению или честности в рабочих вопросах;

e) определить, при помощи организационных карт, организационную и управленческую структуру производителя, его место в головной организации (*если он является подразделением организации*), и отношения между руководством, техническим персоналом, службами поддержки, соисполнителями и персоналом в рамках системы менеджмента качества;

f) определить ответственность, полномочия и взаимосвязи всего персонала, который управляет, исполняет или проверяет работу, оказывающую влияние на качество производства СО;

g) иметь техническое руководство, которое несет полную ответственность за технические действия и ресурсы, необходимые для того, чтобы гарантировать требуемое качество процессов производства;

h) назначить штатного менеджера по качеству который, независимо от других функций и обязанностей, должен иметь определенные обязанности и полномочия для обеспечения выполнения требований данного Руководства и постоянного соответствия ему. Менеджер по качеству должен иметь прямую связь с руководителем самого высокого уровня, на котором принимаются решения о политике производства или ресурсах;

i) если возможно, назначить заместителей для ключевого руководящего персонала, таких как управляющий техническими вопросами и менеджер по качеству.

2.3 Управление документами и информацией

2.3.1. Общие принципы

Производитель должен установить и поддерживать процедуры управления всеми документами (и внутренними и внешними) и другой информацией, которая составляет часть его документации по качеству.

2.3.2. Утверждение и выпуск документов

2.3.2.1 Все документы (включая документированные процедуры) выпущенные для персонала как часть системы менеджмента качества должны быть рассмотрены и утверждены для использования уполномоченным персоналом до выпуска. Перечень, содержащий информацию о текущем статусе документов в системе менеджмента качества, должен быть составлен и доступен, чтобы избежать использования недействующих и/или устаревших документов.

2.3.2.2 Принятые процедуры должны также гарантировать что:

a) утвержденные издания соответствующих документов доступны на всех рабочих местах, где выполняются действия, необходимые для эффективного производства СО;

b) документы периодически пересматриваются и, если необходимо, перерабатываются, чтобы гарантировать постоянную пригодность и соответствие действующим требованиям;

c) недействительные или устаревшие документы оперативно удаляются из всех мест выпуска или использования, или применяется иной способ против их непреднамеренного использования;

d) устаревшие документы, сохраненные для или юридической или информационной целей должны быть соответственно отмечены.

2.3.3. Внесение изменений в документы

2.3.3.1 Изменения к документам (включая документированные процедуры) должны быть рассмотрены и утверждены тем же персоналом, который выполнял их первоначальную разработку и утверждение, если не определено иначе. Уполномоченный персонал должен иметь доступ к соответствующей исходной информации, на которой базировались разработка и утверждение. Если возможно изменения должны быть идентифицированы в документе или соответствующих приложениях.

2.4 Анализ запросов, тендеров и контрактов

2.4.1 Каждый запрос, тендер или контракт на производство СО должен быть рассмотрен производителем, чтобы обеспечить уверенность, что:

a) требования верно определены, зарегистрированы и поняты;

b) производитель способен и имеет ресурсы выполнить эти требования;

c) любые различия между требованиями, изложенными в контракте, и требованиями тендера разрешены.

2.4.2 Записи о таком анализе, включая любые изменения, должны вестись. Записи должны также содержать информацию о взаимодействии с клиентом по вопросам, касающимся требований клиента или результатов работы, в течение периода выполнения контракта или запроса.

2.4.3 Анализ должен включать всю работу, которая передана производителем по субподряду.

2.5 Привлечение соисполнителей (субподрядчиков)

2.5.1 Производитель должен установить и поддерживать процедуры, которые гарантируют, что все этапы, выполненные соисполнителями соответствуют спецификациям, установленным производителем для этих этапов. Производитель должен гарантировать также, что соисполнитель выполняет все пункты данного Руководства, относящиеся к этапам, выполненным им для производителя.

2.5.2 Производитель должен выбрать соисполнителей основываясь на оценке их возможности выполнить требования субподряда как в плане их технической компетентности, так и всех опреде-

ленных требований обеспечения качества соответствующих этапов. Технические требования, которым будут удовлетворять соисполнители должны быть эквивалентны техническим требованиям, определенным в разделе 3 данного Руководства.

Примечание: В случае, когда СО предназначены для использования для определенной законодательной цели, может потребоваться формальная техническая аккредитация соисполнителей (испытательных лабораторий).

2.5.3 Производитель должен вести реестр всех соисполнителей, задействованных в производственных процессах, и вести записи о любых оценках их способностей в проведении поручаемых этапов.

2.6 Приобретение услуг и материальных запасов (ресурсов)

2.6.1 Производитель должен иметь политику и процедуры для выбора услуг и материальных запасов, которые влияют на качество его СО.

2.6.2 Производитель должен использовать только те услуги и материальные запасы, которые имеют адекватное качество, чтобы оставаться уверенными в их характеристиках.

2.6.3 В случае если отсутствует какое-либо официальное (документальное) подтверждение качества услуг и запасов, производитель должен иметь процедуры, которые могут гарантировать, что приобретенные материалы и услуги соответствуют указанным требованиям, и должны вестись записи о выполненных действиях.

2.6.4 Производитель должен гарантировать, что приобретенные оборудование и расходные материалы не используются, до тех пор пока они не были осмотрены, калиброваны или иначе проверены, как с использованием стандартных спецификаций так и требований, определенных в спецификациях для производства, характеристики и установления значений характеристик его СО.

2.7 Обратная связь с клиентом

2.7.1 Производитель должен иметь политику и процедуры для разрешения жалоб или другой обратной связи с клиентами или иными сторонами. Должны вестись записи обо всех жалобах, расследованиях и корректирующих действиях, предпринятых производителем.

2.8 Управление несоответствующими СО

2.8.1 Производитель должен иметь политику и разработать процедуры, которые должны проводиться, когда установлено, что некий аспект его производственного процесса, или значения характеристик установленных для его СО, не соответствуют его собственным процедурам или согласованным требованиям клиента. Политика и процедуры должны гарантировать что:

- a) установлены обязанности и полномочия для управления несоответствующими работами ;
- b) установлены действия, которые будут предприняты при идентификации несоответствующих СО;
- c) выполнена оценка значимости несоответствующей работы;
- d) приостановлена работа, и, при необходимости, действие свидетельств на СО;
- e) корректирующие действия приняты так скоро, как это возможно;
- f) если необходимо, результаты по несоответствующим СО, уже переданным клиентам, отзываны;
- g) установлена ответственность за разрешение возобновления работы.

Примечание: Идентификация несоответствующих СО или проблем, касающихся системы менеджмента качества или вопросов производственной деятельности, может происходить различными способами в рамках системы менеджмента качества, как, например: жалобы клиента, контроль качества, проверка расходных материалов, наблюдения или надзор персонала, проверка свидетельств, анализ руководства и внутренний или внешний аудиты.

2.8.2 Если оценка указывает, что получение несоответствующих СО может повториться или что имеется сомнение относительно соответствия производителя его собственной политике и процедурам, следует срочно выполнить корректирующие действия в соответствии с 2.9, чтобы определить причины возникновения проблемы и устранить эти причины.

2.9 Корректирующие действия

2.9.1 Общие положения

Производитель должен установить политику и процедуры и должен определять соответствующие полномочия для осуществления корректирующих действий, когда несоответствующие СО или отклонения от политики и процедур в системе менеджмента качества были идентифицированы.

Любое корректирующее действие, предпринятое, чтобы устранить причины несоответствий или других отклонений, должно соответствовать значимости проблемы и соразмерному риску.

Производитель должен задокументировать и реализовать все требуемые изменения в рабочих процедурах, исходя из анализа корректирующих действий.

Примечание: Проблема, касающаяся системы менеджмента качества или технических операций может быть идентифицирована путем осуществления различных действий в рамках системы менеджмента качества, например, управление несоответствующими СО, внутренние или внешние аудиты, анализ со стороны руководства, обратная связь с клиентами или наблюдения персонала.

2.9.2 Анализ причин

Корректирующие действия должны включать процесс исследования проблемы, чтобы определить причины её возникновения.

2.9.3. Корректирующие действия

Производитель должен определить возможные причины и возможные корректирующие действия. Ему следует выбрать действия, наиболее подходящие для устранения проблемы и предотвращения ее повторения.

2.9.4 Мониторинг корректирующих действий

Выполнив запланированные действия, производитель должен проверить результаты, чтобы гарантировать, что предпринятые действия были эффективны для устранения выявленной проблемы.

2.9.5 Отчет о результатах корректирующих действий должен быть представлен руководству.

2.10 Предупреждающие действия

2.10.1 Все рабочие процедуры должны систематически пересматриваться через регулярные промежутки времени для того, чтобы выявлять любые потенциальные источники несоответствий и любые возможности для усовершенствования, как в техническом плане так и в рамках системы менеджмента качества. Планы действий должны быть разработаны, выполнены и проконтролиро-

ваны, чтобы уменьшить вероятность возникновения таких несоответствий и чтобы воспользоваться возможностью усовершенствования.

2.10.2 Отчет о результатах предупреждающих действий должен быть представлен руководству.

2.11 Записи (См. также Пункт 3.18)

2.11.1 Общие положения

2.11.1.1 Производитель должен установить и поддерживать процедуры идентификации, сбора, индексации, доступа, хранения, поддержания и управления записями по вопросам качества и техническим вопросам.

2.11.1.2 Все записи должны быть удобочитаемыми, легкодоступными и храниться в местах, обеспечивающих их защиту от повреждений, порчи и утери. Должны быть установлены сроки хранения записей.

Примечание: Записи могут быть сделаны на носителе информации любого типа, как например, бумажном или электронном.

2.11.1.3 Все записи должны быть защищены, и если необходимо, предоставлены клиенту.

2.11.1.4 Производитель должен иметь процедуру защиты данных на электронных носителях и предотвращать несанкционированный доступ или внесение изменений в такие данные.

2.11.2 Технические записи (отчеты)

Производитель СО должен разработать и поддерживать систему записей, удовлетворяющую его потребности и соответствующую всем действующим правилам. Следует предусмотреть регистрацию при измерении всех показаний, соответствующих расчетов и полученных данных (например, данные статистической обработки и бюджета неопределенности), протоколов калибровки и записей о приготовлении материала, которые будут храниться до тех пор, пока будут нужны.

Примечание: Период хранения должен учитывать срок годности СО.

Результаты каждой калибровки или измерения (или их серии), выполненных производителем СО и его соисполнителями, когда это нужно, должны быть зарегистрированы точно, четко, надежно, однозначно и объективно, в соответствии со всеми правилами, относящимися к калибровке или методам измерения. Обычно, результаты должны быть оформлены в виде протокола измерений или калибровки и должны содержать всю информацию, необходимую для интерпретации калибровки или результатов измерения и краткого описания используемого метода.

Примечание: Это относится к внутренним записям производителя СО, которые не следует путать с сертификатом, который прикладывается к аттестованному СО.

2.12 Внутренний аудит

2.12.1 Производитель должен, периодически и в соответствии с предварительно установленными графиком и процедурами, проводить внутренние аудиты своей деятельности, чтобы убедиться, что она соответствует требованиям системы менеджмента качества и данного Руководства. Программа внутреннего аудита должна быть направлена на все элементы системы менеджмента качества, включая техническую и производственную деятельность, влияющую на качество СО. Планирование и организация аудитов в соответствии с графиком и требованиями руководства является обязанностью менеджера по качеству. Такие аудиты должны выполняться обученным и

квалифицированным персоналом, который, если позволяют ресурсы, является независимым от деятельности проверяемых.

Персонал не должен проверять свою собственную деятельность кроме случаев, когда это является необходимым и может быть доказано, что проверка была выполнена эффективно.

Примечание: График внутреннего аудита обычно составляется на один год.

2.12.2 В случае, когда результаты аудита вызывают сомнения в отношении эффективности производственных процессов или качества СО, производитель должен своевременно выполнить корректирующие действия и уведомить в письменной форме тех его клиентов, на деятельность которых это могло оказать влияние.

2.12.3 Все замечания, выявленные в ходе аудитов, и корректирующие действия, проведенные по этим замечаниям, должны быть зарегистрированы. Руководство должно обеспечить выполнение этих действий в установленные сроки.

2.13 Анализ со стороны руководства

2.13.1 Высшее руководство должно периодически проводить анализ системы менеджмента качества и процессов производства СО на предприятии, чтобы гарантировать, что они продолжают оставаться пригодными и эффективными и вносить любые необходимые изменения или усовершенствования. Анализ должен учитывать отчеты руководящего и управляющего персонала, результаты недавних внутренних аудитов, проверок, проведенных внешними органами, отзывы клиентов, включая жалобы и другие факторы.

Примечание: Обычно анализ со стороны руководства проводится один раз в год. Результаты должны быть включены в общую программу планирования и должны содержать цели и задачи, а также планы действий на наступающий год.

2.13.2 Результаты анализа руководства и действия, которые стали их результатом, должны быть зарегистрированы. Руководство должно обеспечить, выполнение этих действий в установленные сроки.

3 ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

3.0 Общие положения

Данный раздел определяет требования, которые производитель СО, и любой из связанных с ним соисполнителей, должны выполнить, чтобы продемонстрировать свою техническую компетентность при производстве определенных типов СО.

В частности, работа лаборатории, связанная с испытаниями и измерениями при установлении значений характеристик СО, должна отвечать требованиям ISO/IEC 17025:2000, относящимся к такой работе.

Множество факторов влияют на надежность значений характеристик, указанных в сертификате, сопровождающем СО. Как описано в Руководстве ISO 34:1996 “ следует признать, что, в первую очередь, СО должен быть охарактеризован на уровне точности, необходимой для цели его применения (например, удовлетворительная неопределенность) ”. Соответственно, область применения некоторых требований данного раздела будет зависеть от уровня точности, необходимой для типов СО, конкретного производителя. Ожидается, что все технические критерии должны быть выполнены всеми производителями, но оценочная комиссия третьего лица несет ответственность

за определение степени применимости конкретных критериев подходящих для производимых типов СО и неопределенностей, приписанных значениям их характеристик.

3.1 Управление, подбор персонала и обучение

3.1.1 Производство, характеристика и установление значений характеристик СО должны выполняться теми производителями и связанными с ними соисполнителями, которые обладают опытом работы с определенным типом СО (или родственными материалами), а также имеющим опыт и компетентным в области поручаемых им этапов, то есть в том действии или действиях, в которых они участвуют как соисполнители. (см. также Пункт 3.3 Соисполнители).

3.1.2 Производитель и связанные с ним соисполнители должны иметь руководящий персонал, обладающий необходимыми полномочиями, ресурсами и технической компетентностью, необходимыми для выполнения их обязанностей.

3.1.3 Измерение интересующих характеристик должно выполняться непосредственно или под руководством технически компетентного руководителя, обладающего соответствующей научной квалификацией и/или достаточным опытом работы.

3.1.4 Руководство должно определить минимальные уровни квалификации и опыта работы (*квалификационные требования*), необходимые для назначения на ключевые посты в организации.

3.1.5 Производитель должен иметь достаточное количество персонала, имеющего необходимое образование, обучение, технические знания и опыт для выполнения своих функций.

Примечание: Например, сотрудник, выполняющий измерения при оценке теплового расширения, которые являются частью процесса установления значений характеристики, должен иметь ученую степень, или соответствующий уровень квалификации и необходимый опыт в этой области, полученный при работе с более квалифицированным ученым, выполняющим измерения на эквивалентном уровне точности.

3.1.6 Производитель должен гарантировать, что при необходимости персонал получает дополнительное обучение, чтобы обеспечить компетентное выполнение измерений, работу оборудования и любые другие действия, которые влияют на качество. Если возможно, следует использовать объективные оценки уровня компетентности, полученного при обучении.

Примечание: Следует предусмотреть необходимость периодического повышения квалификации персонала (например, производитель СО должен иметь политику для переквалификации персонала, при нерегулярном использовании какого-либо метода или методики измерений). Политика по подготовке кадров и переквалификации должны учитывать изменения технологии и стремиться к непрерывному усовершенствованию навыков.

3.1.7 Производитель должен вести и обновлять записи об обучении, полученном каждым сотрудником. Эти записи должны свидетельствовать, что каждый из сотрудников обучен соответствующим образом, и что была оценена их компетентность в изготовлении или измерении применительно к отдельным типам материалов.

3.2 Лаборатория производителя

3.2.1 Если используется собственная лаборатория производителя (одна или в сотрудничестве с соисполнителями) для испытания на однородность, стабильность или характеристики СО, требуется, чтобы эта лаборатория подтвердила свою компетентность в области выполнения соответствующих испытаний или измерений для соответствующих материалов в соответствующем диапазоне концентраций и т.д.

Примечание: При оценке компетентности лаборатории производителя, ранее полученная аккредитация по ISO/IEC 17025:2000 для соответствующих испытаний и/или измерений будет достаточным критерием для подтверждения компетентности. В случае, когда лаборатория не имеет аккредитации, при оценке соответствия производителя требованиям данного Руководства должны учитываться удовлетворительные результаты выполнения заданий в рамках соответствующих схем испытания квалификации.

3.3 Соисполнители

3.3.1 Производителю требуется подтвердить, что опыт и техническая компетентность соисполнителей достаточны для выполнения переданных им этапов и отвечает требованиям соответствующих пунктов данного Руководства. (См. также Пункт 2.5.2).

3.3.2 Если производитель СО заключает контракт на выполнение некоторой части работ по калибровке или испытаниям, эта работа должна быть передана в компетентную лабораторию.

Примечание: При оценке компетентности лаборатории соисполнителя, ранее полученная аккредитация по ISO/IEC 17025:2000 для соответствующих испытаний и/или измерений будет достаточным критерием для подтверждения компетентности. В случае, когда лаборатория соисполнителя не имеет аккредитации, при оценке соответствия соисполнителя требованиям данного Руководства должны учитываться удовлетворительные результаты выполнения заданий в рамках соответствующих схем испытания квалификации.

3.3.3 При оценке компетентности соисполнителя, производителю следует потребовать информацию относительно знаний соисполнителя по данной теме и подробностей прошлого опыта работы в данной области, например, получение приемлемых результатов при проведении подобных измерений.

3.3.4 Производитель должен гарантировать, что все детали методологии, результаты и все итоги контроля любых соисполнителей доступны по запросу, и что ведется реестр/база данных всех соисполнителей и данные об их аккредитации или другой форме определения компетентности.

Примечание: Производитель должен гарантировать что в неаккредитованной лаборатории соисполнителя процедуры и отчеты об испытаниях будут доступны для проверки оценочной комиссией, если потребуется. Это должно быть предусмотрено в контракте между производителем и соисполнителем.

3.4 Планирование производства

3.4.1 Производитель должен идентифицировать и планировать те процессы, которые непосредственно влияют на качество производства СО и последующее установление значений его характеристик и должен гарантировать, что они выполнены в соответствии с предписанными процедурами.

3.4.2 Организационный и технический вклад различных соисполнителей должен быть идентифицирован, зарегистрирован и регулярно анализироваться. Должен быть установлен механизм (например, административная или техническая консультативная группа) для выработки рекомендаций по вопросам планирования процессов производства.

Примечание 1: Рекомендации для производства могут включать постановку системы мониторинга (чтобы обеспечить своевременность и качество каждой стадии производства) и наличие процедуры оценки, чтобы оценить процессы производства ретроспективно.

Примечание 2: При создании матричных СО, они должны, всякий раз, когда это возможно, иметь ту же самую или почти ту же самую матрицу в качестве типичного испытательного материала, чтобы моделировать измерительный процесс как можно более точно. Например, для них не должно быть искусственно увеличено содержание некоторых элементов (если концентрации этих элементов должны быть определены) из-за загрязнения вследствие обработки и подготовки (например, для природного материала, который характеризуется на содержание хрома, следует отказаться от размола / перемешивания в дробилке / смесителе из нержавеющей стали).

3.4.3 При планировании полного цикла процессов производства, характеристики, установления значений характеристик (и, в некоторых случаях, дистрибуции) СО, производитель должен обеспечить, где следует, процедуры и ресурсы для:

- (А) выбора *исходного* материала;
- (В) поддержания соответствующих условий окружающей среды для процессов приготовления и испытания;
- (С) приготовления материала СО;
- (D) измерения / испытания;
- (Е) калибровки / валидации оборудования / методов измерения;
- (F) оценки однородности материала;
- (G) оценки стабильности материала;
- (Н) организации межлабораторных испытаний со своими соисполнителями;
- (I) установления значений характеристик, основанное на результатах измерений;
- (J) оценки бюджетов неопределенностей и установления интервалов неопределенности приписанных значениям характеристик;
- (К) обеспечения адекватных средств и условий хранения;
- (L) обеспечения адекватных упаковочных средств;
- (M) обеспечения соответствующих способов транспортировки;
- (N) обеспечения адекватного обслуживания после поставки;
- (O) обеспечения адекватного хранения записей.

3.5 Контроль производства

3.5.1 Производитель должен определить процедуры проверки, необходимые для обеспечения качества каждой стадии производства СО и должен выделить адекватные ресурсы и назначить персонал для таких действий. Эти действия должны включать проверку, исследование и мониторинг всех стадий производства.

3.6 Условия окружающей среды

3.6.1 Производитель должен гарантировать, что все лабораторные помещения, помещения для проведения калибровки и измерений, помещения для приготовления материала и упаковки, источники электроэнергии, освещение, температура, влажность, давление, вентиляция обеспечивают надлежащее приготовление материала и его упаковку, а также надлежащее проведение калибровки и измерений.

3.6.2 Если необходимо, условия окружающей среды, в которых выше описанные действия выполняются, должны быть проконтролированы с применением надлежаще калиброванного оборудования, и зарегистрированы, чтобы доказать, что негативные условия окружающей среды не оказывают неблагоприятного воздействия на результаты и процессы.

3.6.3 Производитель также должен гарантировать что, кроме того, что его собственная лаборатория обладает технической компетентностью, касающейся производства и характеристики СО, требования к условиям окружающей среды также выполнены любым привлекаемым исполнителем.

Примечание: Необходимо, чтобы были предприняты все возможные предосторожности против возможного загрязнения СО в течение цикла его производства, характеристики и установления значений характеристик. Все производство СО и помещения для испытаний, кроме соответствия требованиям по влажности и температуре, должны быть защищены от вибрации, воздушной пыли и микробиологического загрязнения, действия магнитных полей и электромагнитного излучения (если это необходимо). Например, для упаковки материала цемента необходимы низкая влажность, а приготовление материала, в котором должно быть измерено содержание следов свинца, требует создания условий «чистой комнаты», чтобы предотвратить загрязнение частицами свинца из воздуха от автомобильных выбросов. Условия «чистой комнаты» могут потребоваться для СО, предназначенных для анализа следовых количеств.

3.6.4 Мероприятия по охране здоровья, меры безопасности и меры по защите окружающей среды должны выполняться, при необходимости, например, при обработке пестицидов, сывороток или биологических жидкостей.

3.7 Приготовление материала

3.7.1 Производитель должен установить, приготовлены ли конечный продукт или исходный материал соответственно их назначению. Процедуры для приготовления материала должны включать, при необходимости:

- (А) качественный анализ для подтверждения типа материала;
- (В) механическую обработку, размол, смешивание, просеивание и риффинг (то есть разделение для получения представительных образцов);
- (С) определение распределения частиц по размерам;
- (D) очистку контейнеров для образцов (*подготовка тары*);
- (Е) сушку (включая лиофильную сушку), стерилизацию;
- (F) упаковку (фасовку) (например розлив в бутылки, и т.д) представительных образцов из партии;
- (G) оценку однородности;
- (H) оценку стабильности в диапазоне изменения условий, которые могут влиять на значения характеристик и/или на состав матрицы производимых СО, например различные уровни влажности, температуры, освещения, магнитных полей и т.д., и установление срока годности СО.

3.7.2 Производитель должен иметь возможность продемонстрировать, что используемый материал СО достаточно однороден, то есть, что расхождения между измерениями представительных образцов, если таковые вообще имеются, должны быть меньше, чем предел суммарной неопределенности измерений.

Примечание: Относительно неоднородный материал может оказаться более доступным, поэтому он может все-таки быть использован в качестве СО, но это должно быть учтено при оценке неопределенности установления значений характеристик.

3.8 Оценка однородности и стабильности

3.8.1 Производитель должен использовать статистически случайный отбор представительного числа образцов из партии материала СО, чтобы оценить однородность материала. Эта процедура оценки должна быть документирована и проводиться в соответствии с приемлемым статистическим дизайном эксперимента.

Примечание 1: Показано, что для оценки однородности могут использоваться различные дизайны эксперимента. Некоторое руководство о возможных методах дается в Руководстве ISO 35 (под пересмотром) и в Части А BCR/01/97.

Примечание 2: Для материалов, от которых обоснованно ожидается, что они физически гомогенны, систематическое осуществление выборки (например, 1 из каждых 50 образцов произведенных в непрерывном процессе; осуществление выборки равномерно для каждой части партии в тех случаях, где часть партии может быть определена) зачастую, может быть лучшим способом обнаружения неоднородности, чем осуществление случайной выборки, например, сегрегация тонких и грубых частиц в порошке. Статистический анализ тенденции также может быть полезен для обнаружения неоднородности.

3.8.2 Если произведено несколько партий материала, то будет необходимо оценить однородность партий (или установить значения характеристик каждой партии отдельно).

3.8.3 Оценка однородности должна быть выполнена после того, как материал был расфасован в его окончательной форме, если при изучении стабильности не было определено, что он должен храниться целиком. В некоторых случаях, необходима промежуточная проверка однородности, например, перед запайкой в ампулы.

3.8.4 При необходимости, устанавливаемые значения характеристики должны периодически измеряться, предпочтительно вне диапазона тех условий, при которых материал будет храниться до передачи пользователю. Воздействие света, влажности, высокой температуры и времени должно быть количественно определено для того, чтобы дать рекомендации о месте хранения и сроке годности (и следовательно, соответствующих shelf-life («жизни на полке») или дате окончания годности).

Примечание 1: Оценку стабильности выполняют только после установления достаточной однородности. Тогда любой образец (принимая, что он не меньше, чем образцы, использованные для оценки однородности) может рассматриваться как представительный; нет никакого ограничения на число требуемых образцов, а также нет требований, предъявляемых к условиям их отбора. Однако будет иметь место вариация результатов в зависимости от повторяемости и промежуточной прецизионности методики и воспроизводимости испытания, которое должно быть выполнено.

Примечание 2: Когда СО предназначен для калибровки метода, требующего малое количество испытательного образца, например, ААС с графитовой печью или ИСП (которые используют 10? г образца), необходимо оценить однородность для соизмеримой порции СО.

Примечание 3: В протоколе анализа должен быть указан размер образца, для которого была установлена однородность СО, и в сертификате СО, в разделе инструкции по использованию должен быть указан минимальный размер образца для использования.

3.8.5 Если возможно, то оценка стабильности установленных значений характеристики СО должна быть выполнена в указанных интервалах после характеристики, чтобы подтвердить, что все значения сохраняются с момента производства до конца срока годности.

Примечание: Если срок годности материала составляет несколько лет, может быть необходимо продолжать такие проверки в течение нескольких лет после характеристики, чтобы подтвердить, что все значения сохраняются с момента производства до конца срока годности.

3.8.6 Везде, где это необходимо, производитель должен указать дату окончания срока годности СО, основываясь на изучении начальной и долговременной стабильности, как рекомендуется в Руководстве ISO 35. В протоколе анализа должно быть ясно указана точка отсчета срока годности (например, дата выпуска, дата отгрузки или дата вскрытия упаковки).

Примечание: Некоторые сертификаты могут иметь несколько сроков годности. Например, срок годности с момента выпуска, или срок годности с момента вскрытия контейнера пользователем.

3.8.7 Производитель по запросу покупателя или поставщика должен предоставить подробную информацию по проведённым исследованиям однородности и стабильности.

3.9 Методы измерения

3.9.1 Производитель и соисполнители должны использовать соответствующие документированные методы или процедуры, которые определяют средства, которые должны быть использованы при выполнении различных исследований, калибровок, измерений и связанных с этим действий в пределах их ответственности, включая изготовление экземпляров, осуществление выборки, обработку, консервацию, хранение, упаковку, отправку соисполнителям, оценку неопределенности измерения и анализ измерительных данных.

Примечание: Эти действия должны согласоваться с необходимой точностью установления значений СО, и с любым стандартными требованиями, касающимися соответствующих измерений.

3.9.2 Методы измерения, разработанные непосредственно производителем, или любым из соисполнителей, должны быть валидированы и утверждены (например, административной или технической консультативной группой или специально назначенным сотрудником).

Такие методы должны быть полностью исследованы и результаты исследования документированы. Должны быть четко описаны необходимые условия и процедуры, при которых установленные значения интересующих характеристик действительно на уровне точности, требуемой для области применения СО.

Примечание: В некоторых случаях, СО характеризуют для свойств, привязанных к методу испытаний, например, щелочные металлы, рН или температура вспышки.

3.9.3 Когда пробоотбор осуществляется в рамках метода измерения (например, отбор представительного количества от партии материала), производитель и/или соисполнитель(и) должны использовать документированные процедуры и соответствующие статистические методы, чтобы отобрать необходимое для проведения испытаний количество материала.

3.10 Измерительное оборудование

3.10.1 Измерительное оборудование, используемое при производстве, характеристики, и установлении значений характеристик СО, должно быть надлежащим образом калибровано, прове-

рено и эксплуатироваться в соответствии со всеми документированными процедурами, а результаты должны быть зарегистрированы.

3.10.2 Если необходимо, периодически должны выполняться проверки (например, проверка отклика, стабильности, линейности, разрешения, сглаживания, повторяемости и эффективности разделения) чтобы гарантировать правильную работу измерительного оборудования. Интервалы между такими проверками не должны превышать интервалы между калибровками, установленными национальным органом по аккредитации лабораторий.

3.10.3 Любая единица оборудования, которая была подвергнута перегрузке или ненадлежащему обращению, вызвала сомнения в получаемых результатах, или путем проверки или иным способом показала неисправность, должна быть четко идентифицирована, изъята из эксплуатации и, если возможно, определена на хранение в специально отведенном месте до тех пор, пока не будет восстановлена (отремонтирована) и пока правильность ее работы не будет доказана путем калибровки или удовлетворительно выполненным испытанием. Производитель должен проанализировать влияние результатов, полученных с использованием такого оборудования, уделяя особое внимание степени отклонения калибровки, полученным результатам и допустимой приемлемости этих результатов.

3.10.4 Если результаты могут содержать ошибку, производитель должен иметь возможность проверить результаты и предпринять соответствующие корректирующие действия. Должны вестись записи об анализе и любых проверках или корректирующих действиях.

3.10.5 Каждая единица оборудования, включая все эталоны, которые используются для калибровки оборудования или валидации методов измерения, используемых для производства или характеристики СО, должна быть промаркирована, отмечена или иным способом идентифицирована, чтобы указать ее статус калибровки и дату следующей калибровки. Реактивы, используемые для химического и микробиологического анализа и т.д., должны быть идентифицированы соответствующим образом.

3.10.6 Все измерительное и испытательное оборудование, имеющее влияние на точность или достоверность калибровок или измерений должно быть откалибровано и/или поверено перед использованием. Производитель и его соисполнители должны иметь утвержденную программу для калибровки и поверки измерительного и испытательного оборудования.

3.10.7 Полная программа калибровки и/или поверки оборудования должна быть разработана и выполняться таким образом, чтобы гарантировать, что, везде, где применимо, выполненные производителем и его соисполнителями измерения прослеживаются к национальным и/или международным эталонам через непрерывную цепь сличений (с приписанными неопределенностями).

3.10.8 В сертификатах о калибровке средств измерения должна быть показана прослеживаемость к национальным эталонам и представлены результаты измерений и приписанная суммарная неопределенность измерения.

3.11 Прослеживаемость

3.11.1 Производитель и соисполнитель(и), когда испытание выполняется по договору субподряда, должны обеспечить документальное свидетельство прослеживаемости результатов измерений к национальным или международным эталонам. Если это невозможно, производитель должен обеспечить убедительное доказательство корреляции результатов со значениями других СО либо путем исчерпывающей оценки процесса измерения, либо корреляцией со значениями известных и принятых национальных и/или международных аттестованных СО.

Примечание 1: В идеале, в последнем случае подход должен включать использование аттестованных СО, значения которых имеют прослеживаемость.

Примечание 2: Хотя обычно возможно установить прослеживаемость значений характеристик серий последовательных сличений обратно к значению соответствующей основной единицы СИ, прослеживаемость в чисто метрологическом значении может быть более сложной, когда рассматриваются количественные химические соотношения [например, количество вещества (концентрация), удельный вес, массовая доля и массовая концентрация] комплексного материала СО.

В этих случаях главный вклад в неопределенность результата измерения вносит не недостаток прослеживаемости измеренного значения, например, масса, объем, электрический ток или количество вещества к единицам СИ – килограмму, метру, амперу или молю соответственно, а от более или менее ограниченной избирательности процедуры измерения для интересующего компонента, который во многих случаях сопровождается другими компонентами подобной химической природы. (См. Приложение 5. Прослеживаемость измерения)

3.11.2 Для аттестованных СО, полный бюджет неопределенности значений, полученный в соответствии с каждой процедурой измерения, должен быть составлен в соответствии с принципами Руководства ISO по выражению неопределенности измерений, который определяет вклады в неопределенность и позволяет оценить их соответствующие значения. Составляющие неопределенности должны быть полностью идентифицированы перед окончательной оценкой неопределенности отдельных измерений. (См. Приложение 5, Прослеживаемость измерения)

3.12 Процедуры характеристики СО

3.12.1 Производитель и его соисполнители должны использовать и документировать технически достоверные процедуры, которые применяются для характеристики СО.

Примечание 1: Комиссии по оценке должны оценить приемлемость представленных на рассмотрение методов характеристики определенных типов СО, принимая во внимание тип материала, неопределенности, приписанные значениям характеристик, пригодность и рентабельность использования соответствующих ресурсов для характеристики этих материалов.

Примечание 2: Как показано, существуют различные сочетания методов, подходящих для характеристики СО. Например, Руководства ISO 34 и ISO 35 описывают некоторые из обычно используемых методов.

Выбор определенного подхода будет зависеть от типа СО, его матрицы, области его применения, аналитических возможностей и области аккредитации привлекаемых лабораторий, возможностей используемых методов.

3.12.2 Производитель и его соисполнители должны контролировать и обеспечивать качество всех испытаний и измерений, которые проводятся для характеристики и установления значений характеристик производимых ими СО.

Этот контроль должен планироваться и анализироваться и может включать, но не ограничиваться следующим:

(А) карты внутреннего контроля качества, использующие статистические методы;

(В) участие в МСИ или схемах проверки квалификации;

(С) регулярное использование аттестованных СО и/или внутренний контроль качества с использованием вторичных СО;

- (D) повторение испытаний или калибровок с использованием того же самого или другого метода;
- (E) повторное испытание или калибровку экземпляров СО, находящихся на хранении;
- (F) сопоставление результатов для различных характеристик объекта.

Примечание: выбранные методы должны соответствовать типу и объему проводимой работы.

3.13 Установление значений характеристик и их неопределенностей

3.13.1 Производитель должен использовать документированные процедуры, основанные на общепринятых статистических принципах, для установления значения характеристик. Они должны включать, если это подходит:

- (A) детали дизайна эксперимента и используемых статистических методов;
- (B) политику по обработке и исследованию статистических выбросов и/или использованию робастной статистики;
- (C) проверку разделения значений характеристик в зависимости от использованного метода (если такая зависимость установлена).
- (D) использование метода «взвешивания» для оценки вклада в приписанные значения характеристик, результатов, полученных различными методами с различным неопределенностями;
- (E) методы, используемые для оценки неопределенности значений характеристик;
- (F) любые другие существенные факторы, которые влияют на установление значений характеристик.

Примечание 1: Руководство ISO 34:1996 рассматривает проблемы, связанные с установлением значений характеристик и оценкой неопределенности. Это Руководство ISO (1993) Руководство по выражению неопределенности измерений уместно, особенно для физических измерений. Документ EURACHEM (1995), «Количественная оценка неопределенности аналитических измерений» также дает рекомендации по этому вопросу.

Примечание 2: Производителю СО не следует полностью полагаться на статистический анализ данных характеристики при оценке интересующих значений характеристик. Выбросы не следует исключать из полного статистического свидетельства, пока они не будут полностью исследованы и, если возможно, выделены причины несоответствий. В некоторых случаях может подойти использование робастной статистики.

Примечание 3: Когда используются несколько методов, чтобы охарактеризовать СО, может возникнуть трудность, если их результаты показывают существенные различия. В таком случае, значение характеристики, основанное на среднем, является непригодным. В этих случаях важно, чтобы производитель и его соисполнители имели значительный опыт работы с различными методами и были способны оценить вклад результатов использования отдельных методов измерений. Например, значения двух или более методов измерения могут отличаться статистически, но результаты из обоих методов, могут согласовываться в пределах неопределенности каждого метода. В этом случае результаты могут быть «взвешены» в соответствии с инверсией вариации каждого метода. В некоторых случаях, методы измерения могут давать противоре-

чивые результаты, и может быть необходимо установление отдельных значений характеристик для каждого из используемых методов (то есть, метод specific approach).

3.13.2 Производитель должен гарантировать, что вычисления и передача данных подвергаются соответствующим проверкам, включая данные из его собственных источников или от его соисполнителей.

3.13.3 Если компьютеры или системы, управляемые компьютерами, используются для получения, обработки, оценки, регистрации, составления отчетов, хранения или исправления калибровки или данных испытания, производитель должен гарантировать для себя и соисполнителей, что:

(А) программное обеспечение валидировано, особенно когда разработано самостоятельно, и пригодно для использования;

(В) установлены и осуществляются процедуры для защиты сохранности данных; такие процедуры должны включать достоверность ввода или получения данных, хранения данных, передачи данных и обработки данных, но не ограничиваться этим;

(С) оборудование обслуживается, чтобы гарантировать надлежащее функционирование и обеспечивать необходимые для поддержания сохранности данных эксплуатационный режим и условия окружающей среды;

(D) установлены и осуществляются соответствующие процедуры для защиты данных, включая предотвращение несанкционированного доступа к компьютерным отчетам и их правки. Если возможно, жесткие копии всех компьютерных отчетов и копии программного диска компьютера следует также хранить, чтобы преодолеть возможные трудности сравнения новых данных с данными, полученными с использованием устаревшего или замененного программного обеспечения.

3.13.4 Все технические данные, связанные с производством СО, должны быть сохранены, как требуется в п. 2.11.2.

3.14 Сертификаты и информация для потребителя

3.14.1 Производитель должен гарантировать, что клиентам будет предоставлен сертификат и сопроводительная документация, для каждого поставляемого СО или партии СО, содержащая всю информацию, необходимую для надлежащего использования СО.

Примечание: Производитель может указать в таких сертификатах и/или сопроводительной документации, что он аккредитован для такой сертификации, при условии, что сертификаты и документация выполняют требования п. 3.14.2, изложенные ниже.

3.14.2 Сертификаты и другие сопроводительные документы должны содержать всю информацию (касающуюся соответствующего типа материалов), описанную в Руководстве ISO 31:1996 (Содержание сертификатов на СО.)

3.15 Обработка и хранение материалов

3.15.1 Для того, чтобы избежать загрязнения СО, производитель должен идентифицировать, предохранить и отделить от других химикатов и образцов весь исходный материал СО и готовые СО с момента приготовления до поставки пользователям.

3.15.2 Производитель должен обеспечить соответствующую упаковку всех СО (например, если необходимо использовать упаковку без воздуха, без влажности или содержащую инертный газ) и обеспечить безопасные зоны хранения и/или складские помещения, где предотвращается повреждение или ухудшение качества, как конечных изделий, так и материала в период между характе-

ризацией и поставкой. Следует определить соответствующие методы авторизованной отправки в такие зоны и получения из них.

3.15.3 Где необходимо, оценивается состояние всех хранящихся конечных изделий и материалов через установленные промежутки времени в течение их срока хранения с целью обнаружения возможного ухудшения.

3.16 Упаковка

3.16.1 Производитель должен управлять процессами упаковки и маркировки настолько, чтобы гарантировать соответствие установленным региональным, национальным и/или международным требованиям по безопасности и транспортировке.

Примечание 1: Надлежащее распространение образцов может представлять серьезные проблемы для некоторых типов материала, например, тех, которые требуют непрерывного хранения в морозильнике или которые не должны подвергаться рентгеновскому облучению, тряске или вибрациям. Большинство типов химических материалов было бы полезно хранить в воздухо- непроницаемой упаковке, чтобы избежать контаминации атмосферными загрязнителями, например, парами топлива или выхлопными газами двигателей, которые могут встретиться при транспортировке. Необходимо предоставить пользователю информацию относительно правильных условий хранения и минимизации риска загрязнения упакованного материала.

Примечание 2: Производитель обязан гарантировать, что целостность СО сохраняется до тех пор, пока пломба (упаковка) не нарушена, или до истечения срока годности. Производитель не несет ответственность за товар после нарушения целостности пломбы (упаковки). В некоторых случаях может потребоваться, чтобы СО, быть упакован в количестве, достаточном для единичного применения.

3.17 Маркировка и отправка

3.17.1 Производитель должен гарантировать, что материал промаркирован и этикетки надежно прикреплены к упаковке индивидуальных единиц СО и остаются четкими и неповрежденными в течение срока годности материала.

3.17.2 Этикетка должна содержать информацию об идентификации материала, организации, проводившей его сертификацию, его партии и номере по каталогу и любую другую информацию, необходимую, чтобы однозначно распознать материал и обратиться, если нужно, к свидетельству или сертификату.

3.17.3 Производитель должен обеспечить идентификацию каждого СО в течение полного цикла производства. Когда это указано в договоре, такая защита должна быть продолжена, распространяясь и на доставку до места назначения.

3.18 Внутренние записи и отчеты (См. также Пункт 2.11)

3.18.1 Производитель должен установить и поддерживать систему записей, которая соответствует его особым обстоятельствам и соответствует всем существующим правилам.

Система записей должна распространяться на измерительные приборы, персонал, соисполнителей и поставщиков, и деятельность лаборатории. Она должны быть разработана и вестись согласно требованиям данного Руководства.

3.18.2 Производитель должен принять меры к сохранению всех наблюдений индивидуально- го измерения, соответствующих вычислений и полученных данных, протоколов калибровки и от-

четов о приготовлении материала, имеющих отношение к СО в течение определенного периода после ожидаемого использования значений его характеристик.

Примечание: Если позволяет стабильность материала, записи должны дополняться одним или более экземпляров материала. Этот архивный материал должен храниться после истечения срока его годности.

3.18.3 Результаты каждой калибровки или измерения (или их серии) выполненных производителем и его соисполнителями, должны быть (если уместно), записаны точно, четко, надежно, однозначно и объективно, в соответствии со всеми правилами калибровки или методов проведения измерений.

3.19 Обслуживание после поставки

3.19.1 Если производитель несёт ответственность за поставку СО конечным пользователям, то ему следует:

(А) установить, документировать и поддерживать процедуры, обеспечивающие проведение корректирующих действий каждый раз, когда обнаружено несоответствующее установленным требованиям изделие. Любые внесенные изменения, например, в процедуры или данные, должны быть зарегистрированы и все покупатели или дистрибьюторы СО уведомлены, если имеется изменение установленных значений характеристик (например, в результате дополнительных исследований) в течение срока годности материала;

(В) вести реестр покупателей каждого СО, чтобы сообщать любому пользователю, который должен быть информирован относительно проблем, касающихся надежности установленных значений характеристик определенных СО;

Примечание: Рекомендуется, чтобы производитель также имел службу консультаций для предоставления рекомендаций и технических услуг пользователям. Если товары подлежат перепродаже через дистрибьютора, производитель должен принять меры совместно с дистрибьютором, чтобы получать отзывы покупателей и конечных пользователей СО.

ПРИЛОЖЕНИЕ А**БИБЛИОГРАФИЯ**

1. NATA Requirements for Accreditation for Competence of Producers of Reference Materials, February 1998.
2. AS 3780:1991, Certified reference materials - General guide to material selection, preparation, testing and certification.
3. ISO/IEC Guide 2:1996, Standardization and related activities - General vocabulary.
4. ISO Guide 32:1997, Calibration in analytical chemistry and use of reference materials.
5. ISO Guide 33:1989 (under revision), Uses of certified reference material.
6. ISO 3534 Series : 1993, Statistics - Vocabulary and symbols.
7. ISO 8402:1994, Quality management and quality assurance - Vocabulary.

ПРИЛОЖЕНИЕ В

КАТЕГОРИИ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

Введение

Следующий список категорий СО был составлен после рассмотрения существующих СО, которые входят в каталоги таких организаций как Национальный Институт Науки и Технологии (NIST), Laboratory of the Government Chemist (LGC), UK, COMAR, и Бюро Сличений Евросоюза (BCR).

Цель классификации СО заключается в том, чтобы позволить органу по аккредитации лабораторий и производителю СО идентифицировать и определить те типы материалов, для которых производитель будет признан компетентным.

Система классификации

Предлагаемый перечень основных разделов или категорий стандартных образцов:

Категория А: Химический состав

СО, являющиеся либо чистыми химическими веществами либо представительными образцами матриц, как природные так и с добавленным аналитом (например, животные жиры с внесением пестицидов для анализа следовых количеств), охарактеризованные по одной или более химической или физико-химической характеристикам.

Категория В: Биологические и клинические свойства

Материалы, подобные Категории А, но охарактеризованные по одной или более биохимической или клинической характеристик.

Категория С: Физические свойства

Материалы, охарактеризованные по одной или более физических характеристик, например, точка плавления, вязкость, плотность.

Категория D: Технические свойства

Материалы, охарактеризованные по одной или более технических характеристик (например, твердость, сила растяжения, поверхностные характеристики, и т.д).

Категория Е: Разное

Эти основные категории разделены на подкатегории, как указано, в ниже следующем списке. Следует отметить, что эти под-категории являются только примерными. В любое время могут быть добавлены другие под-категории, чтобы удовлетворить потребности претендентов, добивающихся признания компетентности в области производства тех типов СО, которые еще не внесены в список в настоящее время.

КАТЕГОРИЯ А: ХИМИЧЕСКИЙ СОСТАВ

А1: МЕТАЛЛЫ

А1.1 Черные

Стали

углеродистые стали
легкоплавкие стали
тугоплавкие стали
литейные стали
специальные стали

Чугун

белый чугун
литейный чугун

Газы в металлах**A1.2 Цветные**

Алюминиевые сплавы

Сплавы на основе меди

Сплавы на основе свинца

Сплавы на основе олова

Латунь

Баббиты

Сплавы на основе титана

Сплавы на основе циркония

Газы в металлах

A1.3 Специальные сплавы**A1.4 Тугоплавкие металлы и сплавы****A1.5 Редкоземельные металлы****A1.6 Высокочистые металлы**

Твердые формы

Материалы для спектрального анализа

Растворы для спектрального анализа

A2: НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ**A2.1 Руды и минералы****A2.2 Цемент, глины и соответствующие продукты****A2.3 Керамика, стекла и тугоплавкие окиси**

Карбиды

Стекла

A2.4 Агрохимикаты и удобрения**A2.5 Твердые топлива**

Уголь и кокс

Содержание минеральных веществ

Основные элементы

Следовые количества элементов

A2.6 Чистые химические вещества

Стехиометрические эталоны

Первичные эталоны

Рабочие эталоны

Вторичные эталоны

Вещества для хроматографии

Фармацевтические материалы

Косметические материалы

A2.7 Стабильные изотопы

A3: ОРГАНИЧЕСКИЕ СО

A3.1 Чистые органические вещества

Соединения для элементного анализа

Соединения для определения молекулярного веса

Стандарты для хроматографии

Запрещенные препараты и их метаболиты - (См. также A8 Судебные СО)

Запрещенные препараты

 дельта-9-тетрагидроканнабинол (δ -9-ТГК) и другие каннабиноиды

 амфетамин

 метиламфетамин

 3,4-метилендиоксиамфетамин

 3,4-метилендиокси-метиламфетамин

 3,4-метилендиоксиэтиламфетамин

 диацетилморфин

 морфин

 кокаин

 лизергиновой кислоты диэтиламид и изомеры

Терапевтические препараты

Ветеринарные препараты

Стероиды

Пестициды, гербициды, акарициды, и т.д

Метаболиты всего из вышеупомянутого

Приоритетные загрязнители
полихлорированные бифенилы (ПХБ), полиароматические углеводороды (ПАУ), и т.д

Чистые химические вещества

Фармацевтические материалы

Косметические материалы

Соединения, меченные изотопами

A3.2 Агрехимикаты и удобрения

A3.3 Пищевые продукты

Экспресс анализ

Питательные свойства

Витамины

Другие пищевые добавки

антиоксиданты

эмульгаторы

Токсины

животного происхождения

растительного происхождения

другого биологического происхождения

Следовые количества элементов

Следовые количества органических соединений

остатки пестицидов

другие органические загрязнители

A3.4 Пластмассы и резины

Твердость

Содержание натурального каучука

Идентификация

сополимеры

пластификаторы

вулканизирующие агенты

пеногасители

антиоксиданты

наполнители

A3.5 Нефтепродукты

Топлива и смазки

свинец

ванадий

никель

Трансформаторные масла

содержание воды
полихлорированные бифенилы (ПХБ)

Теплообменные жидкости
содержание воды
полихлорированные бифенилы (ПХБ)

A3.6 Растительные масла и жиры

жирнокислотный состав
триглицеридная композиция

A4: СО ДЛЯ АНАЛИЗА ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

A4.1 Почвы и осадки (отложения)

Следовые количества элементов
Содержание минеральных веществ
Следовые количества органические соединения
Подвижные формы токсичных элементов

A4.2 Золоы

пылевывбросы угля и кокса
зола установок для сжигания отходов

A4.3 Воды

Питьевая вода
рутинные анализы
следовые количества элементов
органические загрязнители
другие анализы

Пресная вода
основные элементы
следовые количества элементов
другие анализы

Морская вода
основные элементы
следовые количества элементов
другие анализы

Промышленные сточные воды
рутинные анализы
следовые количества элементов
органические загрязнители
другие анализы

Очищенные сточные воды
рутинный анализ

A4.4 Растительные материалы

Следовые количества элементов

Содержание минеральных веществ

A4.5 Морепродукты

Рыба) следовые количества элементов

Моллюски) минеральный состав

Планктон) органические соединения

A4.6 Образцы БПК (биологическое потребление кислорода)**A4.7 Разные биологические материалы**

(Например, волосы человека)

A5: ЗДОРОВООХРАНЕНИЕ И ПРОМЫШЛЕННАЯ ГИГИЕНА**A5.1 Клинические лабораторные материалы****A5.2 Растворы этанола****A5.3 Токсичные вещества в моче**

Токсичные металлы

Фториды

Ртуть

A5.4 Наркотики в моче**A5.5 Наркотики в волосах****A5.6 Материалы на фильтре****A5.7 Следовые количества элементов в чистых фильтрах****A5.8 Свинец в краске (порошок и покрытие)****A5.9 Кремнийсодержащая пыль****A6: ОБРАЗЦЫ ДЛЯ ОЦЕНКИ ИЗНОСА МАШИН (ДВИГАТЕЛЕЙ)****A6.1 Металлоорганические соединения****A6.2 Износ металлов в смазочном масле****A7: АНАЛИЗИРУЕМЫЕ ГАЗЫ****A7.1 Газовые смеси****A7.2 Следовые количества летучих органических соединений****A8: СО для судебной экспертизы****A8.1 СО этанола**

Этанол

Водные растворы этанола, с содержанием 0.050, 0.150, 0.250 г/100 мл

A8.2 Лекарства (индивидуально названные) и метаболиты*

В цельной человеческой крови и моче (*метаболиты, включая глюкорониды).

См. также A3.1 Чистые органические вещества.

A8.3 Стекла

Бутылочное стекло

Оконное стекло

Автомобильное стекло

Стекло для очков (линзы)

A8.4 Краски

Автомобильные

Строительные

A8.5 Катализаторы

Огнеопасные жидкости и их следы

A8.6 Взрывчатые вещества и детонаторы

A8.7 Следы выстрелов

A8.8 Отравляющие вещества

Группа контрольных реагентов

капсаицин

о- хлорбензальмалонодинитрил (CS)

хлорацетофенон (CN)

A8.9 Экспертиза документов

A9: АКТИВНОСТЬ ИОНОВ

A9.1 Стандарты pH

A9.2 Растворы для калибровки ион селективных электродов

A9.3 Стандарты электрической проводимости

A9.4 Буферные системы

КАТЕГОРИЯ В: БИОЛОГИЧЕСКИЕ И КЛИНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА

V1 Общая медицина

V1.1 Образцы сыворотки человека (порошковые формы и растворы)

V2 Клиническая химия

V2.1 Протеины

V2.2 Аполипопротеины

V2.3 Ферменты

V2.4 Гормоны

V2.5 Следовые количества элементов
свинец и кадмий

V3 Патологии тканей

V4 Гематология и цитология

V4.1 Сыворотка крови

V5 Иммуногематология

V6 Иммунология

V7 Паразитология

V8 Бактериология и микология

V8.1 Референтные культуры

V8.2 Антибиотики

V9 Вирусология

V10 Другие биологические и клинические СО

V11 СО для судебной экспертизы

Очищенная ДНК

Кровь человека, приматов и животных

Волосы (*шерсть*) животных

Волокна (см. также C7.1 к C7.3)

КАТЕГОРИЯ С: ФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА

C1 СО оптических свойств

C1.1 Оптическое вращение

C1.2 Показатель преломления

C1.3 Спектральное поглощение
видимая область
УФ
ИК

C1.4 Отражающая способность

C1.5 Цвет

СО белого цвета (матовое стекло)
керамические пластины

C2 CO электрических и магнитных свойств

C2.1 Диэлектрическая проницаемость

C2.2 Сопротивление

C2.3 Магнитная проницаемость

C3 CO для частотных измерений**C4 CO радиоактивности**

C4.1 Радиационная дозиметрия

C4.2 Радиоактивные фармацевтические препараты

C4.3 Меченые соединения

C4.4 Матричные материалы

C4.5 Данные по углероду-14 для определения возраста материалов

C5 CO термодинамических свойств

C5.1 Калориметрия

C5.2 Теплопроводность

металлы

боросиликатное стекло

пластины из волоконных материалов

C5.3 Давление паров

C5.4 Тепловое расширение

C5.5 Тепловое сопротивление

C5.6 реперные точки международной температурной шкалы

C5.7 Точка Кюри

C5.8 Точка кипения

C5.9 Точка плавления

C5.10 Эталоны для теплового анализа

C6 CO физико-химических свойств

C6.1 Плотность

C6.2 Вязкость

C6.3 Поверхностное натяжение

C6.4 Молекулярная масса

C7 CO для идентификации волокон

C7.1 Естественные волокна

волосы (шерсть) животных

растительные волокна

C7.2 Синтетические волокна

органические полимеры
неорганические

C7.3 Асбестовое волокно

грубые волокна
установленные образцы для подсчета волокон

C8 СО других свойств

C8.1 Испытание порошков на сдвиг

C8.2 Минералы для рентгеновской дифракции

КАТЕГОРИЯ D: ТЕХНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА

D1 Обработка поверхности

D1.1 Шероховатость поверхности

D1.2 Коррозия

D1.3 Микротвердость

D1.4 Абразивный износ

D1.5 Свойства пленок и поверхностей

Номинальная толщина
- рентгеновская флюоресценция
- отражение β -частиц
- шумы ионного луча

D2 Размер

D2.1 Размер частиц

материалы из макрочастиц
суспензии латексных сфер

D2.2 Площадь удельной поверхности

D3 Неразрушающий контроль

D3.1 Испытательные блоки для проникновения красителя

D3.2 Искусственные трещины для вихретокового метода

D3.3 Образцы для магнитопорошкового метода

D4 Твердость

D4.1 Твердость по Роквеллу

D4.2 Ударопрочность по Изоду

D5 Стойкость к удару

D5.1 Испытательные блоки с V-надрезом по Шарпи

D6 Предел прочности

D7 Эластичность

D8 Ползучесть

D9 Пожарные исследования

D9.1 Поверхностная воспламеняемость

D9.2 Плотность дыма

КАТЕГОРИЯ E: РАЗНОЕ

(Под-категории разрабатываются по требованию).

ПРИЛОЖЕНИЕ С**ПЕРЕКРЕСТНЫЕ ССЫЛКИ К ISO 9000, РУКОВОДСТВА ISO 34 И ISO/IEC 17025**

Перекрестные ссылки между элементами Руководством ИЛАС по оценке компетентности производителей СО и, где уместно, ISO 9001:1994, Руководство ISO 34:1996 и ISO/IEC 17025:2000

ИЛАС Requirements	ISO 9001:1994	ISO Guide 34:1996	ISO/IEC 17025:2000
--------------------------	----------------------	--------------------------	---------------------------

(таблица идентична приведенной в оригинале документа)

ПРИЛОЖЕНИЕ D

СОДЕРЖАНИЕ СЕРТИФИКАТОВ, СОПРОВОЖДАЮЩИХ СО

Введение

Руководство ISO 31 дает указания по поводу информации, которая должна содержаться в сертификатах, сопровождающих СО. Текущее издание Руководства ISO 31 было выпущено в 1981г. и в настоящее время пересматривается.

Руководство ISO 31 говорит о том что, “в последние 15 лет наблюдается общее снижение выдачи протоколов о сертификации при увеличении объема информации, представляемой в сертификатах. Это необязательно является проблемой для пользователей СО, при условии, что информация в полном объеме соответствующая отчету о сертификации всегда будет доступна при обращении к поставщикам СО.”

В то же самое время, информация, требуемая от сертификата, обычно больше чем сертифицированное или установленное значение характеристики. Подробности, касающиеся способа вскрытия контейнера, минимальное количество образца, которое должно быть использовано для измерения, стабильность материала, способ хранения, и используемый метод в случае, когда установление значения характеристик аттестованных СО зависит от метода – это все существенная информация для пользователя.

Руководством ISO 31 устанавливается, что информация, представляемая на этикетке, должна служить только для идентификации аттестованных СО и должна быть ограничена названием производителя, наименованием образца, кода образца по каталогу производителя, и номером партии. Чтобы предотвратить использование образцов без предварительного изучения информации представленной в сертификате, рекомендуется не указывать на этикетке установленные(ое) значения(е) характеристик(и).

Область применения

В Пункте 2 Руководства ISO 31 приводится ряд разделов, указывающих различные категории информации, которую нужно принять во внимание при подготовке сертификата. Для каждого раздела дается объяснение, иллюстрируемое примером, в случае необходимого разъяснения. Эти разделы позволяют охватить информацию, необходимую для самого широкого диапазона сертифицированных СО, включая СО физических свойств, СО химического состава, СО с согласованными значениями и СО биологических свойств (в том числе выраженные в единицах, не входящих в систему СИ).

Некоторая информация считается обязательной, и должна приводиться всегда; другие подробности являются необязательными, но могут быть приведены, если они будут полезны. Не вся обязательная информация будет одинаково важной для всех случаев, например, стабильность сплава металла будет редко запрашиваться, но ни один из обязательных пунктов никогда не должен опускаться.

Разделы даются в логичном порядке представления информации, а именно:

- идентификация производителя и СО (Пункты с 2.1 по 2.4);
- описание образца и его назначение (Пункты с 2.5 по 2.9);

- установленные значения, их прослеживаемость и срок действия сертификата (Пункты с 2.10 по 2.15);
- другая информация (Пункты с 2.16 по 2.18).

Сертификат включает следующие разделы:

- 2.1 * Наименование и адрес сертифицирующего органа
- 2.2 * Название документа
- 2.3 * Наименование образца
- 2.4 * Код СО и номер партии
- 2.5 * Описание образца и его предыстория
- 2.6 Назначение
- 2.7 * Инструкции по правильному применению образца
- 2.8 * Безопасность
- 2.9 Степень однородности
- 2.10 * Аттестованные значения характеристик и приписанные им неопределенности на установленном уровне доверительной вероятности
- 2.11 * Прослеживаемость
- 2.12 Значения характеристик, полученные отдельными лабораториями или методами
- 2.13 * Неаттестованные значения
- 2.14 * Дата сертификации или установления значения характеристики
- 2.15 * Стабильность
- 2.16 Дополнительная информация
- 2.17 * Законодательные требования
- 2.18 * Подписи и указание должностных лиц, подписывающих сертификат.

*Примечание 1: Пункты, выше отмеченные *, указывают минимальную информацию, которую нужно обеспечить, если возможно, в сертификате на СО, входящих в область аккредитации производителя.*

Примечание 2: Пункты 2.10 и 2.11 не применимы к СО (RMs) и должны быть заменены на установленные значения характеристик или характеристики согласно Пункту 2.13.

Примечание 3: Руководством ISO 30 для аттестованных СО (CRM), согласно их определению, требуется, чтобы значения характеристик были сертифицированы путем использования процедуры, которая устанавливает прослеживаемость значений характеристик к эталонам единиц, в которых они выражены. Исправленное определение во втором издании Руководства ISO 30 требует, чтобы все сертифицированные значения характеристик сопровождалось интервалом неопределенности на заявленном уровне доверительной вероятности, и была показана прослежи-

ваемость к “ эталону единицы, в которой значение характеристики выражено. Поэтому эти дополнительные требования должны быть рассмотрены при подготовке сертификата.

Дополнительно к разделам информации, перечисленным в Руководстве ISO 31 следует обеспечить пользователя аттестованных СО (CRM) другой сопроводительной документацией, предоставляемой вместе с аттестованным СО и его сертификатом.

ПРИЛОЖЕНИЕ Е

ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТЬ ИЗМЕРЕНИЙ

Прослеживаемость можно определить как демонстрацию определенных количественных связей и их неопределенностей (оцененных согласно принципам Руководства ISO по выражению неопределенности измерений) между результатами измерения и значениями национальных или международных эталонов.

Примечание: Руководство ISO 34:1996 (пересматривается) описывает установление значений характеристик и оценку неопределенности при производстве СО, а документ EURACHEM Количественное описание неопределенности в аналитической химии 1995 дает руководство по применению к химическим измерениям Руководства ISO по выражению неопределенности измерений.

Прослеживаемость не является итогом сама по себе. Целью установления прослеживаемости результатов измерений является обеспечение того, что результаты могут быть установлены с рассчитанной неопределенностью в соответствующих единицах измерения (обычно единицы измерения системы СИ) так, чтобы они действительно были такими, какими следует, а также точны, сопоставимы со значениями, полученными при других измерениях, выполненных другими методами в других областях, стабильными в течение длительного времени, и независимыми от систематических погрешностей или внешних факторов.

Примечание: Когда измерения выполнены для официальных целей, соответствующие единицы измерения предписываются как законные единицы измерения. В суде может потребоваться демонстрация цепочки прослеживаемости между результатом измерения, представленным в качестве свидетельства, и значением национальных эталонов.

Наименьшая неопределенность к единицам СИ в химическом анализе (или в любой другой области измерения) достигается при измерениях, выполненных с использованием первичных методов измерения, которые правильно применяются и для которых проведена оценка неопределенности. Однако, на практике, могут применяться другие (косвенные) методы измерения (с установленной неопределенностью), результаты которых прослеживаемы к значениям других установленных реперов.

Примечание 1: Эксперты должны оценить прослеживаемость значений с учётом неопределенности и коэффициента охвата, требуемых для области применения СО.

Примечание 2: Первичный метод измерения - метод, имеющий наивысшие метрологические свойства, действие которого может быть полностью описано и понято, для которого полный бюджет неопределенности может быть записан через единицы СИ, и результаты которого поэтому принимаются без сравнения с эталонами измеряемой характеристики.

Признанными примерами первичных методов измерения для химического состава в аналитической химии являются титриметрия, гравиметрия, кулонометрия, масс-спектрометрия с изотопным разбавлением, и некоторые коллигативные или физико-химические методы определения характеристик, такие как депрессия точки замерзания.

Примечание 3: Первичный СО – образец, имеющий наивысшие метрологические свойства, значение характеристики которого определено посредством первичного метода измерения.

Примечание 4: Для косвенных методов могут потребоваться:

(А) использование атомных масс, молярных масс или различных фундаментальных констант (например, число Фарадея или число Авогадро), неопределенность которых оценена и которые связаны со значениями характеристик чистых материалов или четко-установленных систем со значениями единиц СИ;

(В) комбинации методов, для которых полная неопределенность оценена, объединением всех связей к значениям национальных и международных эталонов, выраженных в соответствующих единицах, включенных в систему СИ;

(С) использование СО того же самого или подобного вещества, непосредственно связанного с единицами СИ через цепочку прослеживаемости), достигающую высшей точки в измерении, использующем первичный метод, и для которого полная неопределенность, включая неопределенность, вызванную матричными эффектами, оценена;

(D) сравнение со значениями других эталонов, методов или средств измерения, которые реализуют воспроизведение или генерацию точных значений химического состава, которые являются самостоятельно связанными с единицами СИ.

Примечание 5: Подходы, использующие единственный метод должны использоваться только в случае, когда доступны соответствующее оборудование и экспертиза. Часто предпочтительно, чтобы значения характеристики были установлены несколькими исполнителями, работающими независимо и использование более одного метода, для каждого из которых полный бюджет неопределенности и связь с единицами СИ известны.

Установление прослеживаемости иногда может быть трудным для значений СО, характеризующих химический состав. Приложение А Руководства ISO 34:1996 описывает некоторые сложности, которые могут возникнуть при сертификации значений характеристик отдельных типов СО и утверждает, что является необходимым определить, к какому “соответствующему стандарту” должна быть установлена прослеживаемость. Во многих случаях возможно установить прослеживаемость к значениям национальных эталонов (и следовательно, к единицам СИ), как описано выше, но в других это может быть прослеживаемость к определенной шкале или описанному методу.

Примечание: Руководство ISO 34:1996 и Руководство ISO 35:1989 (пересматривается) рекомендуют использование “единственного точного метода” как одну из возможных процедур для сертификации СО и определяют “точный метод” как такой метод, для которого характеристика “либо непосредственно измерена в терминах основных единиц измерения или косвенно связана с основными единицами через физическую и химическую теорию, выраженную в точных математических уравнениях.”

Таким образом, “точные методы”, как становится ясно из этих двух Руководств ISO, включают первичные методы измерения, как описано выше для специфического случая, где значения свойств определены в терминах единиц СИ, но могут также включать определенные шкалы или описанные методы, где единицы СИ не применяются.