

# ВОПРОСЫ ПОДГОТОВКИ КАЛИБРОВОЧНОЙ ЛАБОРАТОРИИ К АККРЕДИТАЦИИ



*А.А. Данилов,  
доктор технических наук, профессор,  
и.о. директора ФБУ «Пензенский ЦСМ», г. Пенза,  
aa-dan@mail.ru*

В данной статье предлагаются ответы на ряд вопросов, которые возникают перед сотрудниками калибровочных лабораторий при подготовке к аккредитации. Основные положения представленного материала прозвучали в июле 2017 г. в выступлении на совещании заместителей директоров ФБУ ЦСМ ПФО и были кратко изложены в журнале «Главный метролог» [1]. По просьбе редакции здесь они даются в развернутом виде и представляют не более чем мнение автора.

## 1. Методики калибровки средств измерений

В соответствии с пунктом 55.7 критериев аккредитации [2] калибровочная лаборатория должна иметь методики калибровки средств измерений в соответствии

с областью аккредитации, а в соответствии с пунктом 55.6 в) критериев аккредитации [2] калибровочная лаборатория должна осуществлять «разработку или выбор методики калибровки».

Вместе с тем в примечании к пункту 5.4.5.1 ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [3] говорит-



ся: «Международные, региональные, национальные стандарты или общепринятые технические условия, содержащие достаточную и краткую информацию о том, как проводить испытания и/или калибровку, не нуждаются в дополнениях или переоформлении в качестве внутренних процедур, если эти стандарты написаны так, что они могут быть использованы в опубликованном виде сотрудниками лаборатории».

К сожалению, перечень стандартизованных методик, которые могут быть использованы для калибровки средств измерений и из которых может быть осуществлен «выбор», крайне невелик. В него могут быть включены:

- приложение С ГОСТ OIML R 111-1 [4] (калибровка гирь или набора гирь),
- раздел 9 ГОСТ Р 8.906 [5] (калибровка манометров),
- раздел 11 ГОСТ 8.461 [6] (калибровка термопреобразователей сопротивления).

К перечисленным могут быть добавлены примеры методик калибровки, изложенные в ГОСТ Р 54500.3 [7], EA 4/02 [8] и документах EURAMET [9]. Возможно, есть и другие стандартизованные методики калибровки, но об их существовании автору ничего неизвестно.

Таким образом, учитывая, что выбирать почти не из чего, калибровочной лаборатории придется осуществлять разработку методик калибровки, которая может быть выполнена в соответствии с [10, 11]. При этом в соответствии с пунктом 55.6 в) критериев аккредитации [2] необходимо провести опробование методики калибровки. В чем же заключается указанное опробование? Видимо в том, что должны быть реализованы положения следующих пунктов ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [3]:

«5.4.5.2 Разработанные или принятые лабораторией методики также могут быть использованы, если они пригодны и оценены...»

5.4.4 Если необходимо использовать нестандартные методики, то они должны быть согласованы с заказчиком и содержать четкое описание требований заказчика и цели испытания и/или калибровки. Перед использованием разработанная методика

должна пройти оценку пригодности».

Таким образом, перед применением разработанной в лаборатории методики калибровки, необходимо провести ее валидацию, а впоследствии периодически проводить ее верификацию.

Как рекомендовано в Руководстве Еврахим [12]: «Лаборатория может внедрить методику, прошедшую валидацию, которая, например, опубликована в качестве стандарта, или же приобрести полную измерительную систему, предназначенную для конкретного применения, у коммерческого производителя. В обоих случаях основная работа по валидации уже выполнена, однако лаборатория должна подтвердить свою способность использовать данную методику. Это и есть верификация. Это означает, что для демонстрации корректной работы методики в лаборатории должна быть проделана определенная работа. Тем не менее, объем работы будет гораздо меньшим по сравнению с валидацией методики, разработанной внутри лаборатории».

Кроме того, в соответствии с пунктом 5.4.5.2 ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [3]: «Лаборатория должна регистрировать полученные результаты, процедуру, использованную для оценки пригодности, и решение о том, подходит ли метод для целевого использования».

Таким образом, калибровочная лаборатория должна не только проводить валидацию и верификацию методик калибровки, т.е. оценку их пригодности, но и регистрировать полученные результаты. Обычно это делается в виде отчетов об оценке пригодности.

Каким образом проводить и оформлять результаты оценки пригодности методик калибровки? Сначала следует определить, какие характеристики методики калибровки будут определяться при оценке ее пригодности и установить правила принятия решения. В соответствии с пунктом 5.4.5.3 ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [3] в качестве валидационных характеристик используют неопределенность результатов, предел обнаружения, избирательность, линейность, предел повторяемости и/или воспроизводимости, устойчивость к внешним воздействиям и/или чувствительность к влиянию

матрицы пробы/объекта испытаний.

При оценке пригодности методик калибровки сравнивают полученные оценки неопределенности измерений  $U$  с допускаемыми значениями (так называемой целевой неопределенностью).

Источниками целевой неопределенности  $U_T$  могут быть [13]:

- требования заказчика;
- требования, указанные в нормативной или технической документации;
- наилучшие калибровочные возможности лаборатории, указанные в ее области аккредитации (Calibration and Measurement Capability – CMC);
- границы максимально допустимой погрешности (MPE).

Следует отметить, что при подготовке к аккредитации требования заказчика обычно еще не сформулированы ввиду отсутствия заказчика, поэтому в качестве целевой неопределенности целесообразно использовать границы максимально допустимой погрешности. При этом должно выполняться неравенство [14]:

$$U_T \leq f \cdot MPE,$$

где  $f = 0,2$  или  $0,33$ .

Для оценки эффективности методики калибровки примечание 2 к пункту 5.4.5.2 ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [3] рекомендует применять следующие способы (или их сочетание):

- калибровка с использованием исходных эталонов и стандартных образцов;
- сравнение результатов, полученных с помощью других методов;
- межлабораторные сравнительные испытания;
- систематическое оценивание факторов, оказывающих влияние на результат;
- оценивание неопределенности результатов на основе научного осмысления теоретических принципов метода и практического опыта.

Первые три способа являются реализациями сравнительного подхода, а два последних – научного [13].

В случае сравнительного подхода для установления пригодности методики калибровки обычно вычисляют смещение  $E$  по

формуле (B5) ГОСТ ISO/IEC 17043 [15]:

$$E = \frac{|x_{lab} - x_{ref}|}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}},$$

где  $x_{lab}$  и  $U_{lab}$  – значение измеряемой величины и его расширенная неопределенность, полученные в результате применения методики калибровки в калибровочной лаборатории,  $x_{ref}$  и  $U_{ref}$  – референтное значение измеряемой величины и его расширенная неопределенность.

Методику калибровки признают пригодной, если неопределенность калибровки не превосходит целевой неопределенности, т.е.  $U \leq U_T$ , а смещение  $E \leq 1$ , о чем должно быть отмечено в отчете об оценке пригодности методики калибровки.

Следует отметить, что сравнительный подход к оценке эффективности методики калибровки удается реализовать далеко не всегда, прежде всего, из-за отсутствия технических возможностей. Учитывая, что в соответствии с примечанием 3 к пункту 5.4.5.3 ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [3] «оценка пригодности – это всегда компромисс между затратами, риском и техническими возможностями», вместо экспериментального сравнительного подхода для оценки эффективности методик калибровки приходится использовать научный подход.

## 2. Оформление результатов калибровки средств измерений

Ниже приводятся некоторые особенности, которые следует учитывать при оформлении результатов калибровки.

Во-первых, применение калибровочных клейм потеряло смысл. Учитывая, что калибровка – «установление соотношения между значениями величин с неопределенностями измерений, которые обеспечивают эталоны, и соответствующими показаниями с присущими им неопределенностями» [16], то нанесение калибровочного клейма на средство измерений не дает информации об указанном выше «установленном соотношении». Именно поэтому результаты калибровки оформляют сертификатом калибровки и протоколом калибровки, в которых приводят «установленные соотношения». При этом ни в сертификат кали-



бровки, ни в протокол калибровки калибровочные клейма можно также не наносить, т.к. сведения об аккредитованной калибровочной лаборатории в указанных документах должны быть приведены согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [3], равно как и сведения о лице, проводившем калибровку.

Во-вторых, в некоторых случаях средство измерений, предъявленное на калибровку, может оказаться неработоспособным, что не позволяет оформить на него сертификат калибровки. Извещение о непригодности средства измерений к применению в этом случае также оформить нельзя. Как в этом случае поступить? Учитывая, что в соответствии с пунктом 5.10.5 ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [3] протокол калибровки может содержать раздел мнение / толкование, именно там может быть сделана запись о соответствии / несоответствии результатов калибровки требованиям.

И наконец, в-третьих, в соответствии с пунктом 5.10.4.1 ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [3] «сертификат калибровки должен содержать доказательства того, что результаты измерений прослеживаются». Что же под этим понимать?

Напомню, что в соответствии с [16] «2.42. Цепь метрологической прослеживаемости – последовательность эталонов и калибровок, которые используются для соотнесения результата измерения с основой для сравнения.

Примечание 1 – Цепь метрологической прослеживаемости определяется через иерархию калибровки.

Примечание 2 - Цепь метрологической прослеживаемости используется для установления метрологической прослеживаемости результата измерения».

Примеры цепи метрологической прослеживаемости приведены в разделе 5 ГОСТ ISO 17511 [17].

Таким образом, если подходить формально, то в сертификате калибровки необходимо указать всю цепь метрологической прослеживаемости к единицам Международной системы SI. Но как это сделать?

В COOMET R/GM/15:2007 [18] установлен порядок оформления сертификатов калибровки, выдаваемых национальными метрологическими институтами в рамках

CIPM MRA, в которых предусмотрена строка: «Наименование эталонов и их статус / идентификация / доказательство прослеживаемости», а в примечании к пункту 3.3.2 сказано: «Доказательство прослеживаемости результатов измерений с указанием всех эталонов (и их принадлежности, например, института или страны), задействованных в передаче размера единицы, должно приводиться в сертификате калибровки, если это необходимо для интерпретации результатов калибровки».

Понятно, что национальные метрологические институты в качестве доказательства прослеживаемости к единицам Международной системы SI могут указать, что калибровка выполнена с помощью Государственного первичного эталона, его прослеживаемость подтверждена участием в сличениях и т.д. [19, приложение А].

Каким же образом указать прослеживаемость в сертификатах калибровки рядовыми калибровочными лабораториями? Неужели указывать всю цепь метрологической прослеживаемости? Видимо, да.

### 3. Формирование области аккредитации калибровочной лаборатории

При формировании области аккредитации перед калибровочной лабораторией встает задача оценки наименьшей достигаемой расширенной неопределенности измерений при калибровке средств измерений, т.е. оценки так называемых калибровочных и измерительных возможностей – Calibration and Measurement Capability (CMC).

В соответствии с политикой ИЛАК [19]: «5.2 Не должно быть никакой двусмысленности при выражении CMC, представленных в области аккредитации и, следовательно, в отношении наименьшей неопределенности измерения, которую, как ожидается, может достичь лаборатория при выполнении калибровки или измерения...»

5.3 Неопределенность, перекрываемая CMC, должна быть выражена в виде расширенной неопределенности, имеющей установленную вероятность охвата, равную примерно 95 %...

5.4 ... При формулировании CMC лаборатории должны уделять внимание харак-

теристикам «наилучшего существующего средства измерений», которое имеется для определенной категории калибровок...

Признано, что для некоторых калибровок «наилучшее существующее средство измерений» не существует и/или вклады в неопределенность, связанные со средством измерений, значительно влияют на неопределенность. Если такие вклады в неопределенность, связанные со средством измерений, могут быть отделены от других вкладов, то вклады от средства измерений могут быть исключены из указываемых в СМС неопределенностей...».

Для оценки СМС в соответствии с А4 ЕА 4/02:1999 [20] исходят из предположения, что «наименьшая выдаваемая неопределенность не должна зависеть от характеристик калибруемого прибора», т.е. калибруемое «наилучшее существующее средство измерений» идеально, а потому все вклады, связанные с неопределенностью калибруемого средства измерений, принимаются равными нулю [21].

При указанном предположении наибольший вклад в СМС будет вносить неопределенность измерений, обусловленная эталонами, применяемыми при калибровке средств измерений. При этом эталоны должны быть калиброваны, а в сертификатах их калибровки приведены расширенная неопределенность и коэффициент охвата.

В таблице приведены формулы для оценки СМС калибровочной лаборатории для типовых способов калибровки мер и измерительных приборов, вывод которых выполнен в [21]. Формулы получены с использованием результатов, приведенных в [22, 23] в предположении, что все вклады, связанные с неопределенностью калибруемого средства измерений, принимаются равными нулю, а вклады неопределенности, связанные с изменчивостью показаний, оцениваемой по типу А, пренебрежимо малы, что справедливо при достаточном количестве повторных наблюдений (в противном случае их необходимо учитывать). В некоторых случаях целесообразно учитывать составляющую неопределенности измерений, обусловленную округлением результатов измерений.

В некоторых случаях целесообразно учитывать составляющую неопределенности измерений, обусловленную округлением результатов измерений.

Таблица. Формулы для оценки СМС

Способ калибровки	Наименьшая расширенная неопределенность
Калибровка измерительного прибора с помощью эталонной меры	$k \cdot u_S$
Калибровка измерительного прибора сличением с эталонным прибором	$k \cdot u_S$
Калибровка меры с помощью эталонного прибора	$k \cdot u_S$
Калибровка меры одновременным сличением с эталонной мерой с помощью компаратора	$k \cdot \sqrt{u_S^2 + u_0^2}$
Калибровка меры разновременным сличением с эталонной мерой с помощью компаратора	$k \cdot \sqrt{u_S^2 + 2 \cdot u_0^2}$



В таблице приняты следующие обозначения:

$k$  – коэффициент охвата,  $u_s$  – стандартная неопределенность эталона,  $u_0$  – стандартная неопределенность компаратора.

В соответствии с СОOMET R/GM/32:2017 [23] «в тех случаях, когда отсутствует информация о виде распределения неопределенности измеряемой величины, часто в целях унификации также рекомендуется принимать коэффициент охвата, равным 2 ( $k = 2$ ), и считать, что при этом расширенная неопределенность результата измерения будет примерно соответствовать вероятности охвата 0,95».

Стандартную неопределенность эталона оценивают по типу В. Источник информации – сертификаты калибровки этих эталонов.

Однако пока приходится мириться с тем фактом, что эталоны, применяемые при калибровке средств измерений, не калиброваны, а поверены. Принимая этот факт, как данность, составляющую неопределенности измерений, обусловленную эталоном, приходится оценивать самостоятельно, как составляющую по типу В. Некоторые способы такой оценки приведены в [23], однако они, по мнению автора, чрезвычайно оптимистичны.

Поскольку сведения о распределении вероятностей погрешности эталона обычно отсутствуют, логично предположить, что значения погрешности равновероятны внутри границ интервала, ограниченного пределами допускаемой погрешности  $\pm \Delta$ . При этом стандартную неопределенность измерений, обусловленную эталоном, можно было бы оценить по формуле [3]:

$$u_s \leq \Delta / \sqrt{3},$$

где  $\Delta$  – предел допускаемой погрешности эталона.

Следует отметить, что при таком подходе будет получена оценка «сверху» стандартной неопределенности измерений, обусловленной эталоном, использование которой позволит получить оценку «сверху» СМС калибровочной лаборатории.

Получив формулы для оценки наименьшей достигаемой расширенной неопре-

деленности измерений при калибровке, возникает новая задача: как ее указать в области аккредитации в рассматриваемом случае, когда измеряемая величина представлена в виде диапазона значений?

Политика ИЛАК [19] дает следующие рекомендации:

«5.2...Особое внимание нужно уделить случаю, когда измеряемая величина представлена в виде диапазона значений. В этом случае неопределенность, как правило, выражается одним или более из следующих способов:

- а) единственное значение, которое достоверно во всем диапазоне измерения;
- б) диапазон, в этом случае калибровочная лаборатория должна разработать соответствующий способ выполнения интерполирования с целью получения неопределенности промежуточных значений;
- в) функция в явном виде, определяющая зависимость значений неопределенности от измеряемой величины или параметра;
- г) матрица, в которой значения неопределенности зависят от значений измеряемой величины и дополнительных параметров;
- д) графическая форма, обеспечивающая соответствующее разрешение по каждой из осей для получения, как минимум, двух значащих цифр для неопределенности.

При указании неопределенности не допускаются открытые интервалы (например, « $U < x$ »).

Указывать расширенную неопределенность в виде единственного значения, как рекомендуется в подпункте а), не совсем приемлемо, т.к. придется указать максимальное значение расширенной неопределенности, соответствующее, скорее всего, конечной точке диапазона измерений, а применять придется это же значение в том числе и в начале диапазона измерений.

Указывать расширенную неопределенность в виде диапазона, как рекомендуется в подпункте б), потребует разработки способа интерполирования, который придется еще и обосновать.

Указывать расширенную неопределен-

ность в графической форме, как рекомендуется в подпункте д), мягко говоря, не совсем удобно (точнее, совсем не удобно).

По отмеченным выше причинам способы, рекомендованные в пункте 5.2 а), б), д) политики ИЛАК [19], редко применимы.

Указывать расширенную неопределенность матрицей, как рекомендуется в подпункте г), удобно, например, для гирь (см. пример 3 [24]), концевых мер длины и т.д.

В случае же калибровки омметра наиболее удобно указать расширенную неопределенность формулой (см. пример 1 [24]).

Надеюсь, что представленный материал будет полезен читателям журнала.

#### Литература

1. Гордеев К.Ю. Актуальные вопросы деятельности государственных региональных центров метрологии в итогах совещания-семинара заместителей директоров ФБУ ЦСМ. // Главный метролог. 2017. № 4 (97). С. 32-43.
2. Приказ Минэкономразвития России от 30.05.2014 г. № 326 «Об утверждении Критериев аккредитации, перечня документов, подтверждающих соответствие заявителя, аккредитованного лица критериям аккредитации, и перечня документов в области стандартизации, соблюдение требований которых заявителями, аккредитованными лицами обеспечивает их соответствие критериям аккредитации».
3. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.
4. ГОСТ OIML R 111-1-2009 ГСИ. Гири классов точности E1, E2, F1, F2, M1, M1-2, M2, M2-3 и M3. Часть 1. Метрологические и технические требования.
5. ГОСТ Р 8.906-2015 ГСИ. Манометры показывающие. Эталонные средства измерений. Метрологические требования и методы испытаний.
6. ГОСТ 8.461-2009 ГСИ. Термопреобразователи сопротивления из платины, меди и никеля. Методика поверки.
7. ГОСТ Р 54500.3-2011 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения.
8. EA-4/02 M: 2013 Evaluation of the Uncertainty of Measurement In Calibration.
9. EURAMET Calibration Guides and Technical Guides Calibration Guides // URL: <https://www.euramet.org/publications-media-centre/cgs-and-tgs/>
10. ГОСТ Р 8.879-2014. ГСИ. Методики калибровки средств измерений. Общие требования к содержанию и изложению.
11. COOMET R/GM/31:2016 Методики калибровки средств измерений. Общие требования.
12. ЕВРАХИМ. Валидация аналитических методик / Пер. с англ. 2-го изд. Под ред. Г.Р. Нежиховского, СПб.: ЦОП «Профессия», 2016. – 312 с.
13. Волков О.О., Захаров И.П. Валидация методик калибровки: основные подходы и пути реализации // Метрология и приборы. 2013. № 2-II (40). С. 54-58.
14. OIML G 19:2017 (E) The role of measurement uncertainty in conformity assessment decisions in legal metrology.
15. ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации.
16. Международный словарь по метрологии: основные и общие понятия и соответствующие термины: Пер. с англ. и фр. / ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, БелГИМ. – СПб.: НПО «Профессионал», 2010. – 82 с.
17. ГОСТ ISO 17511-2011 Изделия медицинские для диагностики in vitro. Измерение величин в биологических пробах. Метрологическая прослеживаемость значений, приписанных калибратором и контрольным материалам.
18. COOMET R/GM/15:2007 Порядок оформления сертификатов калибровки, выдаваемых национальными метрологическими институтами в рамках CIPM MRA.
19. Р 50.1.109-2016 Политика ИЛАК в отношении неопределенности при калибровках.
20. EA 4/02:1999 Expressions of the Uncertainty of Measurements in Calibration.
21. Данилов А.А., Пименова Е.Ю., Тюрина Ю.Г. Практические вопросы формирования области аккредитации калибровочной лаборатории // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2017. Т. 83. № 8. С. 73-76.
22. Захаров И.П., Водотыка С.В., Шевченко Е.Н. Методы, модели и бюджеты оценивания неопределенности измерений при проведении калибровок // Измерительная техника. 2011. №4. С. 20-26.
23. COOMET R/GM/32:2017 Рекомендация КО-ОМЕТ. Калибровка средств измерений. Алгоритмы обработки результатов измерений и оценивания неопределенности.
24. Данилов А.А., Тюрина Ю.Г. Примеры оценки калибровочных и измерительных возможностей калибровочной лаборатории. // Законодательная и прикладная метрология. 2017. № 5. С. 31-35. ■