

Правовой статус методик (методов) измерений и предъявляемые метрологические требования

Бессонов Ю.С.

Зам. зав. лабораторией
«Метрологического обеспечения КХА»
ФГУП УНИИМ, к.х.н.

Методики выполнения измерений – МВИ – появились как метрологический объект в 1972г.

Объективными причинами появления МВИ в метрологической деятельности явились сформулированные в то время **принципы обеспечения единства измерений:**

- **результаты измерений должны выражаться в узаконенных единицах**

- **должна быть известна погрешность измерений.**

Для реализации этих принципов в тот период были разработаны и стали внедряться основные положения **Государственной системы обеспечения единства измерений (ГСИ).**

При реализации этих принципов стало понятно, что **недостаточно иметь СИ, метрологические характеристики которых удовлетворяют установленным требованиям, т.к. погрешность многих измерений зависит не только от МХ СИ, но и от других причин, которые определяются методом и процедурой измерений, т. е. существует погрешность метода; погрешности, возникающие при отборе пробы и ее подготовке; личностные погрешности операторов; условия измерений и другие причины.**

- В этой связи был разработан **ГОСТ 8.010-72 «ГСИ. Общие требования к стандартизации и аттестации МВИ»**, регламентирующий основные положения разработки и применения МВИ. С этого момента начался процесс внедрения МВИ в практику работы метрологических служб. В результате развития работ в этой области появились стандарты и методические документы на МВИ, началась аттестация МВИ.
- Опыт разработки и аттестации МВИ был обобщен во вновь разработанном стандарте **ГОСТ 8.010-90 «ГСИ. Методики выполнения измерений»**, который согласно постановлению Госстандарта прекратил свое действие на территории РФ с 01 июля 1997 года и заменен с этого времени новым стандартом **ГОСТ 8.563-96 «ГСИ. Методики выполнения измерений»**.

К настоящему времени разработано огромное количество документов, регламентирующих как требования к методикам измерений, так и сами методики измерений.

**В развитие Федерального закона № 102-ФЗ
«Об обеспечении единства измерений»
разработана новая редакция
ГОСТ Р 8.563-2009
«ГСИ. Методики (методы) измерений»,
регламентирующего в том числе
метрологические требования и критерии
аттестации методик измерений**

**Правовые основы применения методик измерений
определены в Федеральном законе № 102-ФЗ
«Об обеспечении единства измерений», согласно
которому все измерения делятся на относящиеся
к сфере государственного регулирования
обеспечения единства измерений, к которой
предъявлены особые требования и измерения,
не относящиеся к этой сфере, требования к
которым устанавливаются самими
потребителями измерительной информации,
получаемой с применением методик измерений
(добровольная сфера применения методик
измерений)**

Сфера государственного регулирования обеспечения единства измерений распространяется на измерения, к которым установлены обязательные требования (в редакции Федеральных законов « 242-ФЗ ОТ18.072011 И №347 ОТ 30.11.2011) и которые выполняются при:

- осуществлении деятельности в области здравоохранения;**
- осуществлении ветеринарной деятельности;**
- осуществлении деятельности в области охраны окружающей среды;**
- осуществлении деятельности по обеспечению безопасности при чрезвычайных ситуациях;**
- выполнении работ по обеспечению безопасных условий и охраны труда;**
- осуществлении производственного контроля за соблюдением установленных законодательством Российской Федерации требований промышленной безопасности к эксплуатации опасного производственного объекта;**
- выполнении государственных учетных операций;**
- осуществлении деятельности в области обороны и безопасности государства;**
- осуществлении деятельности в области гидрометеорологии;**
- проведении таможенных операций;**
- выполнении работ по оценке соответствия промышленной продукции и продукции других видов установленным законодательством Российской Федерации обязательным требованиям;**
- осуществлении мероприятий государственного контроля (надзора);**
- измерения, предусмотренные законодательством Российской Федерации о техническом регулировании;**
- Осуществление деятельности в области использования атомной энергии**

Согласно закону №102 Федеральные органы исполнительной власти, осуществляющие нормативно-правовое регулирование в закрепленных областях деятельности по согласованию с Ростехрегулированием определяют измерения, относящиеся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, и устанавливают к ним обязательные метрологические требования, в том числе показатели точности измерений.

- В настоящее время разработаны и действуют:
 - **Перечень измерений и обязательных метрологических требований к ним, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и производимых при выполнении работ по обеспечению безопасных условий и охраны труда, в том числе на опасных производственных объектах (Приказ Минздравсоцразвития РФ № 1034 от 09.09.2011г.);**
 - **Перечень измерений и обязательных метрологических требований к ним, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений в области обороны (Приказ Минобороны №4 от 10.01.2009г.)**
 - **Проект Перечня измерений и обязательных метрологических требований к ним в авиационной промышленности**

**При осуществлении деятельности в
остальной сфере государственного
регулирования обеспечения единства
измерений в настоящий момент
легитимными являются все
предусмотренные виды выполняемых
измерений и предъявляемые к ним
действующими нормативными документами
метрологические требования, в т.ч.
требования к точности измерений,**

Требования, предъявляемые к измерениям в сфере государственного регулирования

- Измерения, относящиеся к сфере государственного регулирования ОЕИ, должны выполняться по аттестованным методикам (методам) измерений, за исключением методик (методов) измерений, предназначенных для выполнения прямых измерений**
- Применяемые средства измерений, стандартные образцы должны быть утвержденных типов и внесены в соответствующие государственные реестры, вспомогательное оборудование и программное обеспечение аттестовано.**
- Методики (методы) измерений, предназначенные для выполнения прямых измерений, вносятся в эксплуатационную документацию на СИ а их подтверждение соответствия обязательным метрологическим требованиям к измерениям осуществляется в процессе утверждения типов данных средств измерений.**
- Аттестацию методик (методов) измерений проводят аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.**
- Сведения об аттестованных методиках (методах) измерений передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.**

ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЗАКОН
О ТЕХНИЧЕСКОМ РЕГУЛИРОВАНИИ
От 27 декабря 2002 года N 184-ФЗ

в редакции федеральных законов от 09.05.2005 N 45-ФЗ, от 01.05.2007 N 65-ФЗ, от 01.12.2007 N 309-ФЗ, от 23.07.2008 N 160-ФЗ, от 18.07.2009 N 189-ФЗ, от 23.11.2009 N 261-ФЗ, от 30.12.2009 N 384-ФЗ, от 30.12.2009 N 385-ФЗ, от 28.09.2010 № 243-ФЗ, от 21.07.2011 №255-ФЗ, от 30.11.2011 №347-ФЗ, от 06.12.2011 №409-ФЗ

Допустил к применению в сфере технического регулирования, относящейся к сфере государственного регулирования, следующие документы в области стандартизации, регламентирующие методики (методы) измерений

- **национальные стандарты;**
- **стандарты организаций;**
- **своды правил;** *(абзац введен Федеральным законом от 01.05.2007 N 65-ФЗ)*
- **международные стандарты, региональные стандарты, региональные своды правил, стандарты иностранных государств и своды правил иностранных государств, зарегистрированные в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов;** *(абзац введен Федеральным законом от 30.12.2009 N 385-ФЗ)*
- **надлежащим образом заверенные переводы на русский язык международных стандартов, региональных стандартов, региональных сводов правил, стандартов иностранных государств и сводов правил иностранных государств, принятые на учет национальным органом Российской Федерации по стандартизации.** *(абзац введен Федеральным законом от 30.12.2009 N 385-ФЗ)*
- **Предварительные национальные стандарты** *(абзац введен Федеральным законом от 21.07.2011 N 255-ФЗ)*

Предварительные национальные стандарты утверждаются национальным органом по стандартизации на срок не более чем три года

В соответствии с ФЗ «О техническом регулировании» практическая реализация его положений в части внедрения международных документов в области стандартизации, регламентирующих методы/методики измерений осуществляется в двух основных направлениях:

- путем внедрения международных документов в области стандартизации в качестве национальных стандартов РФ;
- путем включения международных документов в области стандартизации в качестве «доказательных документов» в перечни документов в области стандартизации, в результате применения которых на добровольной основе обеспечивается соблюдение требований технических регламентов

**Путь разработки национальных стандартов и внедрения
международных стандартов в качестве национальных стандартов
Российской Федерации**

**Осуществляется через Технические Комитеты (ТК) по стандартизации,
которые руководствуются ст.12 ФЗ «О техническом регулировании» и
требованиями:**

- **ГОСТ Р 1.2-2004 Стандартизация в РФ. Стандарты национальные Российской Федерации. Правила разработки, утверждения, обновления и отмены;**
- **ГОСТ Р 1.5-2005 Стандартизация в РФ. Стандарты национальные Российской Федерации. Правила построения, изложения, оформления и обозначения;**
- **ГОСТ 1.3-2008 Межгосударственная система стандартизации. Правила и методы принятия международных и региональных стандартов в качестве межгосударственных стандартов;**
- **ГОСТ Р 1.7-2008 Стандартизация в РФ. Стандарты национальные Российской Федерации. Правила оформления и обозначения при разработке на основе применения международных стандартов.**

ГОСТ Р 1.7-2008 разработан с учетом требований двух международных документов:

- ✓ ***Руководство ИСО/МЭК 21-1:2005 «Принятие на региональном или национальном уровне международных стандартов и других международных документов. Часть 1. Принятие международных стандартов» (ISO/IEC Guide 21-1-2005);***
- ✓ ***Руководство ИСО/МЭК 21-2:2005 «Принятие на региональном или национальном уровне международных стандартов и других международных документов. Часть 2. Принятие международных документов, не являющихся международными стандартами (ISO/IEC Guide 21-2-2005).***
- **ГОСТ Р 1.6-2005 Стандартизация в РФ. ПРОЕКТЫ СТАНДАРТОВ. Организация проведения экспертизы**

Второй путь внедрения международных документов в области стандартизации, регламентирующих методики (методы) измерений связан с формированием перечней документов в области стандартизации, в результате применения которых на добровольной основе обеспечивается соблюдение требований технических регламентов:

Национальным органом по стандартизации не позднее чем за тридцать дней до дня вступления в силу технического регламента утверждается, публикуется в печатном издании Росстандарта Российской Федерации

«Перечень документов в области стандартизации, в результате применения которых на добровольной основе обеспечивается соблюдение требований принятого технического регламента».

В соответствии со ст.16.1 п.2 ФЗ№184 в Перечень могут включаться:

- ✓ национальные стандарты, предварительные стандарты и своды правил;**
- ✓ международные стандарты, региональные стандарты, региональные своды правил, стандарты иностранных государств и своды правил иностранных государств (при условии регистрации указанных стандартов и сводов правил в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов;**
- ✓ официальные переводы на русский язык международных документов в области стандартизации, зарегистрированные в ФИФТРИС**

**Утвержден приказом Минпромторга России №119 от 03.09.2008г.
«Порядок разработки перечня национальных стандартов, содержащих
правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в т.ч.
правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения
принятого ТР и осуществления оценки соответствия, а также в случае
отсутствия указанных национальных стандартов применительно к
отдельным требованиям ТР или объектам технического регулирования
порядок разработки правил и методов исследований (испытаний и
измерений, в т.ч. правил отбора образцов, необходимых для
применения и исполнения принятого ТР и осуществления оценки
соответствия»**

Порядок предусматривает в целях обеспечения достоверности и сопоставимости результатов измерений в качестве основополагающих применение следующих принципов:

- обеспечение необходимой точности и воспроизводимости исследований (испытаний) и измерений;**
- соответствие применяемых правил и методов требованиям нормативных правовых документов в области обеспечения единства измерений;**
- возможности реализации выбранных правил и методов;**
- приоритетность использования правил и методов, гармонизированных с применяемыми в международной практике.**

В международной практике наибольшее распространение среди прочих получили стандарты, регламентирующие методы испытаний (измерений), разработанные ИСО, Американским обществом испытаний и материалов – ASTM, Еврокомиссией – EN

В настоящее время огромное количество стандартов ИСО, ASTM, EN, регламентирующих методы измерений, методы анализа внедрены в качестве национальных стандартов РФ или допущены к применению в аналитической практике

Согласно международному стандарту ИСО/МЭК 17025-2005, внедренному в РФ как ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006, компетентность испытательной лаборатории подразумевает использование в ее практике преимущественно методик измерений, оформленных в виде международных, региональных, национальных стандартов, содержащих достаточную и краткую информацию о том, как проводить испытания, измерения, анализ.

Стандарты ИСО регламентируют, как правило, методы испытаний, методы измерений (анализа)

ГОСТ Р 52361-2005 «Контроль объекта аналитический. Термины и определения»:

Метод измерений - «способ получения информации о химическом составе или свойствах вещества (материала) объекта контроля на основе одного или нескольких принципов анализа», под которым понимается «физическое явление или эффект, положенный в основу метода анализа»;

Методика измерений – «документированная совокупность операций и правил, выполнение которых обеспечивает получение результата измерения состава или свойства вещества (материала) объекта контроля с установленными характеристиками погрешности или неопределенностью

Отсюда следует, что метод измерений (анализа) и методика измерений (анализа) являются самостоятельными категориями, при этом конкретный метод измерений (анализа) одного и того же объекта может быть реализован в виде различных методик измерений (анализа)

Отличительные особенности стандартов ИСО на методы анализа

Стандартизация МЕТОДОВ АНАЛИЗА осуществляется на основе принципов ИСО 78 и предусматривает при разработке стандартного метода анализа:

- единую стандартную форму изложения и компоновки разделов;
- упрощение, рационализацию и стандартизацию реактивов и оборудования;
- применение единых общепринятых терминов, ясных и доступных для понимания;
- наличие в структуре документа на методику таких важных разделов как описание «стандартного порядка действий» (SOP – standard operation procedure), включающего совокупность инструкций по выполнению измерений и условий измерений и «аналитический контроля качества» (AQC – Analytical Quality Control);
- учет, по возможности, основных факторов, способных оказывать влияние на применение метода в практике аналитического контроля при решении конкретных аналитических задач.

Стандарты ИСО на методы анализа предназначены для того, чтобы на их основе можно было наиболее простым и доступным способом разработать в лаборатории собственную методику анализа, предназначенную для решения конкретной аналитической задачи с применением стандартизованного метода

В стандартах ИСО на методы анализа отсутствует жесткая регламентация требований к степени детализации SOP, конкретным процедурам и периодичности проведения AQC, к применяемым средствам контроля и др.

Эти вопросы, как правило, остаются на усмотрение лабораторий, применяющих данные стандартизованные методы анализа.

Существенной особенностью стандартов ИСО, регламентирующих методы анализа, является:

- отсутствие в них конкретных установленных метрологических характеристик, гарантируемых при применении стандартизованного метода анализа;**
- наличие в качестве информационного приложения данных о некоторых показателях точности, установленных при реализации данного метода применительно к определенным объектам анализа в ряде конкретных лабораторий (как подтверждение возможности использования данного метода анализа для конкретного целевого применения).**

Особенности стандартов, разработанных Американским обществом испытаний и материалов - ASTM

Стандарты ASTM, регламентирующие методы испытаний (измерений) очень часто регламентируют эмпирические методики (методы), для которых, как правило, невозможно создание СО для оценки систематической составляющей погрешности измерений и невозможно выразить результаты испытаний (измерений) в принятых международным сообществом единицах СИ.

Внедрение международных документов, регламентирующих эмпирические методики анализа

- Вследствие отсутствия СО и невозможности оценки смещения по эмпирической методике, принимается либо незначимость систематической составляющей погрешности, либо она приписывается только конкретному методу измерений.**
- Для эмпирической методики экспериментально устанавливаются только показатели прецизионности измерений на основе проведения «robin round» или «collaborative study», которые определяются для конкретных возможных вариаций СИ и приписываются данной методике измерений.**
- Показатель точности эмпирической методики устанавливается расчетным путем на основе полученных значений показателей прецизионности в условиях повторяемости и воспроизводимости**
- Результаты измерений, полученные по эмпирическим методикам не обеспечивают единство измерений и прослеживаемость к национальным или международным эталонам единиц СИ, а обеспечивают только единообразие измерений, их сопоставимость.**

ЕВРОНОРМЫ (Е N)

Как правило, евроноормы, как и стандарты ИСО, регламентируют методы испытаний, измерений и содержат определенные требования, предостережения и рекомендации по проведению процедуры аналитических измерений, которые следует учитывать при разработке конкретной аналитической методики. Однако, в отличие от стандартов ИСО они могут содержать в качестве метрологических характеристик следующие параметры:

- возможные диапазоны предела количественного определения по данной методике измерений;**
- показатели прецизионности, полученные по результатам межлабораторных экспериментов в нескольких лабораториях для какой то определенной концентрации, которые часто можно считать допустимыми значениями показателя точности (нормами точности измерений), установленными для одной точки измеряемого диапазона;**
- требование подтверждения линейности градуировочной характеристики**
- в качестве справочного приложения результаты межлабораторных исследований для некоторых матриц исследуемых объектов, для которых может быть применен данный стандартизованный метод.**

Какие действия необходимы для внедрения международного стандарта, регламентирующего методику (метод) измерений?

- **Как минимум следует:**
- **провести оценку метрологического уровня методики (метода) в части требований к показателям точности;**
- **при необходимости разработки на его основе конкретной методики измерений предусмотреть проведение необходимого объема работ по валидации и/ или аттестации методики измерений;**
- **подтвердить и продемонстрировать, что разработанная (внедряемая) методика измерений позволяет реализовывать предусмотренные в методе требования к метрологическим характеристикам (пределу обнаружения, пределу количественного определения, показателям прецизионности, линейности и т.п.)**

Такая верификация правильного применения метода может быть реализована, например, в соответствии с процедурами, регламентированными в

Рекомендации по метрологии

**Р 50.2.060-2008 ГСИ. Внедрение стандартизованных методик количественного химического анализа в лаборатории.
Подтверждение соответствия установленным требованиям**

Какие существуют гарантии разработки национального стандарта, отвечающего современным метрологическим требованиям и международному уровню?

ГОСТ Р 1.6-2005 предусматривает при разработке и внедрении национального стандарта следующих видов основных экспертиз:

- научно-техническая экспертиза;**
- терминологическая экспертиза;**
- правовая экспертиза;**
- патентная экспертиза;**
- метрологическая экспертиза.**

□ Научно-техническую экспертизу проекта стандарта согласно ГОСТ Р 1.2-2004 и ГОСТ Р 1.6-2005 проводят члены Технического комитета по стандартизации или при отсутствии соответствующего ТК организация, назначенная национальным органом по стандартизации, которые обязаны проводить ее в соответствии с требованиями п.8.2 ГОСТ Р 1.6-2005 и несут ответственность за соответствие научного и технического уровня стандарта и его гармонизации с международными требованиями.

□ Метрологическую экспертизу проводят в соответствии с ПМГ 92-2009 в целях соблюдения положений национального законодательства в области обеспечения единства измерений

Как быть, если национальный стандарт не соответствует современному научно-техническому и/или метрологическому уровню?

1. Необходимо обязательно информировать о выявленных несоответствиях ТК по стандартизации, в рамках которого проходила разработка и внедрение стандарта.
2. Если методика измерений предназначена для оценки соответствия объекта технического регулирования (продукция, поступающая на внутренний рынок страны и процессы ее жизненного цикла) – возможно применить «принцип презумпции соответствия» (ст.4. ФЗ№184): *«...допускается применение предварительных стандартов, стандартов организации и иных документов для оценки соответствия требованиям технического регламента».*
3. Если методика измерений предназначена для оценки соответствия других объектов (природной и окружающей среды, биологических объектов и т.п.) можно на основе международных или национальных документов в области стандартизации разработать свою методику измерений, оформить в ранге стандарта организации, аттестовать в установленном порядке и зарегистрировать в ФИФОЕИ с присвоением ей номера по федеральному реестру.

Такая методика также будет легитимна для применения в любой сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений в соответствии с ее назначением.

Применение методик измерений в аккредитованной лаборатории

Согласно международному стандарту ИСО/МЭК 17025-2005, внедренному в РФ как ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006, компетентность испытательной лаборатории подразумевает использование в ее практике преимущественно методик измерений, оформленных в виде международных, региональных, национальных стандартов, содержащих достаточную и краткую информацию о том, как проводить испытания, измерения, анализ.

- 1. При применении международного документа в области стандартизации, регламентирующего стандартизованный метод измерений, аккредитованная лаборатория должна разработать на его основе собственную методику измерений и в соответствии требованиям компетентности по МС ИСО/МЭК 17025 обязана провести **процедуру валидации (оценку пригодности по ГОСТ Р ИСО-МЭК 17025):**
 - при внедрении вновь разработанных методик;**
 - при применении стандартизованной методики вне области ее применения;**
 - при модификации методики при ее конкретном целевом применении.****
- 2. Если разработанная методика измерений предназначена для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, то она подлежит аттестации по ГОСТ Р 8.563 в соответствии с установленным порядком.**
- 3. Если разработанная методика предназначена для применения вне сферы государственного регулирования обеспечения единства измерений, лаборатория самостоятельно проводит ее валидацию в объеме, достаточном для подтверждения соответствия разработанной или внедряемой методики измерений своему целевому назначению**

В международной практике правовой основой применения стандартизованного метода анализа в аккредитованной испытательной лаборатории является применение процедуры валидации аналитического метода (validation of analytical methods), подтверждающей пригодность данного метода для достижения назначенных целей

«валидация методики измерений» – это подтверждение путем исследования и предоставления объективных доказательств того, что конкретные требования к специфическому целевому использованию методики выполняются»

«аттестация методики измерений» – исследование и подтверждение соответствия методики измерений установленным метрологическим требованиям к измерениям»

Вопросы валидации аналитических методов последовательно отрабатывались в рамках деятельности так называемой

«Международной конференции по гармонизации технических требований к регистрации лекарственных препаратов для здоровья человека»

(ICH - International Conference on Harmonization of Technical Requirements for Registration of Pharmaceuticals for Human Use)

По результатам деятельности в рамках ICH было издано два документа, относящихся к валидации аналитических процедур и устанавливающих требования к тексту и методологии:

- ICH Q2A.Text on validation of analytical procedures;**
- ICH Q2B.Validation of analytical procedures: Methodology**

Эти документы признаны аналитическим сообществом и включаются в соответствующие законодательные акты.

В развитие работ, проведенных в рамках ICH, IUPAC разработаны гармонизированные руководства по валидации аналитических методов:

- Harmonized Protocols for the adoption of Standardized Analytical Methods and for the presentation of their performance characteristics;**
- IUPAC Technical Report. Harmonized Guidelines for single-laboratory Validation of methods of analysis;**
- IUPAC Technical Report. Protocol for design, conduct and interpretation of method-performance studies.**

EURACHEM разработаны два Руководства, касающиеся внедрения в лабораторной практике процедуры валидации и обеспечения качества аналитических измерений:

- The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. EUROCHEM, 1998;**
- - EUROCHEM/CITAC Guide: Guide to Quality in Analytical Chemistry, 2002.**
- В Евросоюзе действует директива 75/318/ЕЕС Validation of Analytical Procedures: Methodology.**

В РФ процедура валидации внедрена и применяется на протяжении многих лет в фармацевтической промышленности при контроле качества лекарственных средств, который осуществляется в соответствии с фармакопейными статьями.

Фармакопейные статьи регламентируют методы анализа, предназначенные для целей аналитического контроля качества лекарственных средств и входят в состав:

- Государственной фармакопеи СССР, выпуск 11;**
- Государственной фармакопеи Российской Федерации, выпуск 12, части 1, 2.**

Фармакопейные статьи имеют статус национальных стандартов и, как и стандарты ИСО, не имеют установленных показателей точности.

Действующая в РФ при производстве лекарственных средств система обеспечения качества, гармонизированная с требованиями международных документов, в том числе GMP (Good Manufacturing Practice), регламентирована в ГОСТ Р 52249-2009 «Правила производства и контроля качества лекарственных средств», который предусматривает проведение испытаний аттестованными методами, пригодность которых оценивается в соответствии с требованиями, установленными МУ 64-04-001-2002 «Производство лекарственных средств. Валидация. Основные положения».

И валидация и аттестация предусматривают исследование и подтверждение соответствия целевому назначению, при этом:

аттестация только в части соответствия установленным метрологическим требованиям;

валидация предусматривает более широкое понятие и затрагивает помимо соответствия метрологическим требованиям, исследование и установление соответствия и по другим параметрам - параметрам эффективности методики измерений (*предел обнаружения, предел количественного определения, селективность, линейность, устойчивость и др.*), определяющим качество самой аналитической процедуры, уровень разработки методики измерений (анализа).

Основным ключевым моментом валидации является установление метрологических характеристик методики измерений (анализа) и, прежде всего, неопределенности измерений, которое является объединяющим началом обеих процедур.

Аттестация и валидация методик измерений являются документируемыми процедурами.

Результаты валидации оформляются в виде отчета о валидации, содержащего вывод о соответствии методики измерений своему целевому назначению

В отличие от валидации, в РФ аттестация методики измерений относится к акту законодательной метрологии и при подтверждении соответствия предъявляемым метрологическим требованиям оформляется документально в виде свидетельства об аттестации методики.

Валидация может быть различной по объему выполняемых исследований в зависимости от степени разработанности метода, влияния вариаций матричных эффектов в испытуемом объекте, от области применения метода - в одной лаборатории или в сети лабораторий, однако это всегда оценка соответствия метода конкретному целевому применению в части требований, предъявляемых, например, законодательством, нормативно-правовыми актами, требованиями заказчика.

Если стандартизованный в международном документе метод широко известен, разработан применительно к конкретному испытуемому объекту и достаточно понятно и ясно изложен в стандарте, нет смысла при его внедрении проводить валидационные исследования в полном объеме (full validation), считается достаточным и приемлемым исследование и подтверждение соответствия только в части показателей точности измерений в установленном методикой измерений (анализа) диапазоне содержаний определяемого компонента

Если международный документ в области стандартизации, регламентирующий методику (метод) измерений (анализа), содержит информацию об установленных в процессе межлабораторной валидации метрологических характеристиках (показателях точности), гарантируемых при ее (его) конкретном целевом применении, допустимо проведение валидации только в объеме, достаточном для демонстрации, что лаборатория может достигнуть характеристик, заявленных в методе. Такая верификация правильного применения метода является менее затратной и может быть реализована, например, в соответствии с процедурами, регламентированными в

Рекомендации по метрологии

Р 50.2.060-2008 ГСИ. Внедрение стандартизованных методик количественного химического анализа в лаборатории. Подтверждение соответствия установленным требованиям

Таким образом, внедрение в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений международных стандартов или других международных документов в области стандартизации, регламентирующих методы измерений (анализа), требует практического применения процедур их валидации и/или аттестации (с учетом перечисленных выше факторов) как правовой основы признания их легитимности.

В том случае, когда международные документы в области стандартизации, регламентирующие методы измерений (анализа) предполагаются к введению в качестве национальных стандартов РФ, ответственность за их научно технический и метрологический уровень ложится на ТК, их внедряющие.

В том случае, когда международные документы в области стандартизации, регламентирующие методы измерений (анализа) предполагаются к введению в аккредитованной лаборатории ответственность за их научно технический и метрологический уровень ложится на лабораторию, если методика не предназначена для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений

Однако следует иметь в виду, что аттестацию методик измерений, предназначенных для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений согласно требованиям Федерального закона № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» могут осуществлять только аккредитованные на этот вид деятельности юридические лица или индивидуальные предприниматели в закрепленной аттестатом их аккредитации области деятельности