

Читайте и узнаете:

- об эволюции понятия «внутрилабораторный контроль»;
- о месте внутрилабораторного контроля в системе менеджмента лаборатории;
- о том, как поставить под контроль новую методику

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА:

внутрилабораторный контроль, система менеджмента, количественный химический анализ, контрольная карта

Г.Р. НЕЖИХОВСКИЙ

руководитель
лаборатории Федерального
государственного
унитарного предприятия
«Всероссийский
научно-исследовательский
институт метрологии
им. Д.И. Менделеева»,
канд. техн. наук

ВНУТРИЛАБОРАТОРНЫЙ КОНТРОЛЬ: ТЕОРИЯ И ПРАКТИКА

Показано, как меняется роль и место внутрилабораторного контроля в системе менеджмента лаборатории, выполняющей количественные химические анализы

Опросы более полутора тысяч участников семинаров для аналитических лабораторий, организуемых в Санкт-Петербурге с середины 90-х гг., свидетельствуют о том, что внутренний контроль воспринимается как наиболее сложный элемент системы менеджмента лаборатории (другими «лидерами» опросов являются: оценка пригодности методик и управление документацией и записями). Такое отношение к внутрилабораторному контролю (ВЛК) не может объясняться дефицитом учебных пособий и рекомендаций [1-8]. Однако при переходе от теории к практике сотрудники лабораторий испытывают затруднения как при выборе видов и форм контроля, так и при реализации тех или иных его алгоритмов.

Причин тому несколько. ВЛК имеет множество аспектов и «уходит корнями» в несколько наук: метрологию, аналитическую химию, математическую статистику, науку о качестве. Как следствие —

неустоявшаяся терминология и заметный перекокс в сторону математической статистики. Еще одна весьма существенная причина в том, что обучение не поспевает за развитием представлений о месте ВЛК в системе менеджмента.

ЭВОЛЮЦИЯ ВНУТРИЛАБОРАТОРНОГО КОНТРОЛЯ

1. Проявляется тенденция к сужению понятия «внутрилабораторный контроль»: к нему относят только те операции, которые выполняются в соответствии с принятым в лаборатории планом после внедрения методики количественного химического анализа.

При этом за рамками ВЛК остаются технически сходные операции, выполняемые при внедрении методики (для оценки пригодности или подтверждения правильности ее применения) и непосредственно в ходе анализа (в частности, для проверки приемлемости результатов параллельных определений). Таким образом, ВЛК

выступает как отдельный элемент системы менеджмента лаборатории. В ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» этот элемент раскрывается в разделе «Обеспечение качества результатов испытаний». К компетентной лаборатории предъявляются четыре основных требования: наличие процедур и плана контроля, регистрация и анализ его результатов.

2. Меняется отношение к формам ВЛК.

50 лет назад основное внимание уделялось рациональному сочетанию **оперативного, приемочного и статистического** контроля. Считалось, что оперативный контроль не является достаточным, чтобы гарантировать точность результатов анализа. При поступлении в лабораторию партии проб его дополняли приемочным контролем. И уже на этой основе принималось решение о возможности выдачи заказ-

чику результатов анализа всех проб данной партии.

Если лаборатория проводила анализ единичных проб, поступающих периодически или эпизодически, оперативный контроль дополняли статистическим, который

всем получаемым результатам показатели точности, установленные при разработке и аттестации методики. В качестве оцениваемых параметров выступали расхождения результатов анализа (измерений) в условиях повторяемости или

представлений о качестве продукции: «от соответствия к соответствию при стабильных процессах и удовлетворении требований рынка» (в данном случае продукцией является информация, передаваемая лабораторией заказчику).

3. Преобразование целей и форм ВЛК влечет за собой изменение методологии. Методы, основанные на разбавлении проб и добавлении в них аналита, позволяют выявить систематическую погрешность (смещение), обусловленную особенностями матрицы. Такая задача характерна для этапа разработки и оценки пригодности методики, тогда как при контроле стабильности важнее выявить (оценить) смещение от опорного значения, обусловленное «лабораторными» факторами: квалификацией оператора, характеристиками оборудования, временем проведения анализа. В данном контексте справедливо утверждение: на правильность анализа в значительно большей степени влияет тщательность разработки методики нежели внутрилабораторный контроль.

4. Сужение понятия ВЛК (п. 1) и переход к контролю стабильности (п. 2) меняет отношение к роли статистического контроля. Во многих случаях выводы о состоянии аналитического процесса

Сужение понятия внутрилабораторный контроль (ВЛК) и переход к контролю стабильности меняет отношение к роли статистического контроля... Его стали рассматривать как один из возможных приемов при анализе результатов ВЛК

осуществляли через установленные промежутки времени. Статистический контроль позволял сделать вывод о качестве результатов анализа за контрольный период. И приемочный, и статистический контроль предусматривали обработку данных, полученных при оперативном контроле, по количественному и/или альтернативному признаку. Найденные значения параметров (в первом случае это систематическая и случайная составляющие погрешности, во втором — «процент брака») сопоставлялись с установленными нормативами.

По мере распространения на методики количественного химического анализа метрологических принципов, стандартизации требований к методикам и расширения практики их аттестации, значимость оперативного контроля стала возрастать. Процедуры оперативного контроля стали описывать в методиках, с тем чтобы лаборатория эпизодически или периодически оценивала параметры аналитического процесса и в случае соответствия параметров установленным нормативам приписывала

промежуточной прецизионности, а также их отклонения от соответствующих опорных значений. Такой оперативный контроль называли также **контролем соответствия**, рассматривая его как аналог поверки средств измерений.

В последние десятилетия (особенно после введения в действие ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6») лаборатории, выполняющие большой объем аналитических работ, предпочитают контролировать стабильность результатов, применяя контрольные карты. **Контроль стабильности по контрольным картам** позволяет не только получать оперативную информацию о параметрах аналитического процесса и их соответствии нормативам, но и визуально отслеживать динамику изменений параметров, с тем чтобы своевременно осуществлять необходимые действия для предупреждения негативных ситуаций или для улучшения процесса.

Распространение такой формы контроля отражает эволюцию

Часто на правильность анализа в значительно большей степени влияет тщательность разработки методики нежели внутрилабораторный контроль

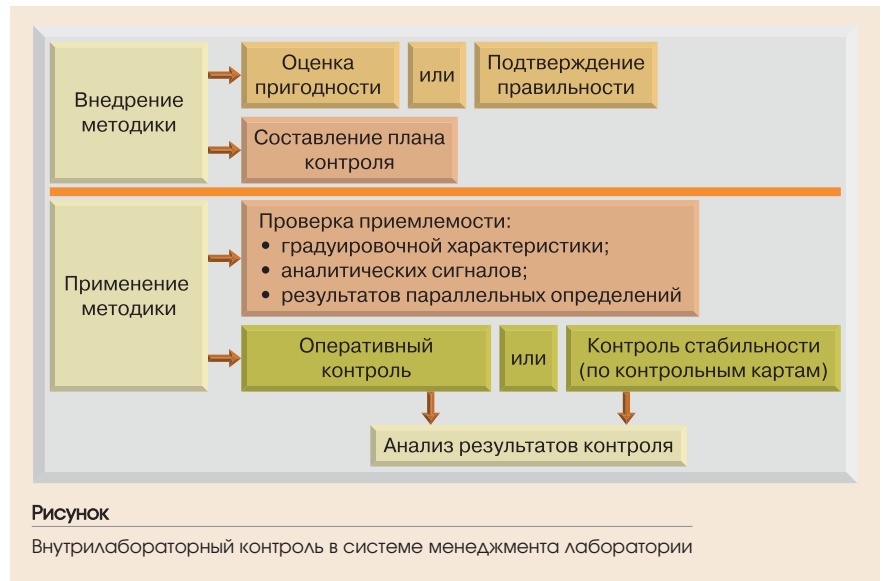
могут быть сделаны и без специальной обработки результатов оперативного контроля (например, когда имеется большой запас точности измерений по отношению к нормам и нет необходимости в ее повышении). В связи с этим статистический контроль стали рассматривать как один из возможных приемов при **анализе результатов ВЛК**. Целью такого анализа является оценка не только качества работы по данной методике за определенный период деятельности лаборатории, но и эффективности ВЛК, а также выработка предложений по частоте контроля, изменению нормативов, проведению предупреждающих действий и др.

Если при анализе результатов контроля выявляется существенный запас точности, то лаборатория может претендовать на улучшение ранее установленных метрологических характеристик методики. Однако подобная возможность из-за строгости законодательных норм реализуется нечасто. Так, в сфере госрегулирования обеспечением единства измерений метрологические характеристики методики могут быть изменены только путем ее повторной аттестации. На практике это сопровождается изменением документа, регламентирующего методику измерений, что для аккредитованной лаборатории выливается в необходимость повторной аккредитации.

Изложенные выше представления о месте ВЛК в системе менеджмента лаборатории продемонстрированы на *рисунке*.

ПОСТАНОВКА ПОД КОНТРОЛЬ НОВОЙ МЕТОДИКИ

Применению новой методики в лаборатории предшествует оценка



Рисунок

Внутрилабораторный контроль в системе менеджмента лаборатории

ее пригодности (валидация) или подтверждение правильности ее применения. Вторая процедура выбирается для широко распространенных стандартизованных методик, а также для методик, аттестованных в соответствии с № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений».

На этапе внедрения методика «ставится под контроль», а именно:

- выбираются контролируемые параметры, условия и формы контроля;
- готовятся средства контроля;
- вычисляются нормативы;
- принимается решение о частоте контрольных процедур;
- методика включается в план ВЛК;
- устанавливаются сроки проведения анализа результатов контроля и ответственный исполнитель.

В соответствии с планом ВЛК проводится оперативный контроль или контроль стабильности (включающий операции оперативного контроля). В план ВЛК нет необходимости включать операции проверки приемлемости

градуировочной характеристики, аналитических сигналов, результатов параллельных определений, которые могут быть предусмотрены методикой. Такие проверки проводятся в обязательном порядке в ходе каждого анализа (каждой градуировки), тогда как процедуры ВЛК ориентированы на аналитический процесс (методике, совокупность количественного химического анализа).

ПОСТСКРИПТУМ

1. Примером того, как быстро устаревают рекомендации по ВЛК, может служить ГОСТ Р 51232-98 «Вода питьевая. Общие требования к методам контроля качества», который 16 лет назад казался (и был!) очень полезным. Устарели рекомендации об оперативном контроле методом добавок (п. 5.4), о статистическом контроле (п. 5.6), об алгоритмах расчета характеристик погрешности (приложение В), о согласовании системы ВЛК с органом по аккредитации (п. 5.7).

2. Перемены обычно сопряжены с неудобствами, с обилием мнений и точек зрения. Автор приветству-

ет обсуждения любых проблем, связанных с ВЛК. Исчерпана (очень хочется на это надеяться) лишь тема согласования системы ВЛК с органом по аккредитации.

Использованная литература

1. Катеман Г., Пийперс Ф.В. Контроль качества химического анализа. — Челябинск: Metallurgia. — 1989. — 448 с.
2. Буйташ П., Кузьмин Н.М., Лейстнер Л. Обеспечение качества результатов химического анализа. — М.: Наука. — 1993. — 167 с.
3. Причард Э., Барвик В. Контроль качества в аналитической химии // Пер. с англ. под ред. И.В. Болдырева. — СПб.: ЦОП «Профессионал». — 2011. — 320 с.
4. Дворкин В.И. Метрология и обеспечение качества химического анализа. — М.: Издательство МИТХТ. — 2014. — 424 с.
5. Терещенко А.Г., Пикула Н.П., Толстихина Т.В. Внутривлабораторный контроль качества результатов анализа с использованием лабораторной информационной системы. — М.: БИНОМ. Лаборатория знаний. — 2012. — 312 с.
6. РМГ 76-2004 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.
7. ОСТ 41-08-214-04 Управление качеством аналитических работ. Внутренний лабораторный контроль точности (правильности и прецизионности) результатов количественного химического анализа твердых негорючих полезных ископаемых и продуктов их переработки.
8. МР 18.1.04-2005 Внутривлабораторный контроль качества результатов анализа объектов окружающей среды (СПБ, Центр исследований и контроля воды). [ККП]