

УДК [001.891.53 + 502.175]: 005.6(470.56)

ВНУТРИЛАБОРАТОРНЫЙ КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ В ПРАКТИКЕ ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ИСПЫТАТЕЛЬНЫХ ЛАБОРАТОРИЙ

Иванова Л.С.

ФГБОУ ВО «Оренбургский государственный университет», Оренбург, e-mail: lili607@mail.ru

В статье систематизированы аспекты значимости внутрилабораторного контроля качества результатов испытаний, необходимые для обеспечения качества и повышения конкурентных преимуществ лаборатории и всей организации. Выполнен анализ факторов, условий и форм внутреннего контроля качества результатов испытаний. Обоснована необходимость применения внутрилабораторного контроля качества в аналитической практике специализированной лаборатории обеспечения государственного экологического надзора. Приведены результаты анализа форм контроля стабильности результатов измерений, применяемые в лабораторной практике экослужбы Оренбургской области. Даны рекомендации по проведению периодической проверки подконтрольности процедуры выполнения анализа с учетом доступности для лабораторий образцов контроля и стабильности их свойств. Оперативный контроль рекомендовано проводить как с применением образцов для контроля, так и методом добавок. Для контроля стабильности результатов испытаний рекомендовано применение контрольных карт Шухарта.

Ключевые слова: аналитические исследования, внутренний контроль качества, испытательные лаборатории, качество результатов испытаний, оперативный контроль, образцы для контроля, метод добавок

INTRALABORATORY QUALITY CONTROL OF TEST RESULTS IN THE PRACTICE OF ENVIRONMENTAL TESTING LABORATORIES

Ivanova L.S.

Federal State Budget Educational Establishment of Higher Education «Orenburg State University»,
Orenburg, e-mail: lili607@mail.ru

The article systemizes aspects of the importance of intralaboratory quality control of test results necessary to ensure quality and enhance the competitive advantages of the laboratory and the entire organization. The analysis of factors, conditions and forms of internal quality control of test results is performed. The necessity of using intralaboratory quality control in the analytical practice of a specialized laboratory for the provision of state environmental supervision is substantiated. The results of the analysis of the forms of stability control of measurement results used in the laboratory practice of the Ecological Service of the Orenburg region are given. Recommendations are given on the conduct of a periodic audit of the control of the procedure for performing the analysis, taking into account the accessibility for laboratories of control samples and the stability of their properties. Operative control is recommended to be carried out both with the use of samples for control, and with the method of additives. To control the stability of test results, the use of Shewhart control cards is recommended.

Keywords: analytical studies, internal quality control, testing laboratories, quality of test results, operational control, samples for control, method of additives

Как известно, основным результатом деятельности любой лаборатории являются полученные результаты измерений (испытаний, анализа). Причем высокое качество проведенных аналитических исследований во многом позволяет обеспечить высокий рейтинг этих лабораторий, конкурентоспособность и уровень доверия к их деятельности.

На качество получаемых результатов при аналитических исследованиях загрязнения окружающей среды оказывает влияние ряд факторов, которые достаточно хорошо изучены. В ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 [1], регламентирующим требования к компетентности испытательных и аналитических лабораторий, качество внутрилабораторного контроля рассматри-

вается как основной фактор, подтверждающий способность лаборатории выполнять исследования на должном уровне. В методическом пособии [4] систематизированы данные о показателях качества измерений (анализа, испытаний, контроля). Методологические аспекты этой проблемы кратко изложены в публикации [5].

Качество получаемых результатов – комплексный показатель, определяемый их достоверностью, точностью, правильностью, сходимостью и воспроизводимостью. В свою очередь, точность определяется погрешностью (неопределенностью) измерений результатов (методов) количественного химического анализа (КХА), используемых для контроля за загрязнением окружающей среды.



Рис. 1. Факторы измерений (испытаний, контроля), требуемые для обеспечения необходимых условий качества получаемых результатов

В лаборатории, претендующей на высокое качество получаемых результатов, необходимо не только контролировать соблюдение необходимых условий, т.е. наличие факторов, требуемых для проведения КХА на соответствующем уровне, но и проведение комплекса мероприятий по внутреннему и внешнему контролю качества. При этом присутствие в экологических лабораториях факторов контроля (рис. 1) должно демонстрировать наличие необходимых условий обеспечения его качества. Однако для полной уверенности требуется применение управляющих действий по улучшению качества получаемых результатов, которые должны проводиться системно. Согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 [1] для контроля достоверности проведенных измерений испытательная лаборатория должна располагать процедурами управления качеством. При этом контроль должен планироваться, а полученные результаты анализироваться. Поэтому внутренний контроль качества (ВКК) в аналитических и испытательных лабораториях представляет собой необходимый элемент «системы качества» – механизм управления качеством исследований. ВКК должен быть направлен на обеспечение необходимой точности результатов текущего анализа и экспериментального подтверждения лабораторией своей технической компетентности.

Формы ВКК в зависимости от целей и наличия необходимых условий различа-

ются. Как правило, ВКК результатов измерений (испытаний) в лаборатории осуществляется в формах, представленных на рис. 2.

Специфика КХА в химико-аналитических лабораториях экологических служб связана с обязательным применением стандартных образцов (СО) и аттестованных смесей (АС). Известно, что различные методики, применяемые в экологических лабораториях, могут давать различные результаты для одного и того же СО, поэтому контроль качества должен строиться с учетом этого обстоятельства. ВКК может включать в себя регулярное использование аттестованных стандартных образцов (АСО) и/или проводится с использованием СО.

Регламентированная в ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 [2] процедура повышения точности измерений также предусматривает применение СО, которые в этом нормативном документе получили название «стандартный образец лаборатории». Это СО, приготовленный лабораторией, или просто «стандартный образец» (в этом случае не обсуждается, откуда берется этот СО). При наличии СО можно контролировать как различные показатели прецизионности, так и правильность исследований. Если СО не удастся приготовить (например, из-за неустранимой нестабильности исследуемого материала), то можно контролировать повторяемость (сходимость) и, во многих случаях, промежуточную прецизионность измерений.



Рис. 2. Формы внутрилабораторного контроля качества результатов измерений

ГБУ «Экослужба Оренбургской области» аккредитовано на техническую компетентность и независимость в области проведения КХА и измерений показателей состава и свойств объектов окружающей и производственной среды. Получаемые в ГБУ «Экослужба Оренбургской области» результаты анализа (испытаний) предназначены для обеспечения контролирующих структур достоверной аналитической информацией о состоянии окружающей среды на территории Оренбургской области.

Эта информация необходима для осуществления государственного экологического надзора, направленного на выполнение функций управления охраной окружающей среды на объектах природопользователей; контроля условий проведения анализов (температура, влажность, давление и концентрация вредных веществ в воздухе рабочей зоны) и осуществления иных видов деятельности, не запрещенных законодательством РФ и соответствующих целям деятельности ГБУ «Экослужба Оренбургской области».

Оренбургская спецлаборатория обеспечения госэконадзора совместно с метрологической службой входит в состав ГБУ «Экослужба Оренбургской области», выполняя при этом ряд функций (таблица). В структуру спецлаборатории входят отделы: по контролю за выбросами в атмосферу, по контролю за загрязнением водных ресурсов,

по контролю за загрязнением почв и методико-метрологический отдел. Анализ условий (факторов) контроля, приведенных на рис. 1, показал, что в Оренбургской спецлаборатории обеспечения госэконадзора эти условия соблюдаются в обязательном порядке, что говорит о соответствующем уровне обеспечении качества результатов анализа.

В Руководстве по качеству спецлаборатории предусмотрено использование в своей работе методик, допущенных к применению, и (или) методик, оценка пригодности которых проведена в установленном порядке. К числу таких относят: методики, регламентированные стандартами (ГОСТ, ГОСТ Р), аттестованные государственными научными метрологическими центрами Росстандарта в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563; внесенные в «Государственный реестр методик КХА и оценки состояния объектов окружающей среды», допущенных для государственного экологического контроля и мониторинга (ПНД Ф); внесенные в перечень методик измерений концентраций загрязняющих веществ в выбросах промышленных предприятий, допущенных к применению Министерством природных ресурсов России; внесенные в «Федеральный перечень методик выполнения измерений, допущенных к применению при выполнении работ в области мониторинга загрязнения окружающей природной среды» (РД 52.18.595-96).

Функции подразделений специализированной лаборатории обеспечения государственного надзора (фрагмент)

Наименование отдела	Функции отдела
Отдел по контролю за загрязнением водных ресурсов	1) отбор проб и проведение КХА проб сточной, сточной очищенной, природной поверхностной, 2) построение градуировочных графиков и проверка стабильности градуировочных характеристик.
Методико-метрологический отдел	1) управление системой менеджмента качества, (функционирование и совершенствование); 2) разработка внутренних документов, регламентирующих деятельность 3) актуализация документов специализированной лаборатории обеспечения государственного надзора; 4) подготовка и сдача СИ в государственную поверку; 5) подготовка ИО к аттестации; 6) ведение картотек учета химических реактивов, СИ, ИО и вспомогательного оборудования (ВО), журналов учета НДС, государственных стандартных образцов (ГСО), СД и т.д.; 7) проверка пригодности химических реактивов с просроченным действием по результатам ВК точности измерений; 8) внедрение совместно со специалистами отделов новых методик измерений, СИ; 9) оформление актов внедрения МИ по результатам ВОК точности контрольных измерений; 10) подготовка шифрованных проб для проверки ведомственных лабораторий предприятий – природопользователей и оформление актов межлабораторного контроля; 11) формирование и согласование графиков поверки СИ, аттестации ИО в ФБУ «Оренбургский ЦСМ»; 12) разработка методик приготовления АС, установление их метрологических характеристик, оформление свидетельств на АС.

Применительно к специализированной лаборатории основную проблему составляет многообразие анализируемых объектов и определяемых в них компонентов, с одной стороны, и эпизодичность проведения контроля этих объектов – с другой стороны. Кроме этого в лаборатории отсутствуют стабильные во времени и по составу пробы. Для подобных условий РМГ 76-2014 [3] рекомендует контроль стабильности результатов анализа (измерений) проводить в форме периодической проверки подконтрольности процедуры выполнения анализа согласно утвержденному графику. Причем, периодическую проверку подконтрольности процедуры выполнения анализа необходимо проводить на основе специально планируемого для каждого контролируемого периода эксперимента.

Проверка подконтрольности процедуры выполнения анализа предусматривает проверку соответствия статистических оценок характеристик внутрилабораторной прецизионности и систематической погрешности лаборатории (правильности), полученных на основе оценки качества ограниченной совокупности результатов контрольных измерений, значениям, установленным при реализации конкретной методики в лаборатории. При реализации контроля данной формы устанавливаются контролируемый период, в течение которого должна проводиться

проверка подконтрольности процедуры выполнения анализа.

Периодическую проверку подконтрольности процедуры выполнения анализа в специализированной лаборатории проводят на основе внутрилабораторного оперативного контроля. При инспекционном контроле было установлено, что в отделе по контролю за загрязнением водных ресурсов, согласно рекомендациям РМГ 76-2014 [3], оперативный контроль проводился в равном соотношении как с применением образцов контроля (ОК), так и методом добавок.

Известно, что применение ОК – наиболее предпочтительный способ контроля, т.к. этот способ позволяет исполнителю более полно оценить выполнение всей процедуры анализа. Однако в настоящее время при экологическом мониторинге, как отмечалось выше, все больше испытывается нехватка СО. Мониторинг потребности в СО, проведенный в 2010-2015 годах, показал, что в России отсутствует более 2500 типов СО, необходимых для метрологического обеспечения измерений.

Поэтому допускается использование только метода добавок, если установлено (например, на основе архивных данных показателей точности результатов анализа при реализации методики в лаборатории) незначительность постоянной составляющей систе-

матической погрешности лаборатории на фоне характеристики внутрилабораторной прецизионности.

При очередной процедуре подтверждения компетентности на соответствие критериям аккредитации специализированной лаборатории экспертом, неоднократно участвующим в инспекционном контроле, было рекомендовано отделу по контролю за загрязнением водных ресурсов перейти на метод добавок. Исключением является определение сухого остатка, для которого единственно возможным методом для контроля может служить метод разбавления. Причем специфичность проведения испытаний отдела по контролю за выбросами в атмосферу (использование СО с аттестованными значениями (ампула, баллон)) и отдела по контролю за загрязнением почв (используются СО почв с аттестованными значениями (навеска)) не дают такую возможность, и поэтому метод с использованием ОК в этих случаях представляется единственно возможным.

Целью метода добавок является однозначное и количественное сопоставление анализируемого компонента и аналитического сигнала. Метод широко применяется при аттестации методик измерений и (или) при межлабораторных экспериментах (анализах). Применение метода добавок помогает свести к минимуму ошибку определения на основе уменьшения колебания ионной силы в анализируемых пробах, например, методом стандартной добавки. Но применительно к контролируемым в лаборатории отделу по контролю за загрязнением водных ресурсов объектам метод добавок практически исключает возможность проведения периодической проверки подконтрольности процедуры выполнения анализа. Это связано с необходимостью проведения периодической проверки подконтрольности, как рекомендовано в РМГ 76-2014 [3] путем анализа результатов не менее 5-ти проб с одинаковой концентрацией. Однако эта процедура предполагает проведение анализа в двух параллелях на предположительно идентичных пробах. Для лаборатории в силу специфичности контролируемых показателей такое количество результатов не может быть реализуемо на практике, поскольку пробы природной, сточной или поверхностной вод с одинаковыми концентрациями встречаются достаточно редко. Поэтому, чтобы набрать пять и более проб, необходим длительный период, в течение которого, чаще всего, результаты первых проб становятся не актуальными. По этой причине реализация процедуры может

быть проведена со значительным опозданием, что влечет за собой соответствующие замечания от руководства и органов аккредитации. Этот факт исключает применение для лаборатории метода добавок при проведении контроля стабильности результатов анализа (измерений) в форме периодической проверки подконтрольности процедуры.

Таким образом, качество проведенных аналитических исследований во многом определяет высокий рейтинг экологических испытательных лабораторий, их конкурентоспособность и уровень доверия к ним. Различные формы ВКК, применяемые в зависимости от целей и наличия необходимых условий, позволяют лабораториям обеспечивать требуемый уровень качества аналитических исследований.

Анализ форм контроля стабильности результатов измерений в лабораторной практике ГБУ «Экослужба Оренбургской области» показал, что наибольшее распространение получила форма периодической проверки подконтрольности процедуры результатов анализа. При этом применяются образцы для контроля и метод добавок.

Проведенный в отделе по контролю за загрязнением водных ресурсов анализ результатов оперативного контроля, полученных за последние пять лет (период осуществления только метода добавок), позволил рекомендовать для осуществления периодической проверки подконтрольности процедуры выполнения анализа оперативный контроль как с применением образцов для контроля, так и с методом добавок. Для контроля стабильности получаемых результатов измерений рекомендуем применение контрольных карт Шухарта.

Список литературы

1. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. Межгосударственный стандарт. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий (переиздание с поправкой: последние изм. от 18.10.2016) [Электронный ресурс] – Режим доступа: <http://www.internet-law.ru/gosts/gost/50848>. – 12.02.2017.
2. ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Ч. 6. Использование значений точности на практике. – Введ. 2002-11-01. – М. : Стандартинформ, 2009 – 51 с.
3. РМГ 76-2014. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа. Рекомендации по межгосударственной стандартизации. – Введ. 2016-01-01. – М. : Стандартинформ, 2015. – 116 с.
4. Третьяк Л.Н. Внутренний контроль качества в аналитических и испытательных лабораториях: учебное пособие / Третьяк Л.Н., М.Ж. Кизатова, М.Б. Ребезов и др. – Алматы: ИП Аширбаев, 2016. – 208 с.
5. Третьяк Л.Н. Внутренний контроль качества в аналитических и испытательных лабораториях / Третьяк Л.Н., М.Ж. Кизатова, М.Б. Ребезов и др. // Международный журнал экспериментального образования, 2016. № 7-0, С. 187-188.