

Читайте и узнаете:

- с какими проблемами сталкиваются лаборатории при осуществлении процедур системы внутреннего контроля;
- как правильно выбрать вид контрольной карты для методики измерений;
- исходя из каких факторов осуществляется планирование внутреннего контроля качества

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА:

внутрилабораторный контроль качества, достоверность результатов измерений, стандарт организации, качество выполнения аналитических работ

ВНУТРЕННИЙ КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА В ЛАБОРАТОРИИ

Практические рекомендации

Т.Я. СЕЛИВАНОВА

начальник отдела контроля качества ЗАО «Центр исследования и контроля воды»

Рассмотрены различные подходы к организации внутреннего контроля качества в лаборатории, основные требования и процедуры

Несмотря на то, что нормативной и методической документации по внутреннему контролю качества (ВКК) вполне достаточно, тем не менее, в практической деятельности лабораторий по-прежнему возникают вопросы, на которые ответы находятся не сразу. Среди них такие:

1. Какие факторы необходимо учитывать лаборатории при планировании внутреннего контроля?
2. Как подтвердить качество каждой рабочей пробы?
3. Что такое «серия измерений», и как установить ее размер?
4. Как выбрать оптимальные способы контроля?

Чтобы ответить на все возникающие вопросы, в первую очередь необходимо задокументировать процедуру внутреннего контроля в системе менеджмента лаборато-

рии. Можно это сделать в Руководстве по качеству или разработать отдельный стандарт организации. Например, в ЗАО «ЦИКВ» разработаны два стандарта:

- «Внутрилабораторный контроль качества количественного химического анализа»;
- «Внутрилабораторный контроль качества санитарно-микробиологического анализа».

Разработка двух стандартов связана с различным подходом к процедурам внутреннего контроля. Так, для количественного химического анализа они могут выражаться в виде предупредительного контроля и контроля стабильности результатов измерений. А качество санитарно-микробиологических анализов достигается путем соблюдения и контроля процедур и условий проведения испытаний, то есть в

его основе лежит только предупредительный контроль. Несмотря на принципиальные различия в подходах к ВКК, оба стандарта устанавливают единые требования к организации и проведению работ.

В лаборатории должно быть четкое распределение ответственности и полномочий на каждом рабочем месте, понимание персоналом важности процедур контроля и последствий при некорректном их проведении. Для этого необходимо правильно организовать работы, то есть принять определенную организационную структуру, где для каждого звена во внутренних документах определить права, обязанности и ответственность. На *рис. 1* представлен пример такой структуры.

Такая организация работ и система руководства позволяет кон-

Таблица 1

Оценка минимального количества в месяц средств контроля

n — количество результатов АР в месяц	2 — 100	100 — 500	> 500
n_k — количество контрольных процедур в месяц	2 — 5	$(n/100) + 4$	10

тролировать проведение аналитических работ на каждом рабочем месте и оперативно реагировать на любые отклонения, возникающие в результате анализа.

ПЛАНИРОВАНИЕ ВНУТРЕННЕГО КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА

План ВКК должен охватывать все определяемые характеристики, то есть планирование нужно проводить для каждой методики, исходя из:

- количества анализов, выполняемых по методике, и их периодичности;
- числа операторов, выполняющих измерения;
- наличия сменности работы операторов;
- наличия образцов для контроля.

Рассмотрим практические вопросы планирования процедур

ВКК количественного химического анализа.

1. Определение количества средств контроля в месяц

Для расчета минимального количества средств контроля можно использовать таблицу, приведенную в МР 18.1.04-2005 «Система контроля качества результатов анализа проб объектов окружающей среды» (табл. 1), в соответствии с которой в зависимости от общего количества за месяц результатов аналитических работ (АР) оценивают минимальное количество средств контроля в тот же период времени (n_k).

При необходимости можно увеличить количество контрольных процедур, например при внедрении новой методики, смене исполнителя, обучении нового сотрудника, проведении лаборато-

рий корректирующих действий по результатам ВКК.

2. Установление контрольного периода

Контрольные периоды можно варьировать для различных определяемых характеристик от 3–6 месяцев до одного года.

3. Подтверждение качества рабочих проб

Если количество контрольных процедур на порядок меньше количества анализируемых проб, то как подтвердить качество каждой рабочей пробы?

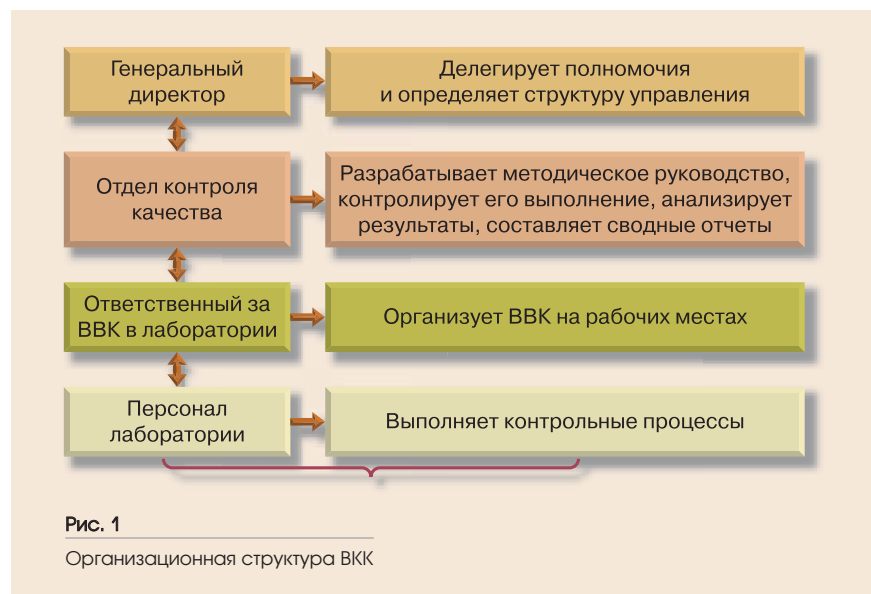
Все пробы, которые анализирует лаборатория, должны быть разделены на серии. В соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725–2002¹, под серией подразумевают совокупность образцов, анализируемых в условиях повторяемости: при одной и той же калибровке, одним и тем же методом, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования, в пределах короткого промежутка времени.

4. Установление размера серии измерений

Количество проб в серии может быть любым, но неперенным условием является то, что в каждой серии должна анализироваться одна или более контрольных проб (в зависимости от размера серии) (см. рис. 2).

Размер серии может быть связан с количеством рабочих проб или временным интервалом. Так, например:

- серию составляет 20 рабочих проб, то есть качество проб под-



¹ ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.

тверждается контрольной процедурой через каждые 20 проб;

- серию могут представлять рабочие пробы за неделю, если не изменяются условия проведения измерений: один оператор, одно средство измерения и т.д. Таким образом, результаты контрольных процедур, полученных в течение недели, будут распространяться на всю серию проб. Тем самым обеспечивается необходимое условие: качество каждой рабочей пробы подтверждено.



Рис. 2
Серия измерений

ОСНОВНЫЕ ВИДЫ КОНТРОЛЯ (на примерах ЗАО «ЦИКВ»)

Предупредительный контроль

Предупредительный контроль проводится ежедневно непосредственно перед началом выполнения аналитических работ, результаты фиксируются в рабочем журнале или в контрольном листе, форма которого регламентирована для каждого рабочего места исполнителя (см. рис. 3).

Выбор контролируемых параметров основывается на требованиях методик измерений. В отдельных случаях, исходя из опыта лаборатории, могут быть установлены специфические процедуры контроля, периодичность проведения которых определяется с учетом требований нормативной и технической документации.

В случае выявления несоответствий исполнитель проводит коррекцию или корректирующие действия, результаты которых фиксирует в контрольном листе, и приступает к выполнению аналитических работ только при соответствии всех контролируемых параметров установленным требованиям!

Контрольный лист для работ по МВИ ЦВ 3.22.61 (Измененная редакция. Изменение № 1)

Дата проверки	Наименование контролируемого параметра, объекта, показателя										Проверка осушителя (ежедневно)	Подтверждение соответствия Do/Net	Коррекция	Корректирующие действия
	Сроки действия поверки СИ (по этикетке)		Сроки годности применяемых химических реактивов				Параметры окружающей среды		Температура (20 - 26) °С	Влажность (20 - 50) %				
	Фурье-спектрометр №ОЛО-0231-08	Диспенсер № ДДЗЗ190	Окисл алюминия	Сульфат натрия	Серная кислота (1:1)	Четыреххлористый углерод								
1	2	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14		
06.08	+	+	+	+	+	+	+	24,2	51,0	нет горен	нет (11)	произведена замена осушителя, прибор протестирован		
09.08	+	+	+	+	+	+	+	23,7	65,0	горен	га			
08.08	+	+	+	+	+	+	+	23,4	51,6		га			
08.08	+	+	+	+	+	+	+	22,6	59,5		га			
10.08	+	+	+	+	+	+	+	22,4	44,0		га			

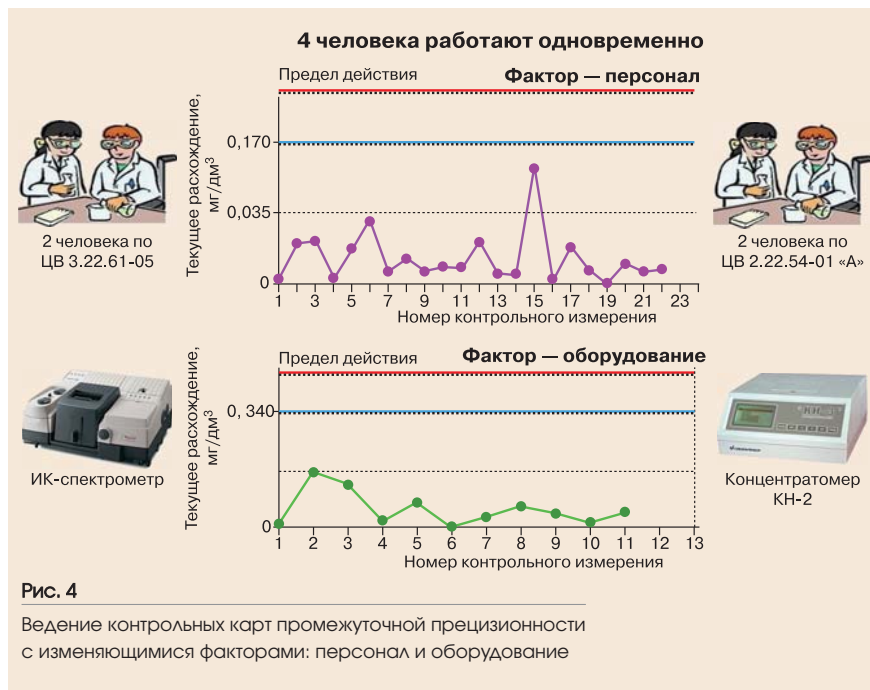
Рис. 3
Форма для фиксирования результатов предупредительного контроля

Отдельно можно остановиться на таком параметре предупредительного контроля, как контроль стабильности градуировочной характеристики (ГХ). Периодичность контроля стабильности ГХ регламентируется в плане по внутреннему контролю. Как правильно установить периодичность стабильности ГХ?

Если в методике измерений отсутствует периодичность контроля стабильности ГХ, то лаборатория должна установить ее самостоятельно, исходя из нарабатываемых статистических данных. Что

под этим подразумевается? Если ГХ нестабильна в течение дня, то контроль стабильности необходимо проводить по несколько раз в день; если ГХ изменяется незначительно — то раз в день; если ГХ стабильна, то можно проводить контроль стабильности раз в месяц или в квартал.

- В том случае, если лаборатория определяет содержание конкретного показателя периодически (например, раз в месяц), то необходимо контролировать стабильность ГХ перед каждой серией измерений.



На первой контрольной карте мы видим работу двух операторов, на второй — процесс измерений с использованием разных средств измерений.

3. Контроль стабильности стандартного отклонения повторяемости (карта размахов или текущих расхождений). Рекомендуется проводить, когда методикой регламентировано получение единичного результата измерений.

Если результаты измерений для каждой пробы проходят проверку приемлемости по показателю повторяемости (сходимости) согласно методике измерений, то контроль стабильности стандартного отклонения повторяемости с использованием контрольных карт не будет избыточен.

Контроль стабильности результатов измерений (статистический контроль)

Для контроля стабильности результатов измерений применяют контрольные карты Шухарта, являющиеся графической формой представления и сравнения результатов измерений средств контроля, которые позволяют выявлять нежелательные тенденции. Рассмотрим основные вопросы, возникающие при построении контрольных карт.

Как правильно выбрать вид контрольной карты для конкретной методики измерений?

Главное при выборе вида контрольных карт — их целесообразность. Рассмотрим наиболее распространенные методы контроля стабильности результатов измерений:

1. Контроль стабильности правильности (карта средних или карта смещений). Проводят для тех анализируемых показателей,

для которых имеются стабильные во времени средства контроля.

2. Контроль стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности (карта размахов). Рекомендуется проводить, если в лаборатории:

- исполнители работают по сменам;
- несколько исполнителей выполняют измерения по одной методике;
- измерения выполняются на разном аналитическом оборудовании, предусмотренном методикой измерений;
- имеются стабильные во времени средства контроля.

Пример 1. 4 лаборанта одновременно выполняют измерения по определению нефтепродуктов в сточной воде с использованием разных средств измерений: 2 лаборанта на ИК-спектрометрах, и 2 — на концентратомерах. Это позволяет вести контрольные карты промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами: персонал и оборудование (рис. 4).

Как выбрать средства контроля?

В плане ВКК необходимо указать, какие будут применяться средства контроля (СК). Это могут быть приготовленные на основе стандартных образцов (СО) модельные смеси или реальные пробы, анализируемые в лаборатории. При этом могут быть использованы как аттестованные СО, так и чистые химические вещества, главное, чтобы они были стабильны и адекватны объектам анализа.

Как выбрать концентрацию в средстве контроля?

Есть несколько рекомендаций при выборе концентраций в СК:

1. Лучше всего установить концентрацию в диапазоне наиболее часто встречающихся значений содержания определяемого показателя.

Пример 2. Определение бихроматной окисляемости (химическое потребление кислорода —

ХПК)² в природной воде. Поскольку значение ХПК в реке Нева колеблется в среднем от 17 до 30 мг/дм³, то контроль стабильности результатов измерений проводится именно в этом диапазоне.

2. Если значения определяемого показателя попадают в диапазон концентраций, для которых в применяемой методике измерений установлены разные значения метрологических характеристик, то контроль стабильности результатов измерений лучше проводить для каждого установленного диапазона.

Пример 3. Определение ХПК в сточной воде. Разброс результатов измерений достаточно большой. Методика измерений имеет два диапазона. Поэтому контроль стабильности результатов измерений проводится по двум заданным концентрациям в двух диапазонах ($C = 80,0$ мг/дм³ и $C = 800$ мг/дм³).

3. Можно установить концентрацию вблизи значений предельно допустимой концентрации (ПДК). Такой выбор оптимален, например при контроле сточных вод абонентов.

Пример 4. Согласно Приказу № 201 от 25.11.1996 г. Комитета по управлению городским хозяйством администрации С.-Петербурга, ПДК нефтепродуктов в сточных водах составляет 0,7 мг/дм³, а согласно Постановлению Правительства РФ от 29.07.2013 г. № 644 «Об утверждении правил холодного водоснабжения и водоотведения» — 10 мг/дм³. Поэтому для контроля стабильности результатов измерений нефтепродуктов выбраны

две концентрации вблизи значе- ний ПДК ($C = 0,8$ мг/дм³ и $C = 8,0$ мг/дм³).

Как установить нормативы для построения контрольных карт?

Рассмотрим основные варианты:

1. Характеристики погрешности (неопределенности) и их составляющие нормированы в методике измерений. Это наиболее распространенный способ установления нормативов. Если вы впервые начинаете работать с контрольными картами, то необходимо опираться на нормативы из методики измерений.

2. Характеристики погрешности (неопределенности) и их составляющие не нормированы в методике измерений (устаревший ГОСТ).

Пример 5. С 2005 по 2010 гг. в ЗАО «ЦИКВ» определение остаточного активного хлора прово-

дили по ГОСТ 18190-72 «Методы определения содержания остаточного активного хлора йодометрическим методом», в котором отсутствуют характеристики погрешности и нормативы контроля. Что при этом предприняли?

- установили характеристики погрешности по ГОСТ 27384-2002 «Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств» ($\delta = 30\%$);
- по ГОСТ Р 51232-98 «Общие требования к организации и методам контроля качества» (Приложение А) рассчитали значение стандартного отклонения $\sigma_r = 15\%$ и стандартного отклонения $\sigma_r = 11\%$, на основе которых рассчитали контрольные пределы для построения контрольных карт.
- 3. Лаборатория накопила статистический материал. В этом случае она может пойти двумя путями:
 - оставить нормативы прежними, как в предыдущем контрольном



² Прим. ред. ХПК характеризует общее количество содержащихся в воде восстановителей (органических и неорганических), реагирующих с сильными окислителями.



периоде (если контрольные карты наглядны);

- принять для следующего контрольного периода нормативы, опираясь на расчетные оценки стандартного отклонения повторяемости и промежуточной прецизионности.

Рассчитанные на основании оценок стандартных отклонений пределы и будут являться для конкретной лаборатории мерой подконтрольности аналитических процедур.

Пример 6. На рис. 5 представлены контрольные карты промежуточной прецизионности при определении щелочности методом потенциометрического титрования. Начиная строить контрольные карты, для расчета пределов действия и предупреждения использовали значение стандартного отклонения из методики измерений $\sigma_1 = 7\%$.

В течение нескольких лет получали значение оценки стандартного отклонения промежуточной прецизионности (s_i) менее 1%, после чего пришли к выводу, что необходимо уменьшить значение норматива стандартного отклонения промежуточной прецизионности до $\sigma_1 = 3\%$. Как видно из рис. 5, карта стала более наглядной и информативной.

Как выбрать единицы величин для построения контрольных карт?

Контрольные карты Шухарта можно строить:

- в единицах измеряемых содержаний (мг/дм³, мг/кг и т.д.);
- в приведенных единицах величин;
- в относительных единицах величин (%).

В каких единицах строить контрольные карты, определяет сама



Рис. 7
Фрагмент контрольной карты повторяемости результатов измерений БПК в сточной воде

лаборатория исходя из задач, которые ставит. Карты можно строить как в абсолютных, так и в относительных единицах. Главное, чтобы они были информативны и наглядны.

Пример 7. На рис. 6 представлены контрольные карты правильности по показателю «цветность». Построение первых карт началось 10 лет назад в абсолютных единицах и с одной и той же заданной концентрацией 7,0 мг/дм³ в течение контрольного периода.

Из контрольной карты № 1 видно, что она не несет никакой информации, и необходимость в ее построении отсутствует. Результаты контроля не соответствуют фактическим данным, из чего можно сделать вывод о формальном подходе исполнителя, который рассуждал, видимо, следующим образом: «Зачем мне проводить одно и то же кон-

трольное измерение, если я знаю заданное значение концентрации и уверен, что я все делаю правильно?»

После анализа ситуации было принято решение строить карты правильности в относительных единицах с разными заданными значениями. Были достигнуты следующие результаты:

- контрольные карты стали наглядны (№ 2);
- весь диапазон методики измерений находится под контролем;
- повысилась ответственность оператора;
- доказана важность процедур контроля в глазах персонала.

ПРАВИЛА ДЛЯ ВЫЯВЛЕНИЯ СПЕЦИАЛЬНЫХ ПРИЧИН ВАРИАЦИИ

С целью контроля динамики изменения стабильности процесса измерений ответственный исполнитель проводит регулярный ана-

лиз контрольных карт и их оценку. С целью возможности оперативного реагирования на любые отклонения от стабильности процесса измерений исполнитель должен наносить результаты контрольных процедур непосредственно в день выполнения измерений.

Пример 8. На рис. 7 представлен фрагмент контрольной карты повторяемости при определении БПК³ титриметрическим методом, описывающей 2 ситуации:

1. Результат контрольной процедуры вышел за предел действия (контрольная точка № 3).
2. На контрольной карте 6 точек образуют ряд монотонно возрастающих значений, что может

³ Прим. ред. БПК (биохимическое потребление кислорода) — количество кислорода, израсходованное на аэробное биохимическое окисление под действием микроорганизмов и разложение нестойких органических соединений, содержащихся в исследуемой воде.

Таблица 2

Пример плана корректирующих и предупреждающих действий по результатам ВКК

Наименование показателя состава и свойств объектов	Шифр методики	Описание несоответствия	Выявленная причина	Описание предпринятых корректирующих и/или предупреждающих действий
БПК	ПНДФ...	Превышение предела действия	Техническая ошибка исполнителя	<i>Корректирующее действие:</i> Повторный контроль от 17.07.12 г. Результаты контроля удовлетворительные. <i>Предупреждающее действие:</i> Усилен контроль за работой исполнителя, в том числе путем увеличения контрольных процедур
		6 возрастающих точек подряд	Срок годности реактива на исходе	<i>Предупреждающее действие:</i> Замена реактива

**АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ
 ВНУТРЕННЕГО КОНТРОЛЯ**

На рис. 8 представлена общая блок-схема анализа результатов контроля, как со стороны отдела контроля качества, так и со стороны лаборатории. Анализ результатов ВКК направлен на улучшение процесса внутреннего контроля. Все предложения и рекомендации по улучшению работ, возникающие в ходе анализа, обязательно учитывают в плане ВКК на следующий контрольный период.

[ККП]

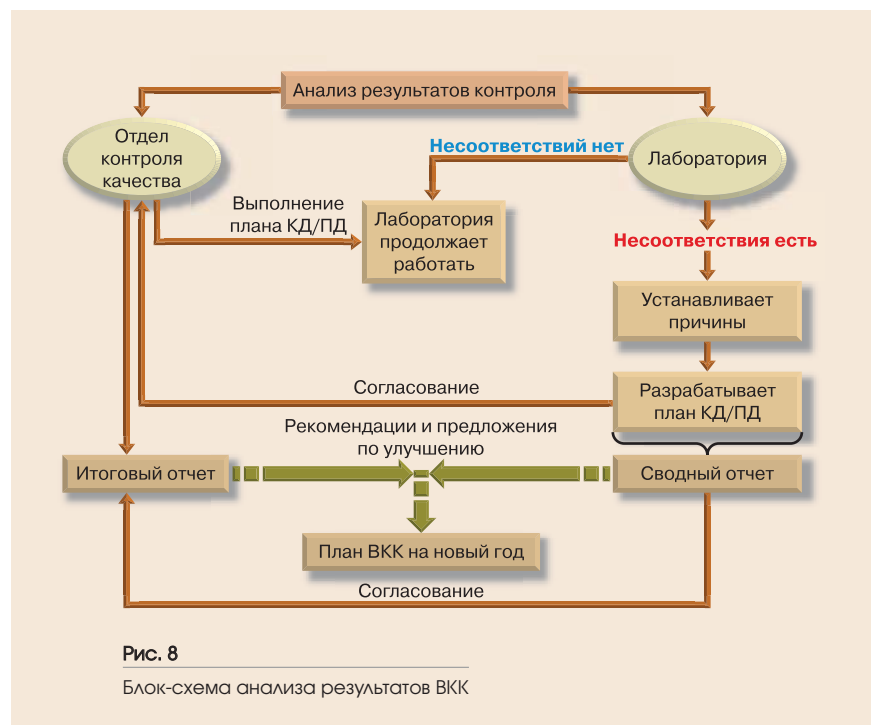


Рис. 8
 Блок-схема анализа результатов ВКК

свидетельствовать о возможном нарушении стабильности процесса измерений.

Если бы точки № 3 и № 13 на контрольную карту были нанесены несвоевременно, ситуация могла выйти из-под контроля. Результаты измерений лаборатории в таком случае могли быть недостоверными.

Ответственные исполнители анализируют все несоответствия, выявленные лабораторией при выполнении процедуры ВКК в течение контрольного периода, выясняют их причины, разрабатывают план корректирующих и предупреждающих действий по форме, утвержденной в стандарте организации (см. табл. 2).

РЕЗЮМЕ

Эффективная организация системы внутрилабораторного контроля качества позволяет лаборатории обеспечить достоверность выполняемых аналитических работ и экспериментально подтвердить свою техническую компетентность.