

УДК 528.02+543.0

Читайте и узнаете:

- каковы основные способы внутрилабораторного контроля;
- как планируется и организуется контроль стабильности;
- об особой роли человеческого фактора при контроле качества.

Ключевые слова:

внутрилабораторный контроль, модель измерений, статистически контролируемое измерение, контроль стабильности

Контроль стабильности измерений. Основные принципы

В.И. Дворкин,

главный научный сотрудник Института нефтехимического синтеза РАН, профессор, д-р хим. наук

Важнейшие способы внутрилабораторного контроля — это контроль стабильности, проверка приемлемости результатов измерений, а также методы, позволяющие получить точечные оценки метрологических характеристик за тот или иной период. Рассмотрены организационные аспекты контроля стабильности.

Внутрилабораторный контроль качества измерений (иногда употребляется термин «мониторинг») — это мероприятия, которые позволяют контролировать соответствие метрологических характеристик измерений предъявляемым требованиям и выполняются лабораторией самостоятельно.

В отечественной метрологии «классических» измерений (то есть измерений физических величин, для которых построена система передачи размера от первичного эталона к образцовым и рабочим средствам измерений, и не включающих сложных методик выполнения измерений) не предполагается какого-либо внутрилабораторного контроля.

Считается, что метрологические характеристики средств измерений:

- практически полностью определяют общую погрешность измерений;
- контролируются и подтверждаются в ходе периодических проверок;
- гарантированно сохраняются в течение межповерочного интервала [1].

На практике эти предположения часто не выполняются. Это очевидно хотя бы из того, что многие методики поверки предусматривают регулировку средства измерений (СИ), и, следовательно, работники мирятся с тем, что какое-то время между поверками СИ может иметь неудовлетворительные метрологические характеристики. Кроме того, случаются кратковременные выходы процесса измерений из подконтрольного состояния. Контроль стабиль-

ности был бы полезен и для СИ, позволив гарантировать качество «классических» измерений и увеличение межповерочных интервалов, либо возможность проведения поверки только после ремонта или наладки. Поэтому в основополагающем документе, ГОСТ Р ИСО 5725–2002¹, не дифференцируются виды измерений. Все, что там сказано, касается любых измерений (хотя все примеры относятся к химическому анализу).

Во всяком случае, внутрилабораторный контроль качества необходим при выполнении измерений, предполагающих, как большинство методов количественного химического анализа (КХА), сложные, часто многостадийные методики с большой долей ручного труда². Особенности этих измерений делают их потенциально нестабильными, подверженными ошибкам разного рода, и гарантировать их подконтрольность можно только проводя специальные мероприятия. При измерениях вообще и при КХА в частности контролируются условия измерений, используются поверенные СИ и т. д., однако, как показывает практика, этого недостаточно. Поэтому внутрилабораторный контроль совершенно необходим для лабо-

¹ ГОСТ Р ИСО 5725–2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений», Ч. 1–6, введен в действие Постановлением Госстандарта России № 161-ст от 23.04.2002 г.

² Дворкин В.И. Метрология химического анализа: Большая российская энциклопедия, Т. 20. — М., 2012. — С. 147–148.

раторий, систематически выполняющих однотипные рутинные анализы (заводских, осуществляющих анализ объектов окружающей среды, клинико-диагностических и т. д.). Вместе с тем такой контроль крайне желателен и во многих научных исследованиях, в частности, для обеспечения лучшей сопоставимости результатов, получаемых в разное время.

Ниже мы будем говорить либо об измерении вообще, либо конкретно о КХА, для которого методы внутрилабораторного контроля наиболее развиты.

Виды внутрилабораторного контроля

Можно выделить следующие основные виды внутрилабораторного контроля качества измерений:

- контроль стабильности измерений с помощью контрольных карт;
- проверка приемлемости результатов измерений³;
- точечная оценка метрологических характеристик измерений за тот или иной период.

Известны и другие, реже используемые способы контроля.

При проверке приемлемости оценивается только качество исследований каждого из рутинных образцов с точки зрения наличия грубых промахов, а не процедуры измерений в целом. Точечные оценки, такие как оперативный контроль по РМГ 76-2014 ГСИ⁴, в большинстве случаев уступают по эффективности контролю стабильности с использованием контрольных карт.

В настоящей статье рассматривается только контроль стабильности с использованием контрольных карт. Теоретической основой для него является фундаментальное понятие «статистически контролируемого состояния».

Статистически контролируемое состояние

Понятие «статистический контроль» [2] в настоящее время рассматривается как составная часть общего процесса управления качеством. Считается, что рассматривать метод исследования как измерительный процесс нельзя до тех пор, пока он не подвластен статистическому контролю [3].

Существует несколько определений статистически контролируемого измерения. Так, согласно [4] *«процесс измерения тогда находится в статистически контролируемом состоянии, когда причины, вызывающие значительную изменчивость результатов измерений, исключены или скорректированы, причем это сделано таким образом, что серия, состоящая из конечного числа измерений N , происходящих из процесса, пригодна для того, чтобы:*

- *заранее прогнозировать границы варьирования числа измерений N ;*
- *обозначить доверительную вероятность для того, чтобы будущие измерения находились внутри этих границ».*

Другое похожее определение более формально: *«Если результаты измерений, полученные в процессе измерений, накоплены в рамках любых возможных, но фиксиро-*

ванных условий, и они ведут себя так, как будто бы их выбрали случайным образом из фиксированного распределения, которое имеет фиксированную область значений и фиксированную изменчивость, то процесс измерения находится в статистически контролируемом состоянии» [2].

Можно сказать, что процесс измерений является статистически контролируемым, когда в случае исследования одного и того же объекта все результаты измерений или любую их часть можно было бы рассматривать как случайную выборку из совокупности, распределение которой не меняется во времени. Доверять результатам химического анализа и вообще измерений, корректно обрабатывать их методами математической статистики можно только тогда, когда процесс находится в статистически контролируемом состоянии и это подтверждено специальными методами. Это общий принцип.

Однако с позиций основополагающего ГОСТ Р ИСО 5725–2002 и многих других документов все более конкретно. Предполагается, что процесс измерений в данной лаборатории за длительное время может быть рассмотрен как совокупность серий⁵ измерений (в ГОСТе использован оборот *«результаты, полученные в условиях повторяемости (сходимости)»*). Считается, что результаты, относящиеся к одной серии, получены в одинаковых условиях (время, калибровка, лаборант и прибор), а от серии к серии всегда изменяются одни и те же факторы

³ Строго говоря, при проверке приемлемости контроль повторяемости (сходимости) по размахам результатов измерений рутинных проб является лишь частью процедуры. Остальное — расчет окончательно приводимого результата измерений.

⁴ РМГ 76–2014 ГСИ «Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа» Приказом Росстандарта № 778-ст от 09.07.2014 г. введены в действие в качестве рекомендаций по метрологии с 01.01.2016 г.

⁵ Термин «серия» соответствует широко употребляемому английскому «run».

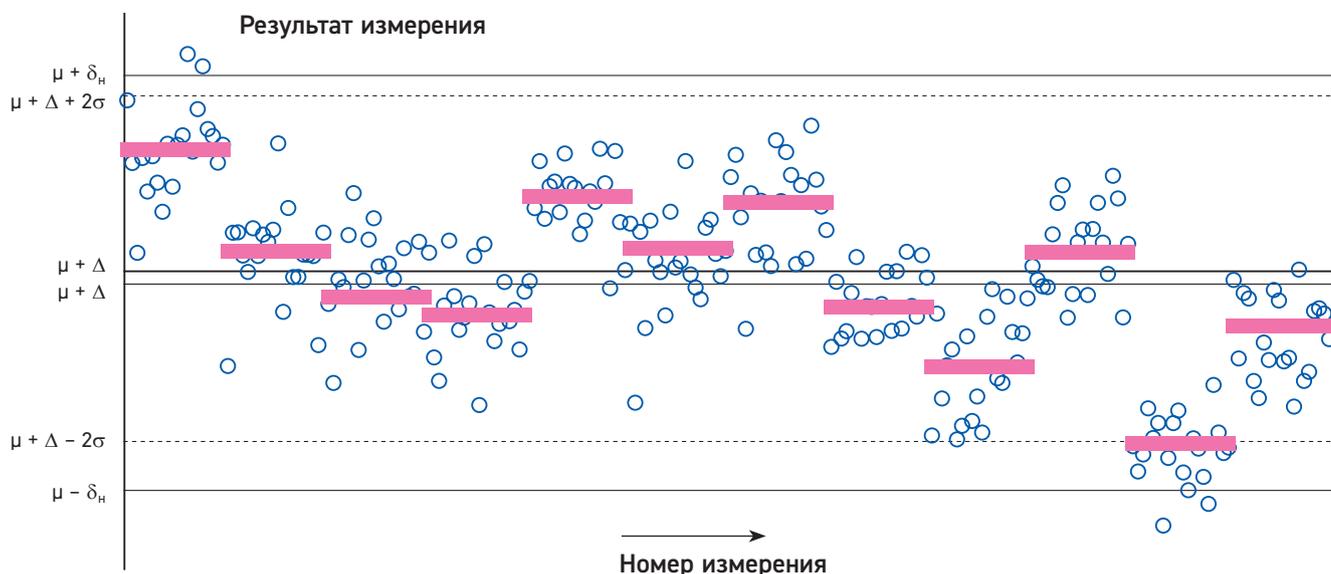


Рисунок. Моделирование результатов многократного измерения стабильного и однородного образца в течение длительного времени методом Монте-Карло

(например, время и калибровка). В реальности это не всегда строго выполняется, однако такой подход прост и в то же время эффективен (см. рисунок).

Результаты измерений расположены в порядке их получения. Каждая группа точек соответствует результатам, полученным в одной серии (то есть в условиях повторяемости по ГОСТ Р ИСО 5725–2002), фиолетовые отрезки — математические ожидания для каждой серии. Повторяемость (сходимость) $\sigma_r = 0,015$, промежуточная прецизионность при изменяющихся факторах «время» и «калибровка» ($\sigma_{IP(T,C)} = 0,025$).

Горизонтальными линиями показаны:

- μ — принятое опорное значение;
- $\mu + \Delta$ — математическое ожидание результатов в конкретной лаборатории; Δ — систематическая погрешность лаборатории была равна +0,5 % отн.;
- $(\mu + \Delta - 2\sigma)$, $(\mu + \Delta + 2\sigma)$ — границы интервала, в который попадают ~ 95 % результатов изме-

рений (σ — общее стандартное отклонение результатов измерений в лаборатории);

- $(\mu - \delta_n)$, $(\mu + \delta_n)$ — максимально допустимые погрешности измерений, взятые из нормативного документа на методику (норма погрешности $\delta_n = 7$ % отн.).

Фактически это означает, что результаты последовательных измерений одного и того же неизменного и стабильного объекта в течение длительного времени описываются моделью [5]

$$X_{ji} = \alpha + \alpha_j + \varepsilon_{ji}, \quad (1)$$

где $j = 1, 2, \dots, j$ — номер серии измерений; $i = 1, 2, \dots, i$ — номер измерения в данной серии; X_{ji} — результат i -го измерения в j -й серии, α — математическое ожидание измеряемой величины, α_j — эффект серии и ε_{ji} — случайная погрешность. Предполагается нормальное распределение случайных эффектов: α_j и ε_{ji} имеют нормальное распределение с нулевыми средними значениями и дисперсиями σ_{α}^2 и σ_{ε}^2 соответственно. Эффект α_j характеризует

разброс результатов между сериями измерений, а эффект ε_{ji} — внутрисерийный разброс. Конечно, на самом деле измерения проводятся для разных образцов, но сказанное касается любого из них. Если бы любой конкретный образец исследовался многократно в течение длительного времени, результаты описывались бы моделью (1). Можно сказать, что это и есть определение статистически контролируемого состояния в понимании ГОСТ Р ИСО 5725–2002.

В действительности среднее содержание определяемого вещества α зачастую не постоянно, а изменяется во времени, т. е. его можно было бы записать как $\alpha(t)$. Дисперсии σ_{α}^2 и σ_{ε}^2 также могут изменяться во времени (обычно расти). Но поскольку целью внутрилабораторного контроля как раз и является выявление и предотвращение подобных приводящих к ухудшению метрологических характеристик анализа изменений, а также разовых грубых промахов, то алгоритмы внутри лабора-

торного контроля стараются строить так, чтобы они выявляли как последние, так и медленные изменения среднего (дрейфы) и дисперсий. Контроль стабильности и ставит перед собой задачу выявлять различные отклонения процесса измерений от стационарного, описываемого моделью (1).

Понятно, что само состояние измерений исходно считается «хорошим», то есть устраивающим заказчиков исследований. Требования заказчика почти всегда соответствуют требованиям нормативных документов на методики измерений, в которых обычно указываются стандартные отклонения или пределы повторяемости (сходимости) и воспроизводимости соответствующих методик. Как это проверяется — отдельный вопрос.

Варианты контроля стабильности

Основным инструментом внутрилабораторного контроля является *контроль стабильности* с помощью контрольных карт. Еще раз отметим, что в ГОСТ Р ИСО 5725–2002 нигде не говорится, к каким именно измерениям относится этот стандарт (хотя все примеры взяты из химического анализа). Контроль стабильности основан на анализе результатов регулярных (предпочтительно в каждой серии) измерений какого-либо характеризующего их стабильного показателя. Лучше всего, когда таковым является собственно измеряемый показатель — в химическом анализе это концентрация определяемого вещества (веществ) в *контрольном материале* — однородном и стабильном, хотя и не обязательно аттестованном образце, близком по свойствам к исследуемому. Воз-

можен, хотя и менее желателен также контроль стабильности в отсутствие контрольного материала. При измерениях свойств объектов для контроля стабильности используется любой объект с неизменными свойствами.

Помимо контроля по определяемому показателю в КХА могут быть избраны и другие: аналитический сигнал образца сравнения, применяемого при градуировке; величины, по которым контролируется качество отдельных стадий анализа (например, масса или объем отобранных на одной из стадий химического анализа аликвот) и т. д. Нужно лишь, чтобы эти характеристики были стабильными в подконтрольном состоянии и отражали качество измерений. Мы будем рассматривать варианты контроля стабильности по результатам измерения определяемого показателя, однако все сказанное применимо и к контролю по другим величинам.

Разные варианты контроля стабильности предназначены для оценки разных компонент погрешности, описываемых моделью (1). Так, контрольные карты размахов контролируют неизменность дисперсии σ_{ϵ}^2 , карты текущих расхождений — в основном дисперсии σ_{α}^2 , а карты средних значений — главным образом погрешность, определяемую суммой эффектов α и α_j .

Как стабильность контролируется при наличии контрольного материала

Для каждого вида химического анализа (измерений):

- 1) выбираются контрольные материалы;
- 2) определяются показатели, подлежащие контролю;

3) определяется, что является серией измерений (аналитической серией);

4) составляется схема (план) контроля, в которой задаются природа и количество контрольных материалов, определяемых веществ и число измерений для контрольного материала в одной аналитической серии (в дальнейшем последнее нельзя изменить без нового набора статистики или, по крайней мере, нового расчета статистических характеристик при уменьшении числа измерений);

5) проводится анализ (исследование) контрольного материала (материалов) для оценки реальных статистических характеристик аналитической методики — *период оценки характеристик*.

По окончании периода оценки характеристик в случае соответствия погрешностей анализа предъявляемым к нему требованиям переходят к собственно контролю. При этом, насколько это возможно, отдельно контролируется точность в целом и повторяемость (сходимость) результатов анализа.

Рассмотрим требования, предъявляемые к каждому из этих этапов, и наиболее эффективные алгоритмы контроля, если результаты определения каждого показателя в каждом контрольном материале оцениваются отдельно.

Планирование процедур контроля стабильности

План эксперимента при контроле стабильности определяется как чисто метрологическими, так и экономическими факторами.

Выбор контрольных материалов. Общие требования к контрольным материалам — стабильность их в течение срока применения, однородность и адекват-

ность рутинным пробам. Наилучшими с точки зрения адекватности являются материалы одной природы с рутинными пробами (при анализе какого-либо сплава — это сплав близкого состава, при анализе сыворотки крови человека — стабилизированная лиофилизацией или замораживанием сыворотка крови человека и т. д.). Таким образом, общие требования к контрольным материалам сходны с предъявляемыми к материалам, подготовленным для аттестации в качестве стандартных образцов состава⁶.

С позиций обеспечения надежности контроля было бы полезно использовать несколько контрольных материалов. Однако в реальности лаборатории ограничены экономическими соображениями и ассортиментом материалов.

Строгое решение задачи об оптимальном выборе числа и состава контрольных материалов требует сложных и дорогих исследований (см., например, [6]), которые почти никогда не проводятся. На практике контрольные материалы выбираются исходя из априорных знаний о применяемом методе (методике) анализа, а также с учетом важности того или иного диапазона концентраций для конкретных областей аналитических работ. При этом, если концентрацию невозможно варьировать произвольно, приходится выбирать из имеющихся в наличии материалов. Так, при экологических исследованиях используется либо один материал с концентрацией вблизи ПДК, либо два с концентрациями вблизи и существенно выше ПДК; такой же выбор чаще всего оптимален

при измерениях для сертификации пищевых продуктов. Если весь диапазон концентраций одинаково важен, используется либо один материал с концентрацией вблизи середины диапазона определяемых концентраций, либо два или даже три материала с содержанием аналита, находящимся на краях и в середине диапазона определяемых концентраций (в медицине).

Для контроля стабильности очень часто используются аттестованные материалы (ГСО, стандартные образцы предприятий, аттестованные смеси и т. д.), а при их отсутствии или из экономии — неаттестованные, но обязательно стабильные, однородные и адекватные объектам анализа.

Отдельно надо рассмотреть ситуацию, когда не удается приобрести или изготовить контрольный материал, адекватный исследуемым пробам, то есть нельзя контролировать стабильность методики в целом. Конечно, остается возможность обойтись без контрольного материала, но это малоэффективно. Однако во многих подобных ситуациях возможен частичный контроль стабильности. Например, контрольным материалом, адекватным исследуемому объекту, при определении концентрации тяжелых металлов в пылевых частицах в воздухе рабочей зоны может стать стабильный раствор, похожий на те, которые получаются после растворения пыли из аспиратора. Конечно, в таком случае не будут контролироваться стадии отбора пробы и перевода ее в раствор, но это лучше, чем ничего.

Определение перечня контролируемых показателей. В послед-

ние годы появляется все больше методов, позволяющих в ходе одного анализа определять несколько (иногда до нескольких десятков) показателей: газовая хроматография, эмиссионный спектральный анализ, масс-спектрометрия и т. д. В таких случаях, конечно, можно контролировать стабильность по всем показателям, однако из экономии их число порой можно ограничить. Делается это на основе знаний о природе метода и собственного опыта. Так, в газовой хроматографии факторы, влияющие на стабильность, практически одинаковы для разных определяемых веществ: ввод пробы, состояние колонки и детектора, условия их работы и т. д. Вполне допустимо выбрать один или два определяемых показателя (обычно самых «капризных») и контролировать по ним стабильность измерений, полагая, что если для выбранных веществ все стабильно, то и для остальных это тоже так.

Определение серии измерений (аналитической серии). В большинстве случаев определение не вызывает трудностей, серия — это некоторое количество проб, исследуемых (анализируемых) за один раз. Например, при определении концентрации тяжелых металлов в водных пробах методом эмиссионной спектроскопии с индукционно связанной плазмой лаборант включает прибор, выполняет градуировку и «прогоняет» пробы, поступившие в лабораторию, одна за другой — это серия. Число рутинных образцов в серии ограничено сверху как реальными потребностями, так и изменчивостью условий измерений. Мы должны быть уверены: все

⁶ Большая российская энциклопедия, Т. 20. — С. 147–148.

факторы (время, градуировка, лаборант и прибор) одинаковы для всех проб в серии. Пробы другой серии исследуются в других условиях; именно поэтому *контролировать стабильность оптимально в каждой серии*, иначе нельзя гарантировать качество результатов — а вдруг серия, в которой не было контрольных проб, была «плохой»?

Сложности с определением того, что такое серия, возникают, когда измерения ведутся без разделения проб на группы. Например, в заводской лаборатории химического производства постоянно и оперативно контролируется вязкость полупродуктов. Проба отбирается, доставляется в лабораторию, и свободный лаборант сразу ее исследует на любом свободном вискозиметре. В подобных ситуациях ищут компромисс: не следуя строго определению серии, относят к ней пробы, проанализированные в одних условиях. В нашем примере это, скорее всего, все пробы, исследованные в течение одной смены — можно договориться, что в одну смену условия одинаковы, а в другую смену они будут иными (хотя возможны и варианты — например, считать серией пробы, исследованные одним лаборантом в одну смену, что сложнее).

Другая ситуация — непрерывно работающий автоматический прибор, выполняющий периодические (например, раз в 10 мин) измерения без участия человека. Пример — круглосуточный контроль концентрации в химическом реакторе автоматическим хроматографом. Размер серии в этом случае определяют исходя из соотношения скорости возможных изменений статистических характеристик анализа (дрейфов) и об-

щей погрешности исследования таким образом, чтобы этими изменениями можно было бы заведомо пренебречь. Другими словами, это — типичный период, в течение которого вероятность выхода процесса измерений из-под контроля достаточно мала.

Если есть возможность планировать размер серии, принимаются во внимание и экономические соображения. Очевидно, что в «длинных» сериях (20–30 и более рутинных проб) доля затрат на контрольные материалы и их анализ значительно меньше, чем в «коротких».

Это наиболее очевидно в ситуациях, когда при поточном рутинном анализе из экономических соображений проводится только одно измерение (анализ почв, клинический анализ, геологические исследования и т. д.). Тогда на результат измерений влияет как межсерийный (промежуточная прецизионность), так и случайный разброс внутри аналитической серии (повторяемость (сходимость)), причем эти факторы имеют разную природу. Учитывая, что целью контроля стабильности является не только выявление неудовлетворительных ре-

“

Контроль стабильности необходим в каждой серии, иначе нельзя гарантировать качество результатов

”

Выбор числа измерений для контрольного материала в одной серии. Когда для данной методики выбраны и определены показатели, по которым будет проводиться контроль, остается определить число измерений, которые будут выполняться для каждого контрольного материала в каждой серии, и расположение контрольных проб в сериях. Отметим, что в дальнейшем число измерений для данного контрольного материала и определяемого показателя нельзя изменить без нового набора статистики.

Часто для контрольного материала выбирается такое же число измерений, как для рутинных проб. На первый взгляд это кажется естественным и даже включено в нормативные документы (РМГ 76–2014 ГСИ). На самом деле для контрольного материала желательно иметь больше параллельных измерений, чем для рутинных проб.

зультатов, но и устранение причин возникшего сбоя, естественно контролировать оба компонента погрешности, для чего выполняются хотя бы два измерения.

Дополнительным аргументом, заставляющим стремиться к возможно большему числу параллельных измерений, является тот факт, что согласно центральной предельной теореме [7, 8] даже при существенном отклонении распределения результатов измерений от нормального среднее из нескольких результатов приближается к нормальному (то есть чем больше результатов усредняется, тем меньше распределение средних отличается от нормального). Известно, что при распределениях, реально встречающихся при анализе вещества, группировка с усреднением приводит к практически нормальным распределениям средних значений уже при числе измерений в группе 4–5, а часто

и меньше. А практически все методы внутрилабораторного контроля основаны на предположении о нормальном распределении результатов измерений.

Понятно, что экономические факторы в огромной степени влияют на организацию рутинных измерений и контроля их качества. Исследование контрольных материалов может вносить существенный вклад в стоимость каждого измерения для рутинных проб, и этот вклад прямо зависит от числа измерений для контрольных материалов. Минимальное число измерений для одного контрольного материала, позволяющее контролировать повторяемость (сходимость) по контрольной карте размахов, — два. Именно поэтому чаще всего при контроле стабильности проводится два измерения для каждого контрольного материала. То же мы видим в основополагающем ГОСТ Р ИСО 5725–2002, где во всех примерах фигурирует по два контрольных измерения.

Важную роль играет расстановка контрольных проб в серии. Она выбирается из тех соображений, что результаты контроля должны отражать качество исследования рутинных проб. Поскольку случайный характер погрешностей в пределах серии не гарантирован (возможны дрейфы и другие систематические эффекты, которые также надо выявлять), рекомендуется случайная расстановка. Идеально использовать таблицы случайных чисел. Часто применяемое, особенно при работе с автоматическими пробоотборниками, расположение контрольных проб на фиксированных позициях может привести к не-

корректным оценкам повторяемости (сходимости). В нашей практике были случаи, когда из-за дефекта пробоотборника результаты измерений в конкретных позициях были неправильными. При случайной расстановке контрольных проб такая погрешность будет выявлена, когда контрольная проба окажется в дефектной позиции. Если же контрольные пробы всегда располагаются на одних и тех же позициях, это может не произойти никогда.

Некоторые организационные аспекты. В целом можно выделить три составляющих внутрилабораторного контроля:

- персонал, который, собственно, осуществляет контроль;
- контрольные материалы (если контроль ведется с их применением, как чаще всего бывает);
- обработка и использование результатов контроля — ведение контрольных карт, выполнение расчетов и т. д.

Часто создается иллюзия, что наиболее сложная компонента — последняя, несколько проще решить вопрос с контрольными материалами, а люди, конечно, будут делать все так, как надо. На самом деле все обстоит точно наоборот: проще всего наладить расчеты и ведение контрольных карт, во многих случаях приходится помучиться с выбором контрольных материалов, а самое сложное — добиться, чтобы персонал честно и корректно выполнял нужные процедуры.

Дело в том, что проводимые в рамках внутрилабораторного контроля исследования контрольных материалов, обработка их результатов и т. д. часто воспринимаются лаборантом⁷ как формаль-

ная и ненужная работа. Соответственно, они делают эту работу спустя рукава, а иногда не делают вовсе, фальсифицируя результаты контроля. Чтобы этого не происходило, необходимо максимально удобно организовать контроль на рабочем месте и добиться понимания важности этих процедур всеми сотрудниками лаборатории. Это в основном определяет успех внутрилабораторного контроля.

Удобство осуществления контрольных мероприятий — естественное эргономическое требование. Конечно, если контрольные материалы стоят на полке над рабочим столом, никаких проблем не возникает. Однако эти материалы зачастую отличаются от рутинных проб и требуют специальных условий хранения (например, в холодильнике или в запаянной ампуле). Часто при их исследовании необходимы специальные подготовительные процедуры — вскрытие ампул, размораживание, разбавление концентрата и т. д. Эти процедуры должны доставлять лаборанту минимум неудобств, например, холодильник с контрольными пробами должен стоять в том же помещении, в котором происходят измерения, а не на другом этаже, компьютер либо терминал — находиться рядом с рабочим местом лаборанта. Все это кажется очевидным, но часто не соблюдается — сказывается некоторое пренебрежение контрольными процедурами. А ведь если таковые требуют серьезных дополнительных усилий, они могут просто не выполняться.

Возможно, еще более важным является психологический аспект.

⁷ Под «лаборантом» мы понимаем любого сотрудника, выполняющего рутинные измерения.

Прямым путем к добросовестному и качественному выполнению процедур внутрилабораторного контроля является убежденность всех сотрудников лаборатории в том, что их благосостояние в настоящем и будущем зависит от качества выполняемых исследований, а это качество невозможно гарантировать без внутрилабораторного контроля, как это и есть на самом деле. Очевидно, что доходы, а значит, зарплата сотрудников коммерческих лабораторий в условиях свободного рынка напрямую зависят от качества измерений. Однако и для заводских лабораторий выдача некачественных результатов чревата ухудшением отношения со стороны руководства и, как следствие, уменьшением стимулирующих выплат и закупок оборудования, а возможно, и кадровыми решениями. Даже один ошибочный результат измерения (если ошибка будет выявлена, а это происходит не так уж редко) потребители результатов — технологи, экологи и т. д. — будут вспоминать годами!

Эта мысль должна быть доведена до всех сотрудников лаборатории, а особенно — до лаборантов. При этом ни в коем случае нельзя пользоваться «отрицательным стимулированием» во избежание подделки результатов в случае выхода процесса из-под контроля. Конечно, картина после этого мероприятия может стать благостной, но реальное качество измерений вряд ли улучшится.

Следует иметь в виду, что низкое качество вследствие неудовлетворительного руководства — причина большинства проблем

в этой области. Ключ к хорошему качеству — уважение, признание людей [3]. Поэтому нормальная реакция на выявленный выход процесса измерений из-под контроля — не претензии и угрозы, а изъявление удовлетворения тем, что сбой вовремя замечен, неправильный результат не пойдет заказчику, и остается разобраться, из-за чего это произошло, чтобы предотвратить подобное в дальнейшем. Такой образ действий создает максимально комфортную атмосферу в лаборатории.

«Юридическая» проблема. Одна из сложностей, возникающих при внедрении современного внутрилабораторного контроля в нашей стране, состоит в том, что многие процедуры контроля качества, описанные в методиках в соответствии с ГОСТ 8.563–2009⁸, устарели. 30–35 тыс. методик выполнения измерений, используемых сейчас, были разработаны еще в 70–90-е гг. прошлого века. Приказ о внедрении ГОСТ Р ИСО 5725–2002 содержал требование привести в соответствие с ним все нормативные документы (в т. ч. на методики), однако оно не было выполнено. Конечно, было бы правильным централизованно внести изменения в методики и узаконить их. Однако ясно, что этого не будет — объем работы огромен, да и многих организаций–разработчиков методик уже не существует.

Получается, что формально использование современных методов внутрилабораторного контроля стабильности, проверки приемлемости во многих случаях противоречит тексту методик.

Для методик, используемых вне сферы государственного надзора, особой проблемы нет — в них легко внести соответствующие изменения, узаконить их в рамках предприятия и согласовать с заказчиками исследований, тем более что в большинстве случаев контроль стабильности «поглощает» другие методы контроля. Согласно № 184–ФЗ⁹ обязательными являются только технические регламенты, выполнение требований всех остальных документов, включая методики измерений (если они не вошли в какой-либо регламент), является добровольным, и во главу угла ставятся требования заказчика. Поэтому лаборатории могут самостоятельно изменить способы контроля качества измерений, согласовав изменения с заказчиками исследований и, при необходимости, утвердив стандартом предприятия. Конечно, все это требует внесения соответствующих изменений в руководство лаборатории по качеству.

Сложнее обстоит дело с работами, лежащими в сфере государственного контроля и надзора, регулируемой № 102–ФЗ¹⁰. Формально изменение процедур контроля может быть расценено надзорными органами как нарушение требований методики. Понятно, что при аккредитации орган по аккредитации может закрыть на это глаза или даже указать, что процедуры контроля, записанные в методике, являются достаточными, но неприятности со стороны надзорных органов вполне возможны. Остается надеяться на здравый смысл прове-

⁸ ГОСТ Р 8.563–2009 «Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Методики (методы) измерений» введен в действие Приказом Росстандарта № 1253-ст от 15.12.2009 г.

⁹ Федеральный закон № 184–ФЗ от 27.12.2002 г. «О техническом регулировании».

¹⁰ Федеральный закон № 102–ФЗ от 26.06.2008 г. «Об обеспечении единства измерений».

ряющих и на то, что процесс обновления методик постепенно выведет устаревшие, неэффективные способы контроля из обращения.

Подробнее об этой проблеме рассказано в [9].

После того, как контроль стабильности по данной методике измерений завершен и организационные проблемы решены, приступают к собственно контролю.

Использованная литература:

1. Бурдун Г.Д., Марков Б.Н. Основы метрологии. — М.: Изд-во стандартов, 1985. — 256 с.
2. Shewhart W.A. Statistical method from the view point of quality control. — Pennsylvania: Lancaster Press, 1949. — 197 p.
3. Буйташ П., Кузьмин Н.М., Лейстнер Л. Обеспечение качества химического анализа. — М.: Наука, 1993. — 188 с.
4. Wernimont G.T. Validation of measurement process/Ed. J.R. De Voe. Wash.: Amer. Chem. Soc. 1977 (ACS Symposium Ser.: № 63). — P. 1–29.
5. Дворкин В.И. Метрология и обеспечение качества химического анализа. — М.: Техносфера, 2019. — 317 с.
6. Дворкин В.И., Каримова И.Н. Способ оценки применимости стандартных образцов состава и его использование при определении общего холестерина в сыворотке крови//Журн. аналит. химии. 1995. Т. 50, № 3. — С. 248–252.
7. Чарыков А.К. Математическая обработка результатов химического анализа. — Л.: Химия, 1984. — С. 33.
8. Прохоров Ю.В., Розанов Ю.А. Теория вероятностей. — М.: Наука, 1987. — С. 352.
9. Дворкин В.И., Болдырев И.В., Воронцова О.Л., Мощенская Н.В., Нежиховский Г.Р. Профессионалы обсуждают главную тему//Контроль качества продукции. 2019, № 6. — С. 6–12.

References:

1. Burdun G.D., Markov B.N. Fundamentals of metrology. Moscow, Izdatelstvo standartov, 1985. — 256 p.
2. Shewhart W.A. Statistical method from the view point of quality control. — Pennsylvania: Lancaster Press, 1949. — 197 p.
3. Buytash P., Kuzmin N.M., Leistner L. Ensuring the quality of chemical analysis. Moscow, Nauka, 1993. — 188 p.

4. Wernimont G.T. Validation of measurement process/Ed. J.R. De Voe. Wash.: Amer. Chem. Soc. 1977 (ACS Symposium Ser.: № 63). — P. 1–29.

5. Dvorkin V.I. Metrology and quality assurance of chemical analysis. — Moscow: Technosphere, 2019. — 317 p.

6. Dvorkin V.I., Karimova I.N. A method for assessing the applicability of standard samples of the composition and its use in determining total cholesterol in blood serum//Journal of Analytical Chemistry. 1995. Vol. 50, № 3. — P. 248–252.

7. Charykov A.K. Mathematical processing of the results of chemical analysis. Leningrad, Khimiya, 1984. — P. 33.

8. Prokhorov Yu.V., Rozanov Yu.A. Theory of probability. Moscow, Nauka, 1987. — P. 352.

9. Dvorkin V.I., Boldyrev I.V., Vorontsova O.L., Moshchenskaya N.V., Nezhikhovskiy G.R. Professionals discuss the main topic//Product Quality Control. 2019, № 6. — P. 6–12.



Резюме

Контроль стабильности измерений, основные этапы и аспекты которого рассмотрены в статье на примерах из области количественного химического анализа, есть важнейший инструмент внутрилабораторного контроля и может быть реализован при большинстве измерений. Процедуры внутрилабораторного контроля качества измерений предусмотрены методиками, большая часть которых нуждается в актуализации. Это обстоятельство сильно осложняет взаимодействие лабораторий с органами по аккредитации и надзорными органами.

TITLE: _____

Monitoring the stability of measurements. Basic principles

AUTHOR: _____

V.I. Dvorkin, Chief Scientist of the Institute of Petrochemical Synthesis of the Russian Academy of Sciences, Professor, Doctor of Chemical Sciences

ABSTRACT _____

The most important methods of intra-laboratory control are stability control, verification of the acceptability of measurement results, as well as methods that allow us to obtain point estimates of metrological characteristics for a particular period. The organizational aspects of stability control are considered.

KEYWORDS: _____

intra-laboratory control, measurement model, statistically controlled measurement, stability control

SUMMARY _____

Measurement stability control, the most important stages and aspects of which are discussed in the article using examples from quantitative chemical analysis, is the most important tool for intra-laboratory control and can be implemented for most measurements. Procedures for intra-laboratory quality control of measurements are provided by methods, most of which need to be updated. This circumstance greatly complicates the interaction of laboratories with accreditation bodies and supervisory authorities.