

Главная тема

Контроль качества: лучший опыт

Читайте и узнаете:

- о трудностях исправления неточностей в методиках измерений;
- как найти грань между необходимостью, целесообразностью и абсурдом;
- о странностях некоторых процедур при выполнении измерений

Ключевые слова:

система менеджмента, аналитическая лаборатория, несовершенство методик измерений, контроль качества

Система менеджмента лаборатории: формальный подход или здравый смысл?

Н.К. Куцева

начальник отдела физико-химических методов анализа ЗАО «РОСА», канд. хим. наук

Рассмотрен подход к системе менеджмента качества в аналитической лаборатории. Особое внимание уделено оценке эффективности процедур системы менеджмента

Система менеджмента качества (СМК) лаборатории разрабатывается и внедряется на основе требований международного стандарта¹ *ISO/IEC 17025:2005* и национальных требований, сформулированных в Федеральном законе № 412-ФЗ «Об аккредитации в национальной системе аккредитации» и Приказе Минэкономразвития России № 326 «Об утверждении Критериев аккредитации...»².

Для достоверности результата анализа аналитической лаборатории

¹ *ISO/IEC 17025:2005. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (IDT)* (идентичный ему ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2009 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий»).

² Федеральный закон № 412-ФЗ «Об аккредитации в национальной системе аккредитации» от 28.12.2013 г. и Приказ Минэкономразвития России № 326 «Об утверждении Критериев аккредитации, перечня документов, подтверждающих соответствие заявителя, аккредитованного лица критериям аккредитации, и перечня документов в области стандартизации, соблюдение требований которых заявителями, аккредитованными лицами обеспечивает их соответствие критериям аккредитации» от 30.05.2014 г.

важно стабильно воспроизводить условия их получения. Так, в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2009 лаборатория должна документально оформить свою политику, системы, программы, процедуры и инструкции в объеме, необходимом для обеспечения качества результатов испытаний. Кроме этого, на каждом этапе работ лаборатория должна предусмотреть эффективные процедуры обеспечения качества. Здесь главное — не упустить ничего важного, правильно оценить риски, охватить контролем все операции, которые могут влиять на качество работ, и при этом не забывать о принципе разумной достаточности и экономической целесообразности, так как работы по управлению качеством требуют немалых ресурсов.

В настоящее время, когда на первый план выходит юридическая значимость подтверждения результатов деятельности лаборатории, СМК становится все более

формализована и перегружена требованиями. Лаборатория обростает процедурами, которые, с точки зрения выполнения основных функций и обеспечения качества результатов измерений, не всегда важны. Причины этого связаны как с ошибками и несовершенством нормативных документов, требования которых лаборатория обязана выполнять, так и с чрезвычайно серьезными последствиями даже незначительных несоответствий, выявленных при подтверждении компетентности. Кроме того, руководителям лабораторий не хватает юридических знаний, чтобы грамотно отстаивать свою точку зрения перед высокими комиссиями.

При разработке и внедрении СМК рекомендуется применять процессный подход. В аналитической лаборатории ключевым является процесс выполнения анализов, состоящий из нескольких подпроцессов (подготовки к анализу, пробоподготовки, выполне-

Формальный подход или здравый смысл? Система менеджмента лаборатории

ния измерений, оформления результатов), выполнение которых регламентировано соответствующими методиками анализа. Главная задача СМК — не контролировать каждую единицу продукции, а минимизировать количество ошибок в работе, которые могли бы снизить качество измерений. Поэтому необходимо описать правильные действия во внутренних документах лаборатории и контролировать выполнение этих действий.

Если применять формальный подход...

Очевидно, что в мире нет ничего совершенного. Любые документы, в том числе методики, могут содержать ошибки и неточности (например, в формулах химических реактивов, величине навесок, в расчетных формулах, значениях погрешностей). И если явные ошибки в методиках можно исправить, то неявные устранить практически невозможно, так как требуемые улучшения могут быть расценены как отклонение от установленных процедур.

Лаборатория сегодня лишена возможности применить свои знания и опыт (зачастую огромный) к совершенствованию методики, а вынуждена формально следовать процедурам, регламентированным в документах, так как проверять ее будут по принципу «что написано, то и выполняй!».

1. В *табл. 1–3* приведены примеры из методик, основанных на одном принципе (методе) измерений. Эти данные показывает, в какую нелепую ситуацию может попасть лаборатория при формальном подходе к выполнению требований методик.

В *табл. 1* представлены нормативы двух фотометрических

методик определения содержания анионных поверхностно-активных веществ в воде. Методика, описанная в ПНД Ф 14.1:2:4.15-95³, предназначена для проведения анализа питьевых, природных и сточных вод, а в ГОСТ 31857-2012⁴ — для анали-

бования в нормативных документах не имеет права.

Аналогичная ситуация приведена в *табл. 2 и 3*, где представлены нормативы пяти методик определения ионов аммония фотометрическим методом с использованием реактива Несслера⁵.

Лаборатория «обрастает» процедурами, которые, с точки зрения выполнения основных функций и обеспечения качества результатов измерений, не всегда важны

за питьевых (в том числе расфасованных в емкости) и природных вод. Методики не имеют существенных расхождений в процедурах выполнения анализа, но различаются в требованиях к точности взвешивания, срокам и условиям хранения буферного раствора и срокам хранения проб. Можно себе представить, в каком положении оказывается лаборатория, которая применяет обе методики, но изменить тре-

ра⁵. Области распространения четырех методик пересекаются, а одна методика предназначена для анализа близкого по свойствам объекта — минеральной

³ ПНД Ф 14.1:2:4.15-95 «Количественный химический анализ вод. Методика измерений массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ в питьевых, поверхностных и сточных водах экстракционно-фотометрическим методом» утвержден ФБУ «ФЦАО» 23.03.2011 г.

⁴ ГОСТ 31857-2012 «Межгосударственный стандарт. Вода питьевая. Методы определения содержания поверхностно-активных веществ» введен в действие Приказом Росстандарта № 1615-ст от 29.11.2012 г.

⁵ РД 52.24.486-2009 «Массовая концентрация аммиака и ионов аммония в водах. Методика выполнения измерений фотометрическим методом с реактивом Несслера» утвержден Росгидрометом 08.07.2009 г.

ГОСТ 25268.10-78 «Воды минеральные питьевые лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Метод определения ионов аммония» введен Постановлением Госстандарта СССР № 2414 от 01.09.1978 г.

ГОСТ 33045-2014 «Вода. Методы определения азотсодержащих веществ» введен в действие 01.01.2016 г. Приказом Росстандарта № 1535-ст от 11.11.2014 г.

ПНД Ф 14.1:2.1-95 «Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации ионов аммония в природных и сточных водах фотометрическим методом с реактивом Несслера» утвержден Минприроды РФ 20.03.1995 г.

ПНД Ф 14.1:2:4.276-2013 «Количественный химический анализ вод. Методика измерений массовой концентрации аммиака и аммоний-ионов в питьевых, природных и сточных водах фотометрическим методом с реактивом Несслера» утвержден ФБУ «ФЦАО» 28.08.2013 г.

Методики определения анионных ПАВ

[табл. 1]

Требования методик	ПНД Ф 14.1:2:4.15-95	ГОСТ 31857-2012
Навеска K_2HPO_4 для приготовления буфера, г	16,3308	16,33
Срок хранения буферного раствора	3 мес.	Не более 1 мес. в темном стекле при 2-8 °С
Срок хранения законсервированной пробы	2-3 суток при 3-5 °С	Не более 1 суток при 2-5 °С

Главная тема

Контроль качества: лучший опыт

Нормативы различных методик определения аммония фотометрическим методом с использованием реактива Несслера

[табл. 2]

	РД 52.24.486-2009	ГОСТ 23268.10-78	ГОСТ 33045-2014	ПНД Ф 14.1:2.1-95	ПНД Ф 14.1:2:4.276-2013			
Область применения	Природная, сточная	Минеральная	Питьевая, природная, сточная	Природная, сточная	Питьевая, природная, сточная			
Диапазон определения, мг/л	0,05-4,0 (по <i>N</i>)	0,05-4,0 (по <i>N</i>)	0,1-300	0,05-4,0	0,1-100			
Условия хранения	При консервации H_2SO_4							
	В холодильнике 3-4 сут.	Не указано	2-8 °С 2 суток	3-4 °С 2 суток	2-10 °С 3 суток			
Объем пробы, мл	Не указано	Не указано	≥ 500	≥ 500	≥ 200			
Концентрация градуировочных растворов, мг/л	0,05	0,3	0,5	0,1	0,05	0,6	0,1	0,2
	0,10	0,5	1	0,2	0,1	0,8	0,2	0,5
	0,15	1	2	0,5	0,2	...	0,4	1
	0,20	2	3	1	0,4	4	0,6	1,5
	0,30	4	4	1,5	0,6		0,8	2
				2				3
			3					

Диапазоны измерений массовой концентрации ионов аммония четырех методик с использованием реактива Несслера

[табл. 3]

РД 52.24.486-2009		ГОСТ 33045-2014*		ПНД Ф 14.1:2.1-95		ПНД Ф 14.1:2:4.276-2013	
Диапазон измерений массовой концентрации ионов аммония, мг/л	Отн. погрешность Δ, мг/л	Диапазон измерений массовой концентрации ионов аммония, мг/л	Отн. погрешность Δ, %	Диапазон измерений массовой концентрации ионов аммония, мг/л	Отн. погрешность Δ, %	Диапазон измерений массовой концентрации ионов аммония, мг/л	Отн. погрешность Δ, %
0,3-2,0	0,05	0,1-15	30	0,05-0,1	39	0,1-1	40
2,0-4,0	0,11	0,15-3,0	20	0,1-1	35	1-10	24
		3,0-300	14	1-4	21	10-100	20

* По ГОСТ 33045-2014 растворы готовят в колориметрических цилиндрах, используя NH_4Cl .

воды. Процедура выполнения анализа во всех случаях практически одна и та же, но требования к концентрации градуировочных растворов, к срокам хранения проб и однотипных растворов реактивов должны выполняться разные.

2. Порой методики включают ненужные и даже странные процедуры. Так, в соответствии с положениями общей фармакопейной статьи ОФС.1.2.2.2.0001.15 «Алюминий»⁶ при определении содержания алюминия в очищенной воде готовить эталонные растворы рекомендуется не с ис-

пользованием стандартных образцов, а из алюминиевой проволоки. А определяя по ГОСТ Р 53218-2008⁷ подвижные формы металлов при приготовлении ацетатно-аммонийного буфера с *pH* 4,8, измерять плотность уксусной кислоты и аммиака надо ареометром и вносить поправку на объемы реагентов, хотя потом *pH* доводится до нужного значения кислотой или аммиаком. И таких примеров много.

Например, во всех методиках анализа в соответствии с требованиями ГОСТ 8.563-2009 «ГСИ.

Методики (методы) измерений»⁸ раздел «Требования к условиям измерений» содержит требования к напряжению и частоте тока питания. Действительно, напряжение в сети влияет на результаты измерения, например освещенности, и это относится к деятельности специализированных испытательных лабораторий. В лабораториях анализа воды это требование касается прежде всего использования оборудования, рассчитанного на параметры сети, которые применяются в России — напряжение 220 В и ча-

⁶ Приказ Министерства здравоохранения РФ № 771 «Об утверждении общих фармакопейных статей и фармакопейных статей» от 29.10.2015 г.

⁷ ГОСТ Р 53218-2008 «Удобрения органические. Атомно-абсорбционный метод определения содержания тяжелых металлов» утвержден и введен в действие Приказом Ростехрегулирования № 712-ст от 25.12.2008 г.

⁸ ГОСТ Р 8.563-2009 «ГСИ. Методики (методы) измерений» утверждены и введены в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1253-ст от 15.12.2009 г.

стоту переменного тока 50 Гц⁹. И некоторые лаборатории вынуждены проводить контроль параметров электрической сети, хотя в нормативных документах особых требований к применяемому ими оборудованию нет.

По поводу контроля условий выполнения анализа в методических рекомендациях МР 18.1.04-2005 «Система контроля качества результатов анализа проб объектов окружающей среды»¹⁰ совершенно справедливо указано:

- соблюдать регламентированные в методиках условия проведения процедур и при необходимости контролировать условия или изменения условий окружающей среды. Такой контроль следует проводить в первую очередь при отборе проб или применении приборов, технические и метрологические характеристики которых могут меняться в зависимости от внешних факторов (температуры, влажности, давления);

- соблюдать требования документов по охране труда, в том числе условия при работе с приточно-вытяжной вентиляцией, по освещенности, электробезопасности, биологической, радиационной и химической безопасности...

Если применять современный подход...

В то же время применять наилучшие варианты действий по реализации методики анализа лабораториям позволяют форму-

лировки новых версий методик, например, такие:

- «допускается готовить растворы других номинальных объемов при условии соблюдения соотношений между объемами растворов и аликвот или массы навесок реагентов, регламентированных стандартом»;

Порой методики содержат ненужные и даже странные процедуры

- «допускается использовать средства измерения и вспомогательное оборудование с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных»;

- «рекомендуемые условия хроматографического анализа»;

- «для градуировки допускается использовать другие точки в указанном диапазоне»;

- «при выполнении измерений в пробах с массовой концентрацией выше... при уменьшении объема аликвоты анализируемой пробы погрешность измерения не превышает величины, рассчитанной по зависимости, приведенной в таблице».

Для построения системы менеджмента и повышения эффективности работы лаборатории сформулированные в *ISO 17025* требования к деятельности лаборатории, включая внутрилабораторный контроль качества результатов анализа, разумны, понятны и исчерпывающи. Безусловно, полезна и действующая в России система аккредитации, поскольку удаляет с рынка аналитических услуг недобросовест-

ные лаборатории. Главные трудности состоят в формализме, связанном с несовершенством нормативных документов, субъективизме проверок, а порой и в недостаточной компетентности руководства лабораторий. Мне кажется, что лаборатории во избежание проблем или из-за опасений последствий проверок, «забывая» об анализах, начинают рассматривать даже применяемые на протяжении многих лет методики с точки зрения возможных формальных замечаний и ведут ненужные записи.

Ни в коей мере не отрицая необходимость тщательного ведения записей, замечу, что при выполнении аналитических работ невозможно задокументировать каждое действие. Так, в отдельных лабораториях принято вести журналы учета времени работы на весах или ином оборудовании, делать подробные записи в рабочем журнале о приготовлении растворов, о процедуре разбавления каждой пробы при определении БПК и др. В отдельных лабораториях выделены специальные сотрудники, которые проверяют сделанные записи. Но проводил ли кто-нибудь экономическую оценку дополнительных затрат рабочего времени на такую работу? Где грань между необходимостью, целесообразностью и абсурдом?

К сожалению, в настоящее время практически утрачены научные аналитические школы, и на место профессионалов пришли специалисты, не привыкшие думать и не желающие брать на себя ответственность. Многие руководители лабораторий не стремятся вникать в тонкости СМК и идут по пути наименьшего сопротивления, заставляя сво-

⁹ ГОСТ 29322-2014 «Напряжения стандартные» (IEC 60038:2009. *Standard voltages*) введен в действие Приказом Росстандарта № 1745-ст от 25.11.2014 г.

¹⁰ Разработаны ЦИКВ.

Главная тема

Контроль качества: лучший опыт

их сотрудников выполнять ненужную работу. Их на это подталкивает система формальных проверок. Очень легко проверять то, что на поверхности, намного сложнее вникать в систему менеджмента конкретной лаборатории и пытаться понять логику применения установленных лабораторией процедур обеспечения качества.

Заключение

Система менеджмента качества для каждой конкретной лаборатории выстраивается индивидуально. Это инструмент для организации эффективной системы менеджмента, способствующей совершенствованию деятельности лаборатории. Однако при непрофессиональном формальном подходе можно

«замусорить» систему управления качеством лаборатории излишними требованиями, затрудняя работу персонала и создавая дополнительную бюрократическую нагрузку на его основную деятельность, и не получить при этом какого-либо положительного эффекта.



«Отбеливание» сертификации

О.М. Розенталь

главный редактор ККП, член Общественного совета при Росстандарте

В октябре 2016 г. **А. Херсонцев** и руководитель Росстандарта **Алексей Абрамов** приняли участие в общественном обсуждении вопросов совершенствования национальной системы сертификации, состоявшемся в МИА «Россия сегодня». На мероприятии вновь была поднята проблема «помутнения» современной сертификации. Присутствующие пришли к единому мнению, что ее надо «отбеливать», реформировать, поддержав инициативу Росстандарта по созданию национальной системы сертификации.

Органы по сертификации не научились (или не хотят?) отделять качественную продукцию от некачественной, ставить барьеры для недобросовестных производителей и поставщиков, предотвращать допуск фальсифици-

Отбеливание — распространенный технологический процесс. Ему подвергают ткани, бумагу, жиры, масла, воск и даже зубы. В «отбеливании» нуждается и сертификация, мутная репутация которой мешает экономическому развитию страны. Об этом шла речь на организованном «Российской газетой» в августе 2016 г. «Деловом завтраке» с участием руководителя Росаккредитации **Алексея Херсонцева**. По его мнению, необходимо вернуть сертификации утраченное за годы «нового» технического регулирования доверие рынка и общества.

рованной продукции на российский рынок. А надпись: «Сделано по стандарту» уже давно не является гарантией качества и безопасности. Впрочем, если бы знак соответствия ЕАС на маркировке сопровождался указанием «Сделано по техническому регламенту», это не прибавило бы лояльности потребителя к продукции. Потому что не только органы по сертификации плохо отделяют качественное от некачественного, но и контрольно-надзорные органы не всегда различают безопасное и опасное. А если и раз-

личают, то без особых последствий для поставщика, как рассказывают инспекторы. Так что «отбеливать» надо не только сертификацию.

Что же касается реформы национальной системы сертификации, то... поживем – увидим, появится ли в РФ закон о подтверждении соответствия. Повторяя слова А. Абрамова, «будем доверять и проверять» и информировать читателей о подвижках реформы.

