

Оценка соответствия. Аккредитация лабораторий Compliance verification. Laboratory accreditation

DOI: <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-4-64-76>

ВОПРОСЫ ОРГАНИЗАЦИИ ВНУТРИЛАБОРАТОРНОГО КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ В ИСПЫТАТЕЛЬНОЙ ЛАБОРАТОРИИ

© Светлана Николаевна Гусарова^{1*}, Юлия Михайловна Ерохина²,
Елена Ивановна Хунузиди^{1**}

¹ Учебно-научный центр систем менеджмента НИТУ «МИСиС», Москва, Россия;
e-mail: * gusarova.sn@mail.ru; ** hunuzidi@mc.misis.ru

² ФГУП «ВНИИСМТ» — ООО «Центр Содействие», Москва, Россия; e-mail: yuliyaerokhina@mail.ru

*Статья поступила 27 июля 2018 г. Поступила после доработки 18 декабря 2018 г.
Принята к публикации 25 февраля 2019 г.*

Рассмотрены и обобщены проблемы организации, внедрения и проведения внутрилабораторного контроля качества результатов испытаний (ВЛК) в испытательных лабораториях (ИЛ). Перечислены основные задачи, которые должен решать ВЛК, напрямую связанные с минимизацией рисков получения неудовлетворительных результатов испытаний, рассмотрены вопросы выбора способов и видов контроля. Предложены процессный и системный подходы к организации и выполнению ВЛК с учетом оценки рисков на этапах планирования, реализации, мониторинга ВЛК в ИЛ, позволяющие контролировать весь перечень используемых лабораторией методик измерений (МИ), сделав процедуру ВЛК прозрачной для всех заинтересованных сторон. Рекомендован эффективный способ описания ВЛК, начиная с этапа планирования, с применением «Программы ВЛК». Предложена форма «Программы ВЛК», которая позволяет обеспечить результативность процесса, вести записи и получить необходимые данные для достижения поставленных перед ВЛК целей: обеспечение требуемой точности/неопределенности результатов текущих испытаний по всей номенклатуре МИ, поддержание процессов проведения испытаний в статистически контролируемом состоянии, обоснованное подтверждение лабораторией своей технической компетентности, а следовательно, и обеспечение доверия внутреннего и внешнего заказчиков, надзорных организаций к результатам испытаний и деятельности ИЛ в целом. Проведен анализ этапов ВЛК с использованием принципа Шухарта – Деминга — PDCA с перечнем возможных рисков получения недостоверных результатов. Даны рекомендации по эффективной реализации каждого этапа процесса. Перечислены типичные ошибки ИЛ при выполнении ВЛК, что позволит читателям не только научиться избегать их, но и учитывать как возможные риски в рамках реализации процесса.

Ключевые слова: внутрилабораторный контроль качества результатов испытаний; планирование и реализация ВЛК.

QUESTIONS OF THE INTERNAL CONTROL QUALITY ASSURANCE OF TEST'S RESULTS IN THE TESTING LABORATORY

© Svetlana N. Gusarova^{1*}, Yuliya M. Erokhina², Elena I. Hunuzidi^{1**}

¹ National Research Technological University “MISiS” (NRTU “MIS&S”), Moscow, Russia;
e-mail: * gusarova.sn@mail.ru; ** hunuzidi@mc.misis.ru

² All-Russian Research Institute for Standardization of Materials and Technologies (FSUE “VNIISMT”) — LLC “Center for Assistance”, Moscow, Russia; e-mail: yuliyaerokhina@mail.ru

Received July 27, 2018. Revised December 18, 2018. Accepted February 25, 2019.

The problems regarding arrangement and implementation of the intralaboratory quality control (ILC) of test results in testing laboratories (TL) are reviewed and summarized. The main goals of ILC directly

aimed at minimization of the risks of getting unsatisfactory test results are considered along with the choice of the methods and types of control. The process and system approaches to organization and performance of the ILC are proposed with allowance for the risk assessment at the stages of planning, implementation, and monitoring of the ILC, which provide a control of all measurement techniques (MT) used in the laboratory, thus making the control procedure transparent to all the parties concerned. An effective way to describe the ILC starting with the stage of planning is recommended. The proposed "ILC Program" ensures the efficiency and effectiveness of the process to match the goals set for ILC: ensuring of the required accuracy (uncertainty) of current test results for the entire nomenclature of measurement techniques, maintaining the testing processes in a statistically controlled state, and, consequently, ensuring of the confidence of internal and external customers and supervisory organizations to the results of testing and activities of the TL as a whole thus proving the technical competence of the laboratory. We present the results of analysis of all ILC stages using the Shewhart-Deming — PDCA principle with a list of possible risks of obtaining unreliable results. Recommendations on the effective implementation of each stage of the process are given. Listed typical mistakes of ILC implementation can help the readers not only to avoid them, but also consider them as possible risks.

Keywords: intralaboratory quality control of test results; planning and implementation of intralaboratory quality control.

Введение

Новые редакции стандартов ГОСТ ИСО 9001–2015 и ISO/IEC 17025:2017 [1, 2] требуют от испытательных лабораторий применения процессного подхода и риск-ориентированного мышления. Основная цель авторов статьи — на основе результатов проведения внешних аудитов в ИЛ предложить способ описания деятельности ИЛ по внутрилабораторному (внутреннему) контролю качества результатов испытаний с использованием процессного подхода, дать рекомендации по применению системного подхода к планированию и проведению ВЛК, познакомить с распространенными типичными ошибками в практической деятельности лабораторий, чтобы можно было учесть эти ошибки в виде возможных рисков и принять превентивные меры для их минимизации.

В отечественной литературе вопросам планирования и выбора процедур ВЛК всегда было посвящено значительное количество публикаций, перечислить которые здесь не представляется возможным, поэтому авторы статьи ограничились ссылками только на некоторые, по их мнению, наиболее значимые работы [3 – 6]. В дополнение к сказанному в распоряжении ИЛ есть целая серия нормативных документов (НД), посвященных этому вопросу, например [7 – 9]. Однако организация процесса ВЛК (планирования, выполнения и документирования) является до сих пор одним из сложных вопросов, который приходится решать самостоятельно любой лаборатории для обеспечения и/или подтверждения достоверности полученных результатов испытаний (количественного химического анализа (КХА), измерений) и своей технической компетентности.

ВЛК — это один из самых творческих процессов в лаборатории, организация которого, как правило, отдается на откуп самой лаборатории, и на который руководство достаточно часто не выделяет достаточно ресурсов (например, для при-

обретения программного обеспечения). Однако ВЛК в обязательном порядке должен быть выполнен в ИЛ для гарантии достоверности полученных результатов испытаний, поэтому для его реализации лаборатории приходится выделять временные, человеческие, интеллектуальные и материальные ресурсы в любом случае, даже без учета большой степени ее загруженности. Для того, чтобы процесс ВЛК в ИЛ был не только результативен, но и эффективен, эти ресурсы нужно по возможности обоснованно минимизировать. Процесс ВЛК должен уже на этапе планирования отвечать целому комплексу требований, быть понятным для его участников, а результаты ВЛК должны быть максимально достоверными для того, чтобы избежать рисков получения ошибочных данных и принятия неправильных управленческих решений. Ниже рассмотрены основные проблемы выполнения ВЛК в ИЛ, даны рекомендации по его планированию и проведению в целях обеспечения результативности и эффективности с учетом новых требований.

Состояние проблемы ВЛК в испытательных лабораториях

Следует сразу отметить, что в статье не рассматриваются виды деятельности, связанные с созданием в ИЛ условий, гарантирующих получение достоверных результатов испытаний, т.е. предупредительный контроль или превентивные меры, также минимизирующие риски появления несоответствий в ходе подготовки и проведения испытаний, получения недостоверных результатов. Действительно, предупредительный контроль является одной из составляющих, обеспечивающих получение достоверных результатов, он обязателен для выполнения и охватывает множество аспектов, регламентированных в Руководстве по качеству ИЛ и/или в инструкциях ИЛ. Однако элементы такого контроля по сути не являются составной частью ВЛК и должны

быть рассмотрены отдельно, хотя многие лаборатории в своих документах отождествляют эти виды предупредительного контроля с процессом ВЛК.

В данной статье не рассматривается также вопрос организации и проведения внешнего контроля качества и участия ИЛ в межлабораторных сравнительных испытаниях (МСИ), поскольку это отдельная тема для обсуждения. Данная публикация не распространяется на органолептический анализ и микробиологические исследования. Для этих испытаний требуется другой подход к процедуре контроля, например [10, 11].

Статья базируется на концепции обеспечения единства измерений и погрешности результатов испытаний. Перейти от оцененной погрешности результата испытаний к его неопределенности можно достаточно просто, используя рекомендации [8, 12].

С одной стороны, деятельность ИЛ в части контроля качества результатов испытаний регламентирована целым комплексом требований и рекомендаций, например [7 – 9, 13], выполнение которых лаборатория должна продемонстрировать хотя бы на формальной основе. С другой стороны, лаборатория располагает массивами собранных и обработанных данных по итогам ВЛК за большой период времени, анализ которых позволяет ей принимать достаточно обоснованные решения по тому или другому виду контроля, объекту, средству контроля и методике измерений (МИ) с точки зрения своего опыта, ресурсов и с учетом оценки собственных статистических данных.

Выводы о качестве результатов испытаний сотрудники лаборатории делают на основе своего предыдущего опыта и результатов текущих контрольных испытаний. Поэтому при проведении разных внешних проверок (аудитов) к принятию решений лаборатории по организации ВЛК следует относиться с уважением и рассматривать этот вопрос с учетом практики работы лаборатории и специфики применяемых ею методик измерений (МИ), а не подходить к этому вопросу формально. Тем не менее анализ итогов внешних аудитов показывает, что при их проведении имеют место необоснованные требования со стороны проверяющих экспертов по организации ВЛК без оценки опыта лаборатории, специфики ее работы, периодичности выполнения конкретных МИ. В этом случае лаборатория становится заложником выполнения таких требований, которые могут значительно увеличить ее трудозатраты на проведение ВЛК, но быть или малоэффективными, или совсем неэффективными.

Следует заметить, что именно выполнение ВЛК позволяет лаборатории продемонстрировать применение риск-ориентированного мыш-

ления [1, 2], позволяющего идентифицировать риски получения недостоверных результатов испытаний и управлять ими, а также выявлять и устранять причины появления несоответствий требованиям методик измерений (МИ) при проведении испытаний. Процесс ВЛК можно назвать результативным, если он позволяет лаборатории не только предотвращать выдачу недостоверных результатов испытаний, но и немедленно реагировать на ситуации, когда погрешность/неопределенность (или ее составляющие) полученного результата не соответствует приписанным (лабораторным) характеристикам и другим установленным требованиям МИ; выявлять проблемы, идентифицировать и устранять причины их появления в оперативном режиме («on line»).

Основными целями ВЛК являются: обеспечение требуемой точности/неопределенности результатов текущих испытаний, поддержание процесса проведения испытаний в статистически контролируемом (стабильном) состоянии, обоснованное подтверждение лабораторией своей технической компетентности, а также обеспечение доверия внутреннего и внешнего заказчиков, надзорных организаций к результатам испытаний.

Способы и виды контроля

Основные способы, виды и средства контроля в ИЛ представлены на рис. 1. В лаборатории могут быть реализованы два способа контроля: оперативный контроль (ОК) процедуры испытаний и контроль стабильности (КС) результатов испытаний во времени. Их можно дополнить другими видами контроля. Во многих случаях целесообразно осуществлять контроль правильности выполнения МИ, ведения записей и расчетов при получении результатов измерений. Следует подчеркнуть, что выполнение всех видов контроля сотрудники лаборатории должны подтверждать записями.

ОК может выполняться как самими исполнителями, так и в рамках шифрованного эксперимента. Дело в том, что самое эффективное локальное вмешательство в процесс (когда это обосновано) в режиме («on line» обычно осуществляют сотрудники, занятые в процессе испытания и/или близкие к нему, что всегда следует учитывать при планировании ВЛК. Оперативный контроль проводят также при появлении факторов, влияющих на статистическую стабильность процесса испытаний (смена реактивов, стандартных образцов и др.).

Однако недостаточно наладить оперативный контроль, важно там, где это возможно, подтвердить, что полученный уровень показателей качества результатов испытаний остается достигнутым на протяжении долгого времени. Кон-

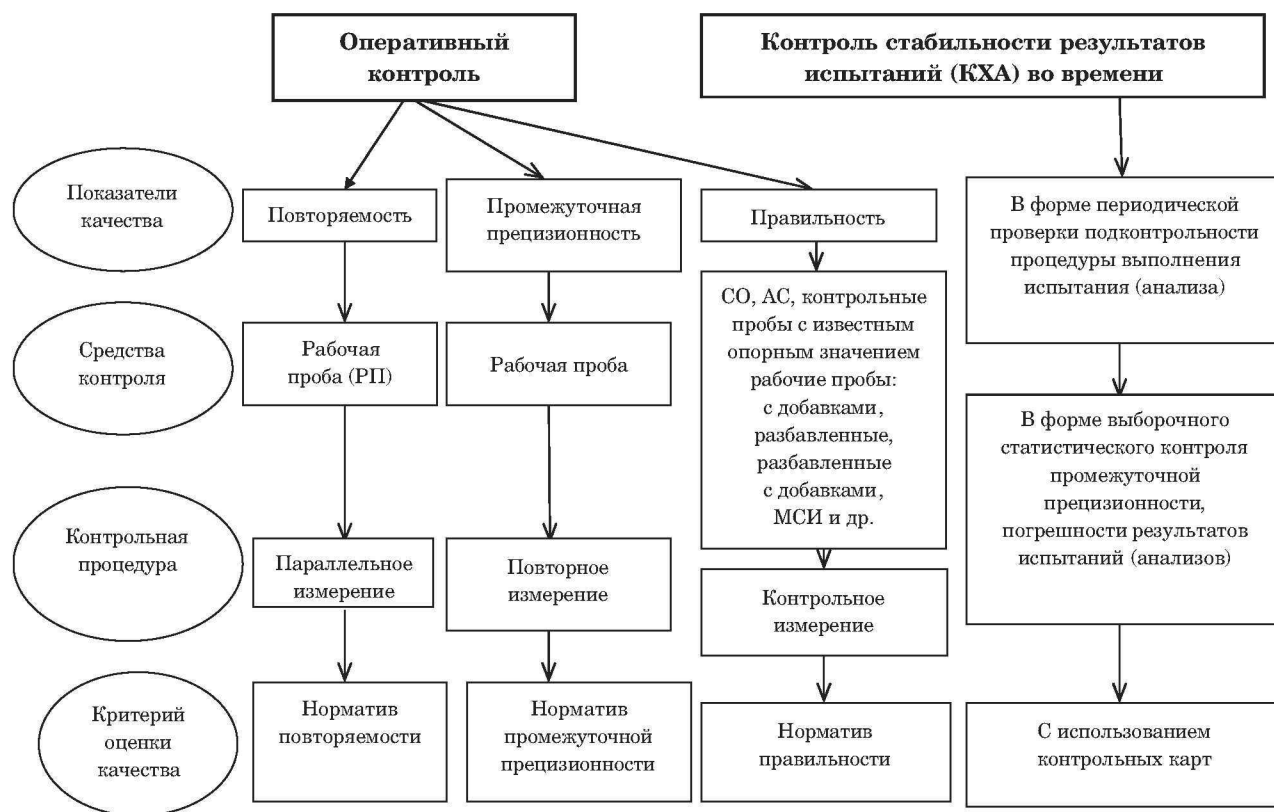


Рис. 1. Виды внутреннего контроля качества результатов испытаний в ИЛ

контроль стабильности процесса и результатов измерений во времени (КС) должен распространяться на МИ, для которых это целесообразно. КС может принимать разные формы: а) контрольные карты Шухарта (ККШ); б) периодическая проверка подконтрольности процедуры испытаний; в) выборочный статистический контроль по альтернативному признаку. Все алгоритмы КС достаточно четко описаны в руководстве [8], поэтому мы ограничимся только комментариями к их выбору и использованию в лаборатории.

Следует заметить, что при проведении ВЛК применительно к конкретным МИ весьма эффективно применение программного обеспечения для систематизации и обработки результатов испытаний. Широкое применение получили такие программные средства, как QControl, LabQuality и др., с помощью которых на контрольных картах Шухарта легко выявить типовые структуры, указывающие на наличие особых причин вариаций (правила Вестгарда). Но, к сожалению, следует констатировать, что из-за недостатка финансирования значительная часть испытательных лабораторий по-прежнему обходится построением контрольных карт с использованием Microsoft Excel.

Если МИ выполняют в лаборатории ежедневно или достаточно часто, то применение ККШ

намного предпочтительнее. Чтобы обнаружить структуры и тренды в наборе собранных массивов данных по итогам контроля, их нужно визуализировать [9, 14]. Роль ККШ, или «полученных картинок», значительно больше, чем представление той же информации в табличном виде. Правильная «картинка» позволяет увидеть связь данных друг с другом, наличие в них каких-то особенностей и структур, которые не могут быть обнаружены при текстовом или табличном представлении. Следует заметить, что никто пока не придумал лучший способ контроля стабильности любого процесса, чем использование ККШ. Этот инструмент позволяет визуализировать процесс, увидеть все тренды, оценить систематику и принять решение в текущем режиме сразу при появлении тревожных признаков или выбросов. Другими словами, ККШ позволяют принимать решения не на основе точечных данных, полученных в рамках оперативного контроля, а с учетом анализа разброса параметров испытаний.

Если у лаборатории нет возможности вести ККШ, поскольку МИ выполняется, например, не чаще одного раза в месяц, то в данном случае можно применять вид статистического контроля, описанный в разделе 7 руководства [8] — проверку подконтрольности процесса испытаний.

И, наконец, последний вариант контроля стабильности процесса испытаний — выборочный статистический контроль по альтернативному признаку [8, раздел 8]. С нашей точки зрения, это самый малоэффективный способ КС для лаборатории, поскольку выводы можно сделать только по окончании длительного контролируемого периода. Как правило, эта процедура занимает около года, и у лаборатории в течение этого времени нет возможности разобраться в причинах сбоев (если они имеют место) и повлиять на процесс, переведя его в статистически управляемое состояние. Однако лаборатории часто прибегают к этому виду контроля, считая его наиболее простым. Формально такие лаборатории не в чем упрекнуть, но результаты такого контроля практически невозможно использовать для анализа причин несоответствий и улучшения деятельности лаборатории.

Применение системного и процессного подходов к ВЛК

При планировании, организации, проведении и последующей актуализации (или корректировке) процесса ВЛК лаборатории приходится всегда принимать сложные решения. Проведение ВЛК обязательно, однако предварительно сотрудникам ИЛ необходимо решить ряд задач внутри лаборатории, в частности:

- в каком объеме осуществлять ВЛК, какие виды контроля для МИ следует выбрать;

- какие контрольные параметры или характеристики нужно выбрать для данной МИ;

- на какие нормативы ориентироваться для принятия решений по итогам контроля;

- кто и с какой периодичностью будет выполнять контроль по данной МИ;

- каким образом следует регистрировать результаты контроля;

- какие средства контроля можно использовать, как минимизировать затраты, поскольку стандартные образцы/эталоны подчас очень дороги;

- нужно ли проверять качество работы исполнителей (использовать шифрованные пробы, проверку правильности выполнения МИ) или сами исполнители будут подтверждать правильность полученных ими результатов с использованием контрольных образцов (проб) и далее самостоятельно осуществлять контроль стабильности процесса проведения измерений во времени.

Сложность ситуации по организации ВЛК усугубляется еще и тем, что сотрудники лаборатории достаточно редко имеют возможность проходить обучение в специализированных организациях, включая обучение по системам менеджмента и метрологическому обеспечению деятельности лаборатории. Никакие учебники, публика-

ции, нормативная документация не позволяют получить однозначные ответы на конкретные вопросы, связанные с реальной практикой работы лаборатории. Тем не менее выводы о достоверности результатов испытаний, статистической стабильности процесса измерений, а также о подтверждении технической компетентности лаборатории получают именно на основе контрольных испытаний, запланированных и проведенных в рамках ВЛК.

Проведение ВЛК лаборатория должна рассматривать как процесс, для которого необходимо назначить ответственного сотрудника, определить «входы» и «выходы» процесса, точки контроля и периодичность оценки его результативности (мониторинг) в целях принятия решений по его улучшению. Процессный подход в деятельности лаборатории четко регламентирован не только в ГОСТ Р ИСО 9001–2015, но и в новой версии ISO/IEC 17025:2017 [1, 2]. Более того, из этих документов следует необходимость «встраивания» в процесс деятельности по идентификации, оценке и управлению рисками. Из этого принципа вытекают положения, рассмотренные ниже.

1. ВЛК должен быть осуществлен в лаборатории на регулярной (плановой) основе для всей номенклатуры используемых МИ, включая заявленную область аккредитации. Процедуру ВЛК целесообразно распространить на все виды испытаний, проводимых ИЛ, включая количественный химический анализ, качественные испытания, физико-механические испытания, разрушающий и неразрушающий контроль, инструментальные методы измерений и пр. В первую очередь лаборатории, как правило, проводят ВЛК для МИ с установленными показателями качества в виде характеристик погрешности (неопределенности). Однако результаты испытаний, полученные с помощью качественных и полуколичественных МИ, целесообразно тоже контролировать, поскольку существует риск появления ошибочного результата, особенно там, где за долгое время не было предусмотрено никаких видов контроля. Какой вид контроля для этих целей выбрать — это решение лаборатории с учетом специфики объекта испытаний, тяжести последствий при наступлении рисков ситуации, имеющихся ресурсов.

2. В ИЛ и/или ее структурных подразделениях должен быть назначен ответственный (координатор) за организацию, регистрацию, проведение и интерпретацию результатов ВЛК. Без этого решения процесс ВЛК в лаборатории будет «обезглавлен». Не следует возлагать ответственность за выполнение ВЛК на руководителя ИЛ, который решает более сложные административные задачи: имеет смысл возложить ответствен-

ность за проведение большинства этапов оперативного контроля на исполнителей. Ответственность за принятие, выполнение и регистрацию действий по результатам контроля, включая временную приостановку испытаний, устранение несоответствий и осуществление корректирующих действий, несут, соответственно, исполнитель, ответственный за ВЛК, и руководитель ИЛ (каждый — в сфере своей компетенции). В этом случае очень важна достаточная квалификация сотрудников, включая исполнителей.

3. Организации и проведению ВЛК (применительно к конкретной МИ) может предшествовать процедура подтверждения возможности и правильности использования этой методики в лаборатории с учетом требований [2, 13]. Например, если МИ разработана и аттестована в той лаборатории, где она используется для решения конкретных аналитических задач, то процедура аттестации МИ уже доказала правильность и обоснованность ее использования в данной лаборатории. Это же положение относится и к МИ, которые используют в лаборатории длительное время. В этом случае правильность применения таких МИ в данной лаборатории подтверждена многолетним опытом и обоснована результатами ВЛК и межлабораторными сличительными испытаниями (МСИ).

4. По решению лаборатории возможно обоснованное проведение контроля не по всему алгоритму МИ, а только по ее проблемной части. Например, если есть информация о наличии не учтенных ранее дополнительных значимых факторов (неадекватность СО, неоднородность образцов и пр.), то лаборатория может планировать отдельные экспериментальные проверки в рамках ВЛК, чтобы оценить их влияние.

5. Процедура ВЛК должна быть прозрачной и пошагово документированной, ее необходимо довести до сведения всех заинтересованных сотрудников лаборатории. По сути в ВЛК должен быть вовлечен весь персонал ИЛ, проводящий испытания. В тех случаях, когда лаборатория не может воспользоваться программами для компьютеризации ВЛК, исполнители должны знать основы статистического управления процессами, построения, ведения ККШ для того, чтобы уметь их интерпретировать (включая использование правил Вестгарда), четко выполнять контроль в соответствии с установленными алгоритмами, вести соответствующие записи по установленным формам регистрации. Это замечание в первую очередь касается удаленных ИЛ, а также тех лабораторий, где сотрудники работают вахтовым методом и у них нет возможности иметь в штате еще и координатора ВЛК. В противном случае весьма вероятны потеря нужных данных, принятие неправильных решений, вплоть до вольной

или невольной подтасовки результатов контроля. Исполнители должны понимать, что причиной появления различных выбросов и трендов при контроле в большинстве случаев являются не их ошибки, а «голос процесса испытаний», отражающий появление специальных причин и влияние различных факторов вариабельности, описывающих границы статистической стабильности процесса [15, 16].

Планирование, выполнение, мониторинг и совершенствование процесса ВЛК

Поскольку ВЛК является процессом, то к алгоритму его выполнения, контроля и улучшения применим хорошо известный цикл Шухарта – Деминга *PDCA* — «планируй — выполняй — контролируй — совершенствуй», который «защит» в структуры и содержание всех новых редакций стандартов-требований к системам менеджмента, включая [1, 2]. Авторы статьи использовали цикл *PDCA* как инструмент для описания процесса ВЛК в ИЛ.

Этап планирования процесса ВЛК является главным для лаборатории. С одной стороны, эффективное планирование ВЛК необходимо для получения исходных данных, с другой — для минимизации трудозатрат. Такой документ ИЛ разрабатывает на год или более длительный срок, он имеет соответствующий статус (утверждение на уровне руководителя лаборатории) и охватывает все МИ, включенные в область деятельности лаборатории (область аккредитации), а также доступен и прозрачен для всех заинтересованных лиц, включая исполнителей.

Этот документ разрабатывает ответственное лицо (или рабочая группа) на основе и с учетом следующих факторов:

- номенклатуры МИ, применяемых в ИЛ;
- частоты использования МИ и их специфики;
- особенностей и специфики объектов испытаний;
- наличия средств контроля: стабильных рабочих проб, стандартных образцов (СО), аттестованных смесей (АС), возможности применения метода добавки;
- квалификации исполнителей и др.

Целесообразно для разработки и планирования ВЛК создать рабочую группу с привлечением представителей различных направлений деятельности. «Мозговой штурм» и коллективная компетентность рабочей группы позволяют завершить работу по планированию процесса оптимальным способом с минимизацией трудозатрат и с максимальным учетом возможных рисков, влияющих факторов и опыта лаборатории.

На этапе планирования принимают решения по видам контроля, количеству контрольных процедур за месяц/год в случае конкретной МИ

с учетом необходимости набора достаточной базы данных для накопления и получения информации о характеристиках погрешности/неопределенности, построения и ведения ККИШ или периодической проверки подконтрольности процедуры выполнения испытаний (там, где это необходимо и целесообразно).

Итоги планирования, как правило, оформляют в виде конкретного документа (программы, плана или графика) в зависимости от ведомственных требований, а также практики лаборатории и ее отраслевой принадлежности. Целесообразно такой документ утвердить на уровне руководителя лаборатории и назвать «Программой ВЛК», поскольку его содержание позволяет лаборатории реализовать системный подход и включает не только данные по видам и периодичности контроля, что характерно для графиков ВЛК, но и всю остальную приведенную выше информацию.

В самом общем случае планирование ВЛК с использованием такой Программы позволяет учесть и охватить всю номенклатуру используемых МИ; установить виды контроля, параметры, характеристики и нормативы; определить периодичность выполнения и средства контроля (с учетом идентифицированных рисков); назначить ответственных за проведение и регистрацию результатов контроля; унифицировать формы регистрации данных и пр.

В таблице приведен пример такой «Программы ВЛК» для лаборатории, которая ежедневно выполняет несколько МИ для небольшой номенклатуры объектов испытаний. В этом случае приведение конкретных нормативов контроля в графе 7 «Программы ВЛК» является обоснованным и удобным для исполнителей.

В случае, если в область деятельности лаборатории включено значительное количество объектов испытаний и МИ, в упомянутой выше «Программе ВЛК» можно в графе 1 группировать МИ в виде блоков. Например, первый блок — это МИ, которые реализуются с частотой менее одного раза в квартал, полгода или даже один раз в год. В этом случае применим только «ужесточенный» оперативный контроль, который целесообразно сделать обязательной процедурой при каждом выполнении МИ.

Второй блок — это МИ, используемые примерно один раз в месяц. К нему применимы оперативный контроль и контроль стабильности результатов измерений в форме проверки подконтрольности процедуры испытаний. К третьему блоку можно отнести МИ, достаточно часто выполняемые в лаборатории. В этом случае используется оперативный контроль и на его основе ведутся контрольные карты Шухарта (см. таблицу).

Программа ВЛК может быть дополнена и расширена за счет включения дополнительных граф с учетом практики конкретной лаборатории. В любом случае наличие такого документа позволяет не только реализовать системный и процессный подходы к разработке и реализации ВЛК, но и сделать эту область деятельности унифицированной, прозрачной и понятной для всех ее участников.

Этап выполнения ВЛК на основании такой программы зависит от специфики работы лаборатории. Если номенклатура объектов испытаний стабильна и за год нет никаких изменений в номенклатуре МИ, то этот этап может продлиться год и более без существенных изменений в «Программе ВЛК». На этом этапе важно тщательно вести записи по первичным данным итогов контроля, включая информацию по характеристикам прецизионности результатов испытаний. Формы ведения записей первичных данных целесообразно унифицировать, чтобы не потерять нужную информацию и облегчить ее сбор и обработку.

Лаборатория должна четко определить место, способы и формы регистрации результатов ВЛК с тем, чтобы сохранить всю необходимую информацию для ее дальнейшей обработки, оценки и интерпретации в целях принятия обоснованных управленческих решений: это рабочие журналы, журналы контроля, контрольные карты Шухарта (ККИШ), протоколы, отчеты и пр., которые можно вести и сохранять на бумажном носителе или в электронном виде.

Сотрудники лаборатории, проводящие испытания, должны четко знать порядок действий при выявлении несоответствий на этапе контроля повторяемости и оценки приемлемости полученных результатов испытаний (КХА). Они должны уметь пересчитать или найти по таблицам значения критических диапазонов $CR_{0,95}(3)$ для $n = 3$ и $CR_{0,95}(4)$ для $n = 4$ (где n — количество параллельных или единичных измерений), вести соответствующие первичные записи в рабочих журналах с регистрацией выявленных несоответствий и предпринятых коррекций и корректирующих действий (при необходимости).

Собранный таким образом массив данных не только позволит лаборатории оценить лабораторные характеристики погрешности/неопределенности результатов испытаний, сопоставить их с приписанными по МИ, но и удостовериться в том, что процесс проведения испытаний статистически стабилен и подконтролен лаборатории, а также обоснованно подтвердить свою техническую компетентность. Кроме того, по этим данным можно (при необходимости) аттестовать МИ, контрольные образцы с известным опорным значением, стандартные образцы предприятия.

Пример заполнения Программы ВЛК результатов испытаний в ИЛ

Методика измерений, частота ее выполнения	Контролируемый параметр (характеристика)	Средство контроля	Вид контроля	Периодичность контроля	Ответственный	Норматив контроля, % отн.	Место регистрации, форма регистрации
1. Контроль повторяемости результатов КХА							
ГОСТ 2642.4 ежедневно	Оксид алюминия	Рабочая проба	Контроль повторяемости/оценка приемлемости результата КХА	Каждый раз при получении результата КХА	Исполнитель КХА	$r_{(n=2)} = 6,6$ $CR_{0,95(3)} = 8,0$ $CR_{0,95(4)} = 8,7$	Рабочий журнал, альбом форм ИЛ (пп. 3 – 5)
ГОСТ 2642.6 ежедневно	Диоксид титана					$r_{(n=2)} = 12$ $CR_{0,95(3)} = 15$ $CR_{0,95(4)} = 16$	
ГОСТ 2642.1 ежедневно	Нерастворимый в воде осадок					$r_{(n=2)} = 26,3 - 15,5$ $CR_{0,95(3)} = 31,4 - 18,5$ $CR_{0,95(4)} = 34,5 - 19,0$	
2. Оперативный контроль (ОК) результатов КХА							
ГОСТ 2642.4	Оксид алюминия	Контрольная проба с известным содержанием (АС)	Оперативный контроль точности и промежуточной прецизионности (в условиях	Один раз в сутки	Исполнитель анализа	$r_{\text{л}} = 6,6; R_{\text{л}} = 6,4;$ $\delta_{\text{л}} = 5,6$	Рабочий журнал, альбом форм ИЛ (пп. 3 – 5)
ГОСТ 2642.6.	Диоксид титана		разные операторы, разное время)	Два раза в неделю	Исполнитель анализа	$r_{\text{л}} = 12; R_{\text{л}} = 22;$ $\delta_{\text{л}} = 18$	
ГОСТ 2642.1	Нерастворимый в воде осадок	СО				$r_{(n=2)} = 26,3 - 15,5;$ $R_{\text{л}} = 33 - 19;$ $\delta_{\text{л}} = 17,4 - 7,8$	
3. Шифрованный контроль для оценки качества работы исполнителей							
ГОСТ 2642.4	Оксид алюминия	Шифрованный контроль для оценки качества работы исполнителей (повторные испытания одной и той же пробы разными исполнителями) и/или рабочей пробы с добавкой	Шифрованный контроль промежуточной прецизионности (рабочая проба) и точности (рабочая проба с добавкой)	Один раз в месяц	Ответственный за ВЛК	$R_{\text{л}} = 6,4; \delta_{\text{л}} = 5,6$ K рассчитывают по формуле (см. инструкцию)	Рабочий журнал (журнал ВЛК), альбом ИЛ (пп. 3 – 5)
ГОСТ 2642.6.	Диоксид титана					$R_{\text{л}} = 22 \% \text{ отн.}$ $\delta_{\text{л}} = 18 \% \text{ отн.}$ K рассчитывают по формуле (см. инструкцию)	
ГОСТ 2642.2	Нерастворимый в воде осадок					$R_{\text{л}} = 33 - 19$ $\delta_{\text{л}} = 17,4 - 7,8$	
4. Контроль стабильности процесса КХА во времени с использованием ККШ							
ГОСТ 2642.4	Оксид алюминия	Массив данных по итогам контроля по п. 2 Программы	ККШ на базе оперативного контроля повторяемости, промежуточной прецизионности и точности	Введение данных в ККШ каждый раз при получении результатов ОК по п. 2	Ответственный за ВЛК	Пределы предупреждения и действия на ККШ повторяемости, промежуточной прецизионности и правильности	ККШ размахов повторяемости, промежуточной прецизионности. ККШ среднего для контроля точности (правильности)



Рис. 2. Способы оценки прецизионности (случайной погрешности) результатов

Если лаборатория проводит испытания по МИ, для которой отсутствуют контрольные образцы, то целесообразно не отказываться от контроля, а для его проведения использовать полученные в лаборатории оценки прецизионности результатов испытаний с четкой идентификацией факторов variability (рис. 2).

Если же перед лабораторией стоит задача расширения номенклатуры объектов и, соответственно, МИ, то после запланированной процедуры оценки применимости новых МИ и получения удовлетворительных результатов по ее итогам новые МИ должны быть «встроены» в Программу ВЛК.

Следует повторить, что массивы данных, собранных лабораторией, сами по себе не являются информацией для принятия необходимых и обоснованных решений. Переход от набора цифр к пониманию и выводам (решениям) осуществляется путем анализа данных, алгоритмы которого и должны быть заложены в упомянутой Программе.

Применение ККШ основано на сопоставлении результатов контрольных процедур с установленными пределами действия и предупреждения. Для интерпретации ККШ большое значение имеет также использование правил Вестгарда — одного из самых эффективных способов контроля.

Ведение ККШ можно условно разбить на несколько этапов: первый — сбор, обработка данных и построение ККШ с пределами предупреждения и действия; второй — ведение и интерпретация ККШ; третий — корректировка или актуализация ККШ [14].

Мониторинг процесса ВЛК и, соответственно, «Программы ВЛК» лаборатория осуществляет, как правило, в запланированные периоды времени, например, один раз в год в процессе

анализа СМК со стороны руководства ИЛ, а также в рабочем порядке, например, в рамках внутреннего аудита, в случае производственной необходимости или при возникновении каких-то форс-мажорных обстоятельств. Контрольные карты Шухарта с установленной периодичностью должны подвергаться анализу на предмет необходимости введения поправок, пересмотра пределов предупреждения и действия, поиска специальных причин выбросов, вариаций и трендов.

Если в МИ предусмотрено определение нескольких компонентов, то при проведении ВЛК лаборатория может ограничиться выбором одного-двух компонентов или параметров (так называемых «индикаторов» или «реперов») с учетом наличия корреляции полученных результатов контроля по разным характеристикам/параметрам. Это может быть компонент с максимальным значением показателя точности результата испытаний или наиболее проблемно определяемый компонент в рамках данной МИ, причем при последующей корректировке ВЛК можно предусмотреть смену контролируемых компонентов/параметров.

Если МИ используют в лаборатории примерно раз в месяц и реже (что характерно, например, для лабораторий, занимающихся производственным экологическим контролем), то целесообразно применить такой инструмент, как периодическая проверка подконтрольности процедуры испытаний, поскольку этот способ применим для оценки пяти и более результатов контроля. Следовательно, можно оценить стабильность процесса в рамках пяти-шести месяцев. Более того, лаборатория может в отдельных случаях обосновать переход от построения ККШ к оценке подконтрольности процедуры испытаний, если в течение длительного времени ККШ подтверждает, что процесс испытаний хорошо налажен и статистически стабилен во времени.

При оперативном контроле промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности выполняют первичное и повторное контрольные измерения для одной и той же рабочей пробы. В качестве рабочей может рассматриваться и контрольная проба, анализируемая исполнителем как рабочая проба в серии измерений. Но при этом виде контроля в записях должны быть четко зафиксированы условия variability, которые могут быть выбраны из вариантов: разные время (Т); операторы (О); градуировка/калибровка/поверка (С); разные, но идентичные средства измерений (Е) (см. рис. 2).

В общем случае при планировании и выполнении контроля промежуточной прецизионности в качестве средства контроля может быть взята специально выбранная рабочая проба (из числа



Рис. 3. Роль и место статистических методов управления процессами в цикле совершенствования Шухарта – Деминга

испытанных ранее) при условии, что ее метрологические характеристики стабильны во времени. При этом средство контроля может быть испытано с применением одной и той же МИ, но в разное время и разными операторами. Факторы вариабельности выбирает сотрудник, ответственный за ВЛК, исходя из практики работы и возможностей лаборатории, и регистрирует в Программе ВЛК и журналах регистрации результатов контроля.

Если в МИ не указан норматив промежуточной прецизионности R_n , то на начальном этапе контроля он может быть рассчитан с использованием предела воспроизводимости (R), указанного в МИ, по которой проводили испытания: $R_n = 0,84R$ [7, 8].

Целесообразно в отдельных случаях в качестве рабочей (контрольной) пробы использовать аттестованную смесь или СО. Такой подход позволяет минимизировать трудозатраты, оценив в рамках одного этапа контроля одновременно все составляющие характеристики погрешности результатов контрольных испытаний, включая систематическую погрешность и прецизионность.

Актуализация и совершенствование ВЛК в лаборатории — завершающий этап процесса — базируется на результатах мониторинга и является основой для нового витка процесса ВЛК по циклу PDCA. Этот подход распространяется и на составляющие процесса ВЛК, как это показано на рис. 3 для контроля стабильности результатов испытаний. Программу ВЛК нужно по мере необ-

ходимости анализировать, корректировать и совершенствовать с учетом исходной информации, полученной в рамках мониторинга процесса испытаний, внедрения новых МИ, испытаний новых объектов, появления тревожных признаков, повышения квалификации сотрудников, а также учета рисков, часть из которых перечислена ниже. Возможна и обратная картина: при подтверждении того факта, что процесс выполнения конкретной МИ является стабильным в течение длительного времени, интервалы оперативного контроля (и контроля стабильности) могут быть обоснованно увеличены. Один из вариантов — при проведении внутрилабораторного контроля точности можно ужесточить нормативы контроля с применением коэффициента 0,84 (например, $K = 0,84\Delta$ для уровня значимости $\alpha = 0,10$ и $P = 0,90$ соответственно [7, 8]).

Этап совершенствования завершается корректировкой или актуализацией Программы ВЛК с утверждением ее новой версии вплоть до появления необходимости следующей ее актуализации.

Для оценки рисков и принятия превентивных мер в процессе ВЛК ниже перечислены некоторые типичные ошибки, которые ИЛ часто допускают при проведении ВЛК, причем на долю ККШ, как правило, приходится их большая часть.

1. При выполнении МИ, в которых регламентирован только предел повторяемости, некоторые лаборатории забывают, что они должны

Объект	Цинк чушковой
Определяемый компонент	Олово
Методика анализа	ГОСТ 17261-87 Спектральный метод анализа
Единица измерения	%
Период заполнения контрольной карты	1.01.18-15.09.18
Аттестованное значение образца для контроля	0,0016%
Контрольная карта:	для контроля погрешности
Пределы предупреждения	$K_{пр. в(n)} = \pm 0,0006$
Пределы действия	$K_{д. в(n)} = \pm 0,0009$
Средняя линия	$K_{ср} = 0$

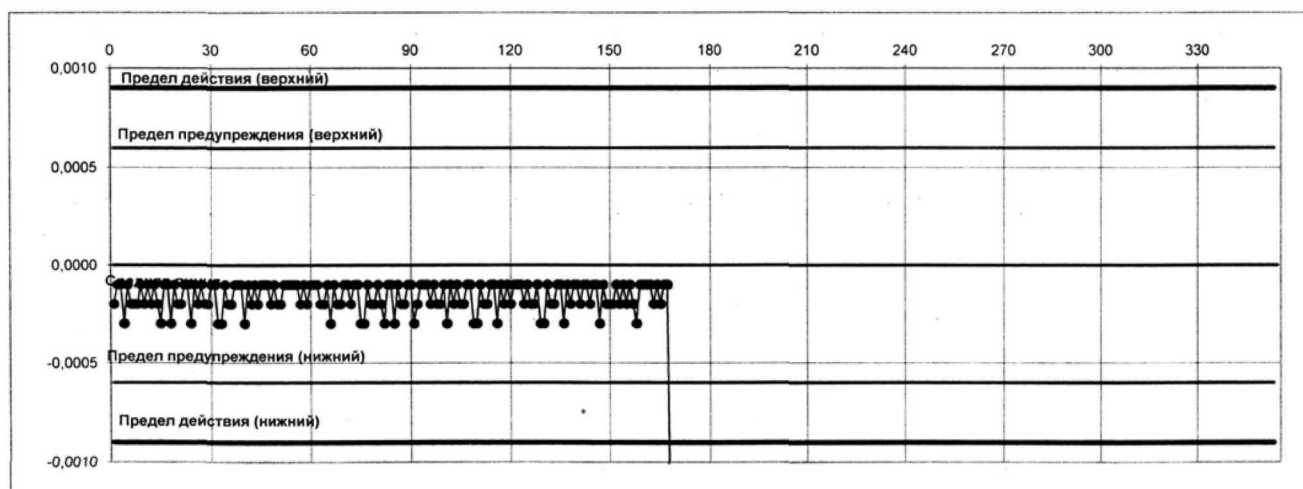


Рис. 4. Пример наличия типичных ошибок при построении и ведении контрольной карты Шухарта

оценить лабораторные характеристики погрешности (неопределенности), и ограничиваются только контролем повторяемости в рамках ВЛК, считая, что сделали все возможное для подтверждения достоверности полученных результатов испытаний. Ясно, что такое решение не является обоснованным, поскольку «за кадром» остаются такие важные характеристики качества результатов испытаний, как точность (правильность) и промежуточная прецизионность.

2. Оперативный контроль подменяется результатами контроля стабильности градуировочных характеристик и/или «рекалибровок» (например, для спектральных методов анализа).

3. При планировании и последующей корректировке процесса ВЛК лаборатория неукоснительно и последовательно следует таблице 5 «Рекомендуемое число контрольных процедур за месяц» из РМГ 76 [8], забывая о том, что это не требование, а рекомендация, которая не может учитывать специфику работы конкретной ИЛ, ее объектов испытаний и применяемых МИ, опыта работы и, соответственно, фактических данных по итогам ВЛК.

4. Применение при построении ККШ вместо рассчитанных по собранным массивам данных пределов предупреждения и действия нормативов по НД, регламентирующих требования к объекту испытаний, делает бессмысленным такой контроль стабильности процесса измерений и подменяет ККШ картами хода процесса. В от-

дельных случаях (вместо расчетных пределов предупреждения и действия на ККШ) лаборатории используют приписанные по МИ характеристики погрешности/неопределенности или даже характеристики погрешности аттестованных значений используемых СО.

5. Неправильно выбранный масштаб при построении ККШ: ККШ по вертикали должна занимать примерно половину листа формата А4. Возможны арифметические ошибки при расчетах, когда на ККШ нанесены средние линии и границы предупреждения и действия, положение которых (даже визуально) не отвечает их реальным значениям, поскольку они находятся далеко за границами ККШ. На рис. 4 показан пример ведения реальной ККШ в ИЛ, позволяющий проиллюстрировать наличие большинства из перечисленных выше ошибок.

6. Еще один вариант ошибки, которая встречается в отдельных лабораториях — это ведение ККШ применительно к отдельной МИ и ее показателям только в течение года. В следующем году сотрудники лаборатории заново начинают сбор данных и построение ККШ, что противоречит целям ВЛК и здравому смыслу.

7. Попытки построения и ведения X- и R-карт Шухарта для МИ, в рамках которых получают дискретные значения определяемого показателя (например, балл зерна, температуру вспышки в открытом/закрытом тигле). Напомним, что X- и R-карты Шухарта используют для

непрерывных случайных величин, когда применим нормальный закон распределения, в то время как к дискретным случайным величинам применимы другие функции распределения. Для таких МИ и их показателей построение ККШ не приносит пользы лаборатории, а только отвлекает ресурсы. В этом случае ККШ выглядят как горизонтальные линии и/или длинные горизонтальные ступеньки. Дискретной называют случайную величину, которая принимает отдельные, изолированные возможные значения с определенными вероятностями. Число возможных значений дискретной случайной величины может быть конечным или бесконечным.

Выводы

1. Появление новых редакций стандартов-требований [1, 2] к деятельности испытательных лабораторий обязывает их в дальнейшем демонстрировать применение процессного подхода, оценки и управления рисками.

2. Процесс ВЛК, как и любой другой процесс, целесообразно рассматривать и документировать с использованием цикла *PDCA*, что позволяет оценить и проанализировать все этапы его реализации от планирования до мониторинга и совершенствования.

3. Процесс ВЛК должен учитывать идентифицированные риски и охватывать всю номенклатуру выполняемых в лаборатории МИ и всех исполнителей.

4. Оперативный контроль следует планировать, в первую очередь, с учетом необходимости получения на этом этапе массивов данных, необходимых для проведения контроля стабильности результатов испытаний, расчета лабораторных характеристик погрешности.

5. Кроме оперативного контроля, лаборатории необходимо постоянно убеждаться в стабильности процессов измерений во времени, отслеживать их тенденции и тренды. Выбор видов контроля стабильности результатов испытаний во времени остается за лабораторией при условии их максимальной эффективности для выполнения поставленных целей и минимизации рисков.

6. Там, где это возможно, при проведении ВЛК целесообразно применять ККШ как единственный инструмент, позволяющий получить «голос процесса» в режиме реального времени, найти причины выбросов, устранить их и перевести процесс измерений в управляемое состояние.

7. Предложен способ планирования ВЛК в виде «Программы ВЛК», включающей практически всю требуемую для реализации процесса информацию.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ Р ИСО 9001–2015. Системы менеджмента качества. Требования. — М.: Стандартинформ, 2015. — 23 с.
2. ISO/IEC 17025:2017. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.
3. Дворкин В. И. Метрология и обеспечение качества количественного химического анализа. — М.: Изд-во МИТХТ, 2014. — 416 с.
4. Дворкин В. И. Внутрिलाбораторный контроль качества. Организация контроля стабильности и оценка характеристик процесса измерений / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2011. Т. 77. № 6. С. 60 – 68.
5. Дворкин В. И. Внутрिलाбораторный контроль качества. Основные подходы / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2011. Т. 77. № 4. С. 65 – 67.
6. Внутренний контроль качества. Руководство для аналитических лабораторий / Под ред. И. В. Болдырева. — СПб.: ЦОП «Профессия», 2015. — 80 с.
7. ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике. — М.: Стандартинформ, 2006. — 43 с.
8. РМГ 76–2014 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа. — М.: Стандартинформ, 2015. — 110 с.
9. ГОСТ Р ИСО 7870-2-2015. Статистические методы. Контрольные карты. Часть 2. Контрольные карты Шухарта. — М.: Стандартинформ, 2016. — 41 с.
10. ГОСТ 53701-2009. Руководство по применению ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 в лабораториях, применяющих органолептический анализ. — М.: Стандартинформ, 2011. — 10 с.
11. МУ 2.1.4.1057-01. Организация внутреннего контроля качества санитарно-микробиологических исследований воды. — М.: Минздрав России, 2001. — 91 с.
12. ИСО 21748:2010. Руководство по использованию оценок повторяемости, воспроизводимости и правильности при оценке неопределенности измерений.
13. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. — М.: Стандартинформ, 2018. — 28 с.
14. Адлер Ю. П., Шпер В. Л. Статистическое управление процессами: учеб. пособие. — М.: НИТУ «МИСиС», 2015. — 235 с.
15. Гусарова С. Н., Шпер В. Л. Статистическое управление процессами и методы аналитического контроля / Современная лабораторная практика. 2008. № 2. С. 20 – 25.
16. Адлер Ю. П., Хунузиди Е. И., Шпер В. Л. Количественные оценки роли статистического и системного мышления в принятии решений / Методы менеджмента качества. 2007. № 1. С. 33 – 37.

REFERENCES

1. ISO 9001:2015 (E). Quality management systems. — Requirements. — Geneva, ISO Copyright Office, 2015. — 29 p.
2. ISO/IEC 17025:2017. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. <http://www.iso.org/ru> (accessed February 25, 2019).
3. Dvorkin V. I. Metrology and quality assurance of quantitative chemical analysis. — Moscow: MITHT, 2014. — 416 p. [in Russian].
4. Dvorkin V. I. Intralaboratory Quality Control. Organization of Stability Control and Assessment of the Performance Measurement Process / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2011. Vol. 77. N 6. P. 60 – 68 [in Russian].
5. Dvorkin V. I. Intralaboratory Quality control. Basic approaches / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2011. Vol. 77. N 4. P. 65 – 67 [in Russian].
6. Internal quality control. Manual for analytical laboratories / I. V. Boldyrev (ed.). — St. Petersburg: TsOP «Professiya», 2015 [Russian translation].
7. ISO 5725-6:1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 6: Use in practice of accuracy values. <http://www.iso.org/standard/11837.html> (accessed February 25, 2019).

8. RMG 76-2014. State system for ensuring the uniformity of measurements. Internal control of quantitative chemical analysis result's accuracy. — Moscow: Standartinform, 2015. — 110 p. [in Russian].
9. ISO 7870-2:2013. Control charts. Part 2: Shewhart control charts. <http://www.iso.org/standard/40174.html> (accessed February 25, 2019).
10. State Standard GOST 53701-2009. Guidance on the application of GOST R ISO/IEC 17025 for sensory testing laboratories. — Moscow: Standartinform, 2011. — 10 p. [in Russian].
11. Methodical Instructions 2.1.4.1057-01. Organization of inter-laboratory quality control of sanitary and microbiological water research. — Moscow: Minzdrav Rossii, 2001. — 91 p. [in Russian].
12. ISO 21748:2010. Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation. <http://www.iso.org/ru/standard/46373.html> (accessed February 25, 2019).
13. ISO/IEC-17025:2005. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. <http://www.iso.org/standard/39833.html> (accessed February 25, 2019).
14. **Adler Yu. P., Shper V. L.** Statistical processes control: textbook. — Moscow: NITU "MISiS", 2015. — 235 p. [in Russian].
15. **Gusarova S. N., Shper V. L.** Statistical management of processes and methods of analytical control / Sovr. Lab. Praktika. 2008. N 2. P. 20 – 25 [in Russian].
16. **Adler Yu. P., Khunuzidi E. I., Shper V. L.** Quantitative assessments of the role of statistical and systemic thinking in decision-making / Met. Menedzh. Kach. 2007. N 1. P. 33 – 37 [in Russian].