

УДК 005.6+543.3

А.А. Полищук, Т.Н. Мозолевская

ООО «ИНФОКС» филиал «Инфоксводоканал», Одесса

ОПЫТ УЧАСТИЯ ЦЕНТРАЛЬНОЙ ХИМИКО-БАКТЕРИОЛОГИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ В МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЯХ

Вопрос качества и безопасности питьевой воды волнует сегодня как специалистов, так и все население Украины. Одним из элементов системы обеспечения качества питьевой воды является функционирование испытательных лабораторий, которые проводят исследования питьевой воды с целью проверки соответствия требованиям нормативной документации (НД). В связи с этим возрастает роль доверия к результатам, получаемым испытательными лабораториями. Такое доверие формируется в процессе постоянной демонстрации лабораториями своей компетентности и достоверности получаемых данных в соответствии с официально признанными механизмами.

Ключевые слова: испытательная лаборатория, межлабораторные сравнительные испытания, результаты испытаний, оценка качества, питьевая вода.

Введение

Доверие к качеству продукции, выпускаемой предприятием – залог успеха и конкурентоспособности на рынке. Обеспечение экологической безопасности и охраны окружающей среды при производстве продукции – возможность развития и функционирования предприятия. Подтвердить качество продукции и экологическую безопасность производства невозможно без эффективно функционирующих испытательных лабораторий (ИЛ), обеспечивающих достоверность своих результатов. Одним из эффективных способов подтверждения качества результатов испытаний лаборатории является проверка ее квалификации посредством межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ).

Под МСИ понимают организацию, проведение и оценку качества испытаний одних и тех же объектов по одним и тем же показателям в двух или более лабораториях в соответствии с заранее установленной программой. Основные принципы МСИ [1 – 5]:

1. Открытость. К участию в МСИ допускают любую ИЛ независимо от ее организационно-правовой формы и формы собственности, наличия или отсутствия аттестата аккредитации, а также системы аккредитации, в которой аккредитована ИЛ.

2. Компетентность. МСИ проводят координаторы, компетентные в этом виде деятельности, руководствуясь при реализации этапов программы МСИ принципами, нормами, правилами Государственной системы обеспечения единства измерений (ГСИ).

3. Независимость. МСИ проводят координаторы, не связанные с ИЛ общими коммерческими, финансовыми и административными интересами.

4. Отсутствие дискриминации и принятия пристрастных решений. Деятельность по проверке квалификации осуществляют для всех ИЛ на основе единых критериев.

5. Конфиденциальность. Результаты испытаний, полученные ИЛ при участии в МСИ, и оценка качества этих результатов, являются конфиденциальными и без согласия ИЛ не подлежат разглашению или передаче другим организациям или лицам.

6. Добровольность. ИЛ добровольно, путем подачи заявки координатору, изъявляет желание пройти процедуру проверки квалификации.

Изложение основного материала

Координатор разрабатывает Программу проведения МСИ, формирует перечень участников МСИ на основании заявок ИЛ, заключает договора на участие в МСИ, создает или приобретает тестовые материалы (test materials) (ТМ), составляет инструкцию по проведению испытаний ТМ, осуществляет рассылку ТМ с инструкцией, проводит обработку результатов испытаний и обобщение результатов МСИ, представляет результаты участия ИЛ в МСИ и сводную информацию о результатах участия всех ИЛ в МСИ каждому участнику программы МСИ.

Систематическое применение профессионального тестирования началось в 40-х годах прошлого столетия в США, в первую очередь для фармацевтических лабораторий. Далее оно получило распространение в клинических лабораториях Великобритании и, позднее, Западной Европы. Постепенно профессиональное тестирование охватило все виды аналитических исследований, прежде всего связанных с безопасностью — клиническая химия, анализ пищевых продуктов, промышленная гигиена, экология и т. д.

С целью гармонизации подходов к конструированию схем профессионального тестирования три международные организации — Международная организация по стандартизации (ISO), Международный союз по теоретической и прикладной химии (IUPAC) и Ассоциация по официальной аналитической химии (АОАС) разработали и утвердили Международный

гармонизований протокол для перевірки кваліфікації аналітичних хімічних лабораторій [6], в якому викладені основні принципи побудови та функціонування схем професійного тестування, підходи до обробки результатів тестування, інтерпретації отриманих даних та взаємодія всіх учасників програми.

Програми професійного тестування є обов'язковим і неотъемлемим елементом зовнішнього контролю системи якості іспитальної лабораторії та грають важливу роль як в час атестації лабораторії, так і в час її функціонування. Участь в Програмах сприяє покращенню якості вимірювань, подальшому удосконавленню роботи лабораторій та в кінцевому рахунку, забезпеченню єдиності вимірювань в цілому по країні.

Реалізація Програми професійного тестування здійснюється в ході проведення послідовних раундів, кожен з яких, в свою чергу складається з ряду послідовних етапів. Реалізацію Програми професійного тестування можна розглянути на прикладі Центральної хіміко-бактеріологічної лабораторії (ЦХБЛ) ООО «ИНФОКС» філіала «Инфоксводоканал», яка брала участь в міжлабораторних порівняльних випробуваннях, організованих під егідою проекту Tasis «Технічна допомога в плануванні менеджменту басейну Нижнього Дністра». Координатором виступала організація - LGC Standards Proficiency Testing, Великобританія [7]. В складі учасників - іспитальні лабораторії Одеси та інших міст Європи.

На 1-му етапі учасникам інтеркалібрації була надана можливість вибрати один або декілька зразків ТМ з цікавими їх компонентами з переліку Aquacheck scheme, що містить понад 50 варіантів тестових матеріалів.

Контроль якості питтєвої води проводиться в ЦХБЛ за показателями, нормованими ДСанПіН 2.2.4-171-10 «Гігієнічні вимоги до води питтєвої, призначеної для споживання людиною». Відповідно до нас були вибрані групи зразків, компоненти та характеристики яких представляли інтерес для контролю, а саме: 1Н - Major Inorganic Components (Hard Water), 2Н - Nutrients and Others (Hard Water), 5 - Toxic Metals (Preserved in 0.5% Nitric Acid), 6А - Halofoms and Chlorinated Solvents.

На 2-му етапі ЦХБЛ отримала підготовлені та атестовані тестові матеріали з інструкцією об умовях проведення раунду. Приписане значення (assigned value) є оцінкою значення вимірюваної величини та може бути визначено: вимірюванням в еталонній лабораторії; сертифікованим значенням CRM, що використовується як контрольний матеріал; безпосереднім порівнянням контрольного матеріалу з CRM для перевірки кваліфікації;

підготовленням, т. є. приписуванням значення на основі пропорцій, що використовуються в розчині або іншій сумішці інгредієнтів з відомим вмістом аналіта; узгодженим значенням, отриманим експертними лабораторіями; узгодженим значенням, отриманим безпосередньо з результатів, заявлених лабораторіями-учасниками МСИ.

На 3-му етапі в ЦХБЛ проводилися випробування ТМ та подача звіту про отримані результати координатору.

4-й етап включав аналіз результатів, отриманих від лабораторій, підготовку та розсилку їм заключного звіту. По результатам звіту в лабораторіях проводилися коректуючі дії щодо подальшої діяльності лабораторій в межах Програми.

Обробка результатів МСИ та висновок про те, наскільки іспитальна лабораторія близька до своїх результатів до приписаного значення аналіта в ТМ, проводиться за певною схемою.

На першому етапі отримують оцінку лабораторного зміщення (bias) для кожного учасника, що представляє собою різницю результату визначення аналіта в ТМ, отриманого даною лабораторією, x , та приписаного значення X .

Наступний етап - розрахунок Z -індексів - міри лабораторного зміщення: $Z = (x-X)/S$, де S - стандартне відхилення для оцінки компетентності (SDPA), яке також оцінюється декількома методами: вибір на основі приписаного значення (SDPA безпосередньо пов'язано з методом вимірювань); вибір на основі бажаного для досягнення лабораторіями значення; вибір на основі загальної моделі відтворюваності методу вимірювань (Horwits $CV(\%) = 2^{(1-0,5\log X)}$, $S = \text{Horwits } CV(\%)*X/100$ або $S=0,02X^{0,8495}$, де X - масова частка); вибір на основі даних, отриманих при експериментальній перевірці компетентності учасників МСИ (robust standard deviation of the participant measurement results), причому в цьому випадку S буде змінюватися від раунду до раунду, перешкоджаючи правильному порівнянню результатів декількох послідовних раундів. Тому фіксоване значення S є більш прийнятним.

Координатор Aquacheck як S використовував більшу з двох величин: фіксовану величину, що представляє собою половину межі виявлення визначуваного компонента, або десятину частку приписаного значення.

Інтерпретація результатів наступна: $Z < 2$ - дані задовільні, $2 < Z < 3$ - дані сумнівні, $Z > 3$ - дані незадовільні.

Середній показник задовільних результатів ($Z < 2$) для ЦХБЛ склав близько 80%.

Участь в програмі МСИ дозволила об'єктивно оцінити свою діяльність, знайти слабкі

места в работе лаборатории, устранить недостатки в практике химико-аналитических исследований по конкретному показателю, сравнить несколько методик и выявить лучшие из них по точности и воспроизводимости, получить недостающие метрологические характеристики для ранее утвержденных методик, а также сравнить возможности современных аналитических приборов и оборудования.

В процессе работы возникли некоторые проблемы, причем как у лабораторий-участников тестирования, так и у координаторов. В ряде случаев наблюдается некоторый субъективизм в аттестации тест-материалов, что накладывает отпечаток на интерпретацию результатов МСИ. Не всегда четко указывалась форма предоставления результатов. Так, например, результаты определения о-фосфорной кислоты могли быть представлены как в виде H_3PO_4 , так и в пересчете на P_2O_5 , как этого требуют отечественные и зарубежные нормативы.

Участие лаборатории в межлабораторных сравнительных испытаниях, организованных отечественными координаторами, сталкивалось, в частности, с проблемой отсутствия сертифицированных тест-материалов, моделирующих влияние матрицы в реальных объектах, и ограниченным перечнем стандартных образцов состава и свойств, производимых в Украине.

Выводы

Практический опыт участия в программах МСИ убеждает в том, что внешний контроль в сочетании с внутренним оперативным контролем является действенным инструментом для повышения качества исследований, получения достоверной информации о качестве и безопасности воды, предназначенной для потребления человеком. Для достижения единства измерений, обеспечения прослеживаемости и повышения достоверности результатов

испытаний требуется гармонизация действующей нормативно-методической документации на межгосударственном уровне и создание стандартных образцов состава и свойств вод, адаптированных под объекты контроля водоканалов, с целью совершенствования системы контроля качества измерений, проводимых в лабораториях.

Список литературы

1. Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій: ДСТУ ISO/IEC 17025:2006. – (Чинний від 2007-07-01). – К.: Держспоживстандарт України, 2008. – 26 с. – (Національний стандарт України).
2. Conformity assessment – General requirements for proficiency testing: ISO/IEC 17043:2010. (Prepared by the ISO Committee on conformity assessment (CASCO), approved by both organizations ISO and IEC (cancels and replaces ISO/IEC Guide 43-1:1997 and ISO/IEC Guide 43-2:1997). – 39 p.
3. Применение при экспериментальной проверке компетентности посредством межлабораторных сравнительных испытаний. Статистические методы: ГОСТ Р ИСО 13528–2010. – (Введен 2011-12-01). – М.: Фед. агентство по техн. регулированию и метрологии, 2010. – 54 с.
4. Інструкція про порядок перевірки точності результатів вимірювань у вимірювальних лабораторіях / Затверджена наказом Держстандарту України від 12 серпня 1999 р. №99. - Електронні дані. - Режим доступу: www.zakon0.rada.gov.ua/laws/show/z0833-99 (дата звернення 15.02.2016 р.). - Назва з екрана.
5. Програми професійного тестування випробувальних лабораторій. Задачі, структура та принципи функціонування. Огляд міжнародних стандартів. – К., 1999. - 19 с.
6. The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories, IUPAC Technical Report / Michael Thompson, Stephen L. R. Ellison, Roger Wood // Pure Appl. Chem. - 2006. - Vol. 78, No. 1. - P. 145–196.
7. LGC Standards Proficiency Testing. - Electronic data. - Mode of access: www.lgcpt.com (viewed on February 15, 2016). – Title from the screen.

Поступила в редколлегию 4.04.2016

Рецензент: д-р техн. наук, проф. И.П. Захаров, Харьковский национальный университет радиоэлектроники, Харьков.

ДОСВІД УЧАСТІ ЦЕНТРАЛЬНОЇ ХІМІКО-БАКТЕРІОЛОГІЧНОЇ ЛАБОРАТОРІЇ У МІЖЛАБОРАТОРНИХ ПОРІВНЯЛЬНИХ ВИПРОБУВАННЯХ

А.А. Поліщук, Т.М. Мозолецька

Питання якості та безпеки питної води хвилює сьогодні як фахівців, так і все населення України. Одним з елементів системи забезпечення якості питної води є функціонування випробувальних лабораторій, які проводять дослідження питної води з метою перевірки відповідності вимогам нормативної документації (НД). У зв'язку з цим зростає роль довіри до результатів, одержуваних випробувальними лабораторіями. Така довіра формується в процесі постійної демонстрації лабораторіями своєї компетентності і достовірності одержуваних даних відповідно до офіційно визнаними механізмами.

Ключові слова: випробувальна лабораторія, міжлабораторні порівняльні випробування, результати випробувань, оцінка якості, питна вода.

EXPERIENCE OF PARTICIPATION OF CENTRAL CHEMICAL AND BACTERIOLOGICAL LABORATORY IN INTERLABORATORY COMPARATIVE TESTS

A.A. Polischuk, T.M. Mozolevska

Question the quality and safety of drinking water worries today as experts, and the entire population of Ukraine. One of the elements of quality of drinking water system is the operation of testing laboratories, which conduct research of drinking water in order to verify compliance with the requirements of regulatory documents (ND). In this regard, the role of confidence in the results obtained testing organizations. Such trust is formed in the process of constant demonstration laboratories of their competence and reliability of the data obtained in accordance with the officially recognized mechanisms.

Keywords: testing laboratory, interlaboratory comparative tests, test results, quality assessment, drinking water.