

- от 16 ноября 2011 г. N 548-ст : взамен ГОСТ Р 51897-2002 : дата введения 2012-12-01 / подготовлен Автономной некоммерческой организацией "Научно-исследовательский центр контроля и диагностики технических систем". – Москва : Стандартинформ, 2019. – 16 с. – Текст : непосредственный.
2. Ковлякова В. Е. Интеграция системы управления рисками и возможностями в систему менеджмента / В. Е. Ковлякова // Компетентность. – 2020. – № 2. – С. 12-23.
 3. ГОСТ Р ИСО 31000-2019. Менеджмент риска. Принципы и руководство = Risk management. Principles and guidelines : национальный стандарт Российской Федерации : издание официальное : утвержден и введен в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 декабря 2019 г. N 1379-ст : взамен ГОСТ Р ИСО 31000-2010 : дата введения 2020-03-01 / подготовлен Некоммерческим партнерством "Русское Общество Управления Рисками". – Москва : Стандартинформ, 2021. – 19 с. – Текст : непосредственный.
 4. Российская Федерация. Законы. Об обеспечении единства измерений : Федеральный закон N 102-ФЗ : [принят Государственной Думой 11 июня 2008 года : одобрен Советом Федерации 18 июня 2008 года]. // Собрание законодательства РФ. – 2008. – № 26. – Ст. 3021.

Михаил Киричевский, Светлана Комарова'

Mikhail Krichevsky, Svetlana Komarova

ВЕРИФИКАЦИЯ МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЙ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

VERIFICATION OF MEASUREMENT METHODS IN A CHEMICAL LABORATORY

Российский химико-технологический университет им. Д.И.Менделеева, г. Москва

Mendeleev University of Chemical Technology of Russia, Moscow

В данной статье подробно рассмотрена такая процедура подтверждения соответствия, как верификация, описаны способы этапы проведения данной процедуры, а также этапы верификации методик, впервые вводимых в практику лаборатории и/или методик, вводимых взамен уже используемых, но с существенными внесёнными изменениями.

This article discusses in detail such a conformity assessment procedure as verification, describes the methods and stages of this procedure, as well as the stages of verification of methods introduced into the laboratory for the first time and/or methods introduced to replace those already used, but with significant changes.

' Киричевский М. – студент магистратуры
Комарова С. – канд. техн. наук, доц.

Ключевые слова: верификация, методика измерений, подтверждения соответствия, оценка качества.

Key words: verification, measurement methodology, conformity assessment, quality assessment.

Любой объект, процесс или услуга должны соответствовать своему назначению и предполагаемому использованию, т.е. решать конкретные задачи заказчика, который их приобретает. Зимняя обувь должна быть тёплой, комфортной, надёжной; процесс производства йогурта должен быть стерильным и безопасным, соответствующим требованиям нормативных документов; стрижка должна быть выполнена аккуратно, профессионально, учитывая индивидуальные особенности заказчика.

Такие же требования предъявляются и к любой методике измерений – процессу, который имеет своё определённое назначение: получить информацию об интересующем параметре/показателе некоторого объекта (сырьё, продукция, характеристики окружающей среды, биологический материал и т.п.). Полученная в результате применения методики измерений информация, выраженная в виде результата измерения, используется затем для принятия каких-либо решений (соответствует/не соответствует требованиям, превышен или нет заданный предел, постановка диагноза и т.п.). Чтобы принять верное решение, нужно доверять информации, на основании которой оно принимается, и, следовательно, методике измерений, которая эту информацию предоставляет.

Если в качестве объекта рассмотреть методику измерений, то верификация – это процесс подтверждения того, что методика соответствует установленным к ней требованиям, в первую очередь требованиям к получению по ней результатов требуемого уровня качества (иными словами, предоставление достоверной информации). Верификацией методик измерений занимается ее пользователь (предприятия, лаборатория и т.д.) при внедрении методики измерений в свою практику. В этом случае пользователь должен привести доказательства, что методика измерений в лаборатории реализуется согласно установленных для неё требований.

Внедрение (введение) методов (методик) исследований (измерений) (далее МИ) в практику предприятий проводится с целью расширения спектра услуг, освоения новых объектов исследований (измерений), при удовлетворении требований заказчика по выбору метода (методики) и т.д.

До внедрения стандартных (стандартизованных) МИ в работу лаборатория подтверждает, что она может надлежащим образом применять выбранные МИ, обеспечивая

требуемое исполнение. Верификация (проверка) включает первоначальную оценку готовности лаборатории применить МИ: наличие условий, ресурсов и т.д. с последующей проверкой правильности ее исполнения, в том числе, проведение оценки показателей качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории (при необходимости), сравнении их с приписанными показателями методик [1].

Верификация проводится повторно в необходимом объеме при:

- изменениях в методе (методике) вносимых организацией-разработчиком (например, при выпуске нового издания);
- освоении и вводе в эксплуатацию нового оборудования (средств измерения и испытательного оборудования) или при его замене;
- изменении условий проведения исследований (измерений) (например, смена места осуществления деятельности).

В результате удовлетворительной верификации и/или утверждении оценённых показателей и принятии решения о введении в практику:

- устанавливаются процедуры внутрилабораторного контроля качества (ВКК) результатов анализа для МИ в процессе ее дальнейшего использования;
- рассчитываются нормативные данные, используемые при проведении процедур внутреннего контроля качества.

Внедрение МИ (верификация) проводится по Плану-графику внедрения (верификации) методик в практику предприятия, разрабатываемому руководителем этого предприятия.

Стандартные МИ, вводимые в практику лаборатории, делятся на 2 категории:

1. методики, вводимые впервые;
 2. методики, вводимые взамен уже применяющихся (например, новое издание)
- [2].

Для проверки наличия и/или обеспечения и контроля необходимых условий для проведения анализа в соответствии с нормативной документацией на МИ проводится предварительный этап подготовки к реализации, в процессе которого изучается текст методики (или сравниваются редакции). Оцениваются: наличие ресурсов для реализации, достаточный уровень профессиональной подготовки кадров, необходимость дополнительных закупок, разработки дополнительных внутренних документов, журналов, соблюдение сроков поверки измерительного оборудования, сроки годности реактивов, государственных стандартных образцов и т.д. Проверка соответствия операций и правил, осуществляемых при реализации в лаборатории МИ, требованиям нормативных документов

предусматривает проверку всех этапов процедуры анализа, выполняемых расчётов и регистрации данных. Экспериментальная проверка правильности применения МИ проводится двумя способами:

1. Установление (оценка) показателей качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории и проверке их соответствия показателям качества методик анализа или
2. Проверка соответствия повторяемости результатов анализа и лабораторного смещения сличения при реализации МИ в лаборатории требованиям нормативной документации на МИ [3].

При планировании верификации, в том числе организации эксперимента (при необходимости, т.к. при наличии достаточного количества данных допускается проводить оценку на основании результатов внутрилабораторного контроля качества (ВКК) без специального оценочного эксперимента.), учитываются следующие моменты:

- вводится ли методика в практику впервые или взамен уже используемой;
- экономическая целесообразность или техническая возможность экспериментальной оценки показателей качества методики;
- рекомендуемые в МИ методы контроля стабильности результатов анализа;
- обеспеченность данного метода стандартными образцами;
- количество уровней эксперимента (в зависимости от количества диапазонов определения или конкретных практических целей);
- возможность применения определяемых характеристик в дальнейшем при проведении внутреннего контроля качества;
- специфика выполнения рутинных анализов в лаборатории (частота применения, диапазон, в котором показатель будет находиться при анализе проб, условия промежуточной прецизионности, и т.д.) [4].

Ответственным за предварительный анализ и планирование внедрения является Руководитель лаборатории или назначенные им сотрудники. Результаты подготовки к введению, планирование и проведение этапов внедрения методик, ответственные сотрудники, использованные СИ, ГСО, условия проведения, места регистрации результатов отражаются в чек- листе. Результаты верификации и принятия решений отражаются в Листе верификации методики и Протоколе установления (оценки) показателей качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории (если оценка проводилась).

Верификация методик, впервые вводимых в практику лаборатории и/или методик, вводимых взамен уже используемых, но с существенными внесёнными изменениями, в

общем виде, включает в себя следующие этапы (все этапы и решения фиксируются в чек листе по форме) [5]:

1. Подготовка необходимых средств измерения, реактивов, материалов, рабочих журналов и т.д.
2. Построение градуировочных или других зависимостей с проведением необходимых контрольных мероприятий.
3. Экспериментальная оценка правильности применения методики одним из способов

Полученные результаты сопоставляются с показателями, регламентированными в нормативной документации на МИ, и принимается решение о соответствии/несоответствии процедуры анализа в лаборатории требованиям методики.

– При положительных результатах проведения третьего этапа, верификация методики в лаборатории признается удовлетворительной.

– При отрицательных результатах, верификация методики признается неудовлетворительной (внедрение недостаточным), и после выявления причин и их устранения третий этап повторяют.

4. Принятие решений:

– В случае проведения экспериментальной оценки 1-м способом – принимается решение о применении для использования показателей качества результатов анализа, фактически обеспечиваемых лабораторией (оценённые показатели), в том числе для расчётов нормативов ВКК или о применении значений показателей качества, установленных в нормативных документах на МИ, оформляется протокол установления (оценки) показателей качества результатов при реализации методики и Лист верификации методики (по форме).

– В случае проведения экспериментальной оценки 2-м способом – принимается решение о применении в качестве показателей качества результатов анализа показателей качества методики, в том числе для расчётов нормативов ВКК и оформляется Лист верификации методики (по форме).

5. Установление процедур ВКК для данной МИ в соответствии со спецификой применения и степенью важности контролируемых показателей и расчёт нормативов внутреннего (внутрилабораторного) контроля.

6. Расчёт первоначальных данных для контроля стабильности результатов анализа в лаборатории (при необходимости).

7. При необходимости, при применении методики назначается контрольный период с целью набора статистических данных для последующей оценки (уточнения)

показателей качества результатов измерений при реализации МИ в лаборатории. При уточнении данных, протокол установления (оценки) показателей качества результатов актуализируется [6].

Верификация методик, вводимых в практику взамен уже используемых зависит от:

1. Сравнительного анализа редакций нормативной документации на МИ, изменений и дополнений, содержащихся в новых изданиях.
2. Оценки значимости изменений и дополнений (значительное изменение диапазонов, значительное сокращение значений показателей качества методики, изменение процедур установления градуировочных зависимостей, хода анализа и т.д.).
3. При выявлении несущественности изменений, внесённых в новую редакцию (например, актуализированы ссылочные документы или новое свидетельство об аттестации с не изменившимся содержанием, с увеличенными значениями показателей качества и т.п.), допускается считать МИ верифицированной и ввести методику в практику лаборатории без специального эксперимента [7].

Если для предыдущей редакции уже было принято решение, что показатель точности результатов анализа принимают равным показателю точности методики анализа (в связи с получением результатов статистической оценки существенно ниже регламентируемых), а для расчётов нормативов внутрилабораторного контроля использовались показатели методики, то автоматически это же решение применяют к методике, вводимой взамен.

Определение (оценка) показателей качества результатов анализа возможна, например, с использованием данных по внутрилабораторному контролю, полученных при реализации методики, применявшейся ранее. При выявлении существенных изменений в новой редакции – верификация методики проводится по общей процедуре.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Российская Федерация. Законы. Об обеспечении единства измерений (с изменениями на 11 июня 2021 года): Федеральный закон №102-ФЗ: [принят Собранием законодательства Российской Федерации, № 26, 30.06.2008, ст. 3021 Парламентская газета, № 43-44, 03.07.2008, Российская газета, № 140, 02.07.2008]. – URL: <https://docs.cntd.ru/document/902107146?section=text> (дата обращения 13.11.2021).
2. ГОСТ ISO/IEC 17025-2019. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Дата введения 2019-09-01. Официальное издание. М.: Стандартинформ, 2021. – URL: <https://docs.cntd.ru/document/1200166732?section=text> (дата обращения: 13.11.2021).
3. ГОСТ Р ИСО 5725-2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Дата введения 2002-11-01. Сб. ГОСТов. - М.: Стандартинформ, 2009. – URL: <https://docs.cntd.ru/document/1200029975> (дата обращения: 13.11.2021).

4. РМГ 61-2010 ГСИ Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. Дата введения 2012-09-01. М.: Стандартиформ, 2012 год официальное издание. – URL: <https://docs.cntd.ru/document/1200094703?section=text> (дата обращения: 13.11.2021).

5. Р 50.2.060-2008 Государственная система обеспечения единства измерений. Внедрение стандартизованных методик количественного химического анализа в лаборатории. Подтверждение соответствия установленным требованиям. Дата введения 2009-07-01. Официальное издание. М.: Стандартиформ, 2010 год. – URL: <https://docs.cntd.ru/document/1200069291?section=text> (дата обращения: 13.11.2021)

6. Осинцева, Е.В., Медведевских, С.В. О деятельности государственной службы стандартных образцов состава и свойств, веществ и материалов Российской Федерации. Эталоны. Стандартные образцы. // «Мир измерений» - URL:<https://gia-stk.ru/> – Дата выпуска: 11.2011. – С. 6 – 12.

7. Бахвалов, А. В. Методика ускоренного определения содержания железа в воде // Проблемы современной науки и образования / Problems of modern science and education – Дата выпуска: 07.2015. – № 11. – С. 41 - 41.

Наталья Кожухова, Элмурод Бобожонов, Сергей Третьяков, Татьяна Владимирова¹

Natalya Kozhukhova, Elmurod Bobojonov, Sergey Tretyakov, Tatiana Vladimirova

КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ЛЕСОХИМИЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ

QUALITY CONTROL OF FOREST CHEMICAL PRODUCTS

Северный Арктический федеральный университет им. М. В. Ломоносова, г. Архангельск

Northern (Arctic) Federal University named after M.V. Lomonosov, Arkhangelsk

В данной статье рассматривается контроль качества лесохимической продукции. Описываются проводимые испытания с целью получения количественных и качественных характеристик.

This article discusses the quality control of forest chemical products. The conducted tests are described with obtaining quantitative and qualitative characteristics.

Ключевые слова: контроль качества, лесохимическая продукция, испытания, статистическое регулирование

Key words: quality control, forest chemical products, testing, statistical regulation

¹ Кожухова Н. – студентка бакалавриата
Бобожонов Э. – студент бакалавриата
Третьяков С. – канд. техн. наук, проф.
Владимирова Т. – канд. техн. наук, доц.