

Совершенствование методологии по внедрению методик (методов) измерений (испытаний) в деятельность испытательных лабораторий

Степанов А. С., Канаева Ю. С.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
Екатеринбург, Россия, e-mail: stepanovas@uniim.ru

Аннотация: В УНИИМ были разработаны рекомендации по метрологии Р 50.2.060-2008, содержащие способы верификации методик количественного химического анализа, прошедших аттестацию. В настоящий момент требуется разработка серии документов с целью стандартизации методологии по внедрению широкой номенклатуры методик (методов) измерений (испытаний), в том числе не содержащих метрологических характеристик, в деятельность испытательных лабораторий.

Ключевые слова: методика измерений, метод испытаний, верификация, внутрилабораторная валидация, неопределенность измерений, аккредитация лабораторий

Задача по внедрению в деятельность испытательных лабораторий методик (методов) измерений (испытаний) обусловлена требованиями ГОСТ ISO/IEC 17025 [1], а также требованиями законодательства в области обеспечения единства измерений, и распространяется на все внешние, признанные методики (методы), в разработке которых лаборатория непосредственно не участвовала. Испытательная лаборатория согласно ГОСТ ISO/IEC 17025 «должна подтвердить, что она может надлежащим образом применять выбранные методы, обеспечивая требуемое исполнение». Прочитированное требование содержит дефект перевода в части «...обеспечивая, требуемое исполнение» – оригинальный документ [2] указывает: «The laboratory shall verify that it can properly perform methods before introducing them by ensuring **that it can achieve the required performance**», и выделенный фрагмент необходимо понимать «что она (лаборатория) сможет достичь требуемую эффективность». Понятие «эффективность (performance)» в области измерений в зарубежных документах напрямую ассоциировано с методиками (методами), что продемонстрировано в Таб. 1.

Таблица 1

Документ	Понятие	Примеры, раскрывающие понятие
Технический отчет ИЮПАК [3]	Характеристики эффективности метода	Применимость; селективность; калибровка и линейность; правильность; прецизионность; извлечение; диапазон; предел обнаружения; предел определения; чувствительность; устойчивость; соответствие назначению; вариация матриц; неопределенность измерений
Технический отчет ИЮПАК [4]	Эффективность метода	Предел повторяемости; предел воспроизводимости
Руководство Еврахим [5]	Характеристики эффективности метода	Селективность; предел обнаружения; предел количественного определения; рабочий диапазон; аналитическая чувствительность; правильность; прецизионность; неопределенность измерений; устойчивость

В отечественной практике вместо понятия «характеристики эффективности методики (метода)» широко применяются схожие понятия «показатели качества методики», «метрологические характеристики методики».

Документы на методики (методы), содержат сведения о разных характеристиках эффективности, также сведения могут отсутствовать. В зависимости от этого внедрение методик (методов) должно быть реализовано либо путем верификации, либо путем внутрилабораторной (неполной) валидации.

Верификация проводится лабораторией в том случае, когда при разработке методика (метод) была надлежащим образом метрологически исследована. Данное метрологическое исследование реализуется в рамках аттестации или полной валидации методики (метода). Для проведения верификации методика (метод) должна как минимум содержать: диапазон измерений с обеими границами, показатель точности (характеристика погрешности или расширенная неопределенности измерений), показатель воспроизводимости (если предполагается периодическое сопоставление результатов измерений, получаемых в двух лабораториях), показатель повторяемости (если предусмотрены параллельные определения). Документ Р 50.2.060 [6] содержит два способа верификации методик количественного химического анализа. В настоящее время необходимо стандартизовать дополнительные способы верификации, например, для методик, содержащих только диапазон измерений и показатель точности.

Внутрилабораторная валидация проводится лабораторией в том случае, когда при разработке методика (метод) не была надлежащим образом метрологически исследована, то есть не была проведена ее аттестация или валидация не выполнена в полном объеме – не проведено оценивание ключевых характеристик эффективности. Внутрилабораторная валидация должна предусматривать установление требуемых характеристик эффективности в качестве критериев валидации, что может быть реализовано:

- принятием сведений о необходимой эффективности методики (метода) в соответствии с требованиями нормативных актов, документов;
- оцениванием части характеристик эффективности методики (метода) на основе других с известными оценками – применение «формул перехода»;
- заимствованием сведений о необходимой эффективности методик (методов) из других подобных;
- экспертной позицией уникальной лаборатории.

При внутрилабораторной валидации проводят экспериментальные исследования, оценивают характеристики эффективности при реализации методики (метода) в лаборатории и сравнивают их с требуемыми, часть которых также может быть приведена в документе на методику (метод). В настоящее время отсутствует широко признанный национальный документ, описывающий внедрение методик (методов), предусматривающий внутрилабораторную валидацию, однако для планирования эксперимента и оценивания части характеристик эффективности доступны РМГ 61 [7], РМГ 76 [8].

Совершенствование методологии по внедрению методик (методов) в деятельность лабораторий требует разработки серии документов. Основной документ должен содержать общие положения по проведению внедрения, а также содержать рекомендуемые формы документального оформления материалов внедрения. Дополнительные документы должны учитывать специфику объекта, измеряемой величины в части особенностей регламентации проведения экспериментальных исследований и алгоритмов обработки данных. На текущий момент видится возможным создание документов для химического анализа, биотестирования, количественной микробиологии, механическим испытаниям.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартиформ, 2019.
2. ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
3. Thompson M, Ellison S, Wood R. Harmonized guidelines for single-laboratory validation of methods of analysis (IUPAC Technical Report) // Pure and Applied Chemistry. 2002. Vol. 74, no. 5. P. 835–855. <https://doi.org/10.1351/pac200274050835>
4. Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method-Performance Studies (Technical report) // Pure and Applied Chemistry. 1995. Vol. 67, no. 2. P. 331–343.
5. Magnusson B., Örnemark U. (eds.) Eurachem Guide: The Fitness for Purpose of Analytical Methods – A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. 2nd ed. Eurachem, 2014.
6. Р 50.2.060-2008 Рекомендации по метрологии. Государственная система обеспечения единства измерений. Внедрение стандартизованных методик количественного химического анализа в лаборатории. Подтверждение соответствия установленным требованиям. Стандартиформ, 2009. С. 15.
7. РМГ 76-2014 Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа. Стандартиформ, 2015. С. 114.
8. РМГ 61-2010 Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. М.: Стандартиформ, 2013. С. 62.