

Испытания и измерения в лабораторных информационных менеджмент-системах

как основа компетентности современной лаборатории



Лаборатории, контролирующие качество продукции на производстве, обрабатывают огромный объем информации, а вся их работа строго регламентирована и включает тщательное протоколирование результатов анализов. Лабораторная информационная менеджмент-система (ЛИМС) предоставляет большие возможности для автоматизации работы аналитической лаборатории и перехода на электронный документооборот.

ООО «ИндаСофт», г. Москва

Работа химических предприятий невозможна без деятельности аналитических лабораторий, которые на протяжении всего производственного цикла осуществляют строгий контроль качества продукта. Все процедуры, обеспечивающие эффективную деятельность лаборатории, полностью и всесторонне регламентированы, что утверждено нормативными документами.

Так, в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» и критериями аккредитации, для того чтобы обеспечить компетентность лаборатории, требуется надежное управление информацией, которую лаборатория получает и накапливает в процессе своей деятельности, реализуя как технические требования, обеспечивающие проведение испытаний, так и требования управления, обеспечивающие стабильность функционирования лаборатории в закрепленной области деятельности.

Из-за указанных причин лабораторные работы сопровождаются большим количеством бумажного труда, тщательным протоколированием результатов всех анализов,

которые могут использоваться в том числе для принятия управляющих решений (например, о качестве воды). В целом объем информации, подлежащей регламентации и протоколированию, достаточно велик и сложен для обработки, анализа и контроля.

Работа испытательной лаборатории (ИЛ) была бы невозможна без мощной теоретической поддержки. Специалисты Уральского научно-исследовательского института метрологии (ФГУП «УНИИМ»), история которого началась еще в 1902 году, на протяжении долгих лет уделяют пристальное внимание метрологическому обеспечению аналитического контроля, разрабатывают нормативные документы в помощь специалистам аналитических лабораторий, касающиеся установления метрологических характеристик, внедрения методик измерений, проверки приемлемости, контроля качества результатов анализа.

Одним из основных документов, регламентирующих организацию контроля качества результатов анализа, является РМГ 76-2014 «ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа». В связи с необ-

ходимостью обрабатывать большие массивы данных (например, при построении контрольных карт Шухарта) все очевиднее становится потребность использовать для этой работы компьютерные лабораторно-информационные системы.

Однако не все руководители и сотрудники лабораторий представляют реальные возможности, которые лабораторная информационная менеджмент-система (далее – ЛИМС (ЛИС)) предоставляет для автоматизации работы лаборатории, перехода на электронный документооборот.

Разработчики ЛИМС (ЛИС) могут использовать различные способы, методы и подходы для автоматизации задач в области управления качеством, поставленных перед испытательными лабораториями. При этом все операции, выполняемые в ЛИМС (ЛИС) пользователем, будут иметь альтернативные сценарии, что впоследствии позволит получить достоверную информацию по результатам испытаний и оптимизировать ее для принятия управленческих решений.

Далее в статье будут перечислены основные направления деятельности аналитической (испытательной) лаборатории, которые можно автома-

тизировать с высокой эффективностью, применяя ЛИМС (ЛИС).

**Направления деятельности ИЛ,
автоматизированные с помощью
ЛИМС (ЛИС)**

Проведение испытаний и измерений проб объектов контроля испытаний в ЛИМС (ЛИС) и автоматизированное формирование электронных журналов. Ведение электронных журналов, предусмотренных руководством по качеству лаборатории (журналов регистрации проб, рабочих журналов исполнителей, сводных журналов и т. д.).

Лаборанту лишь необходимо выполнить испытание в ЛИМС, то есть внести все аналитические сигналы, измерения для получения фактического результата. Механизм математической обработки данных, воспроизводимый в ЛИМС (ЛИС), отражает соответствие проводимых операций нормативной документации в части рекомендуемого количества параллельных измерений, использования тех или иных математических формул, зависящих от различных условий выполнения анализа, правил округления, форматирования значений результатов испытаний (установка префикса, символьной строки для качественных показателей). Впоследствии на основании данных значений автоматически формируются электронные журналы по настраиваемым пользователем формам.

► *Универсальный журнал.*

В рамках ЛИМС (ЛИС) исполнитель может создать практически любой журнал с любым количеством столбцов и их конфигурацией. Универсальный журнал – это матрица (заготовка) для создания журнала с нужной конфигурацией и заголовками столбцов. Ячейки заголовков столбцов могут объединяться друг с другом (и разбиваться) в разных направлениях. Текст заголовков столбцов экспортируется из соответствующих объектов (классификаторов) ЛИМС (ЛИС) или редактируется при создании журнала. Уже созданный журнал можно дублировать сколько угодно и при этом разграничить права доступа для различных форм журнала.

► *Рабочий журнал исполнителя.*

Формирование журналов можно организовать для каждого анализи-

руемого продукта, каждой методики (или каждого показателя). В рабочем журнале исполнителя разработчиком ЛИМС (ЛИС) реализованы формулы для расчета результатов единичных определений по расчетной формуле методики анализа. Исполнитель вводит в журнал результаты измерений аналитических сигналов, и по расчетной формуле методики анализа рассчитываются результаты единичных (параллельных) определений. Расчетной формулой может являться и уравнение градуировочной характеристики. Расчетную формулу при открытии журнала один раз вводит исполнитель, руководствуясь пошаговой инструкцией ЛИМС (ЛИС), или эта формула может быть предустановлена разработчиками ЛИМС (ЛИС). После получения всех необходимых результатов единичных (параллельных) определений в рамках журнала проводится проверка приемлемости результатов. Разность между максимальным и минимальным результатами сравнивается с пределом повторяемости. В случае подтверждения сходимости результатов параллельных определений рассчитывается среднее значение и ему приписывается погрешность, установленная в лаборатории для этого показателя. В случае неподтверждения сходимости результатов параллельных определений автоматически обрабатываются дополнительные результаты параллельных определений, вплоть до расчета результата анализа по медиане в соответствии с положениями ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и МИ 2881-2004.

► *Сводный журнал.*

В некоторых лабораториях ведутся сводные журналы (например, по анализу питьевой воды, очищенной сточной воды и поверхностной воды и т. д.), в которые исполнители заносят результаты анализа пробы на разные показатели. При составлении в последующем протокола с результатами анализа (отчета об испытаниях) удобно использовать информацию, сведенную от разных исполнителей в одной строке сводного журнала.

Ведение электронных картотек по средствам измерений, испытательному и вспомогательному оборудованию, стандартным образцам, реактивам, помещениям, сотрудни-

кам, методикам, объектам анализа, нормативным документам и т. д.

В электронные картотеки (карточки) исполнитель вносит всю необходимую информацию, например о средстве измерений: его наименование, марку, фирму-изготовитель, заводской и инвентарный номера, технические и метрологические характеристики, номер по Федеральному информационному фонду, межповерочный интервал, даты прошедших проверок, сведения о ремонтах, месте хранения, консервации и т. д. В карточки методик могут быть внесены: наименование документа на методику и его номер, название методики, показатели, диапазоны измерений по каждому показателю, приписанные характеристики погрешности, характеристики погрешности, установленные в лаборатории, и нормативы контроля.

Кроме того, карточки могут обладать функцией напоминания, например, о том, что до очередной проверки остался один месяц, или о том, сколько времени осталось до окончания срока хранения стандартного образца, сколько стандартных образцов в наличии и т. д.

В карточки можно помещать и хранить любые файлы. Так, в карточку методики можно поместить текст самой методики в виде скан-копии, в карточке объекта анализа можно хранить рабочие копии соответствующих СанПиН или гигиенических нормативов.

Информацию из карточек можно автоматически преобразовывать в строки соответствующей формы паспорта аккредитованной лаборатории, тем самым лаборатория в любой момент имеет актуализированные формы паспорта аккредитованной лаборатории.

Формирование отчетных документов (сертификатов, паспортов, актов отбора проб, протоколов испытаний и т. п.) по результатам анализа, с выбором необходимых результатов из рабочих журналов исполнителей или из сводных журналов. В составе ЛИМС (ЛИС) разработаны гибкие формы отчетных документов. Например, в протокол можно поместить результаты по нескольким показателям для большого количества проб или результаты по большому количеству показателей для одной или несколь-

ких проб. При этом обеспечивается автоматический выбор наименований показателей, возможность выноса за рамки таблицы с результатами размерности, если размерность одинаковая для всех результатов, или выноса за пределы этой таблицы ссылок на методику измерений, возможность дублирования любого из предыдущих протоколов, возможность привести в протоколе мнения и комментарии лаборатории и т. д.

Преимуществом является и актуализация форм протоколов за счет единой введённого изменения в классификаторы ЛИМС (ЛИС) и их автоматического отражения в форме бланка (наименование показателей, нормы, метрологические характеристики и т. п.).

Организация и проведение внутрилабораторного оперативного контроля качества получаемых в лаборатории результатов анализа, в том числе расчет и регистрация результатов при проведении оперативного контроля процедуры анализа.

Ведение оперативного контроля с использованием ЛИМС (ЛИС) организовано в форме электронных журналов оперативного контроля. В них реализованы все алгоритмы оперативного контроля: оперативный контроль повторяемости, оперативный контроль внутрилабораторной прецизионности, оперативный контроль точности с образцом для контроля методом добавок, методом разбавления, методом добавок совместно с методом разбавления, сравнением с контрольной методикой и методом «варьирования навесок». Для каждого алгоритма разработан свой журнал. В подобный журнал достаточно внести характеристики погрешности, установленные в лаборатории для данного показателя, и результат контрольного измерения, результат контрольной процедуры и норматив контроля рассчитываются автоматически, причем предварительно проводится проверка условий применимости данного алгоритма контроля, например соответствие величины добавки условию применимости добавки, и проводится сравнение результата контрольной процедуры и норматива контроля. Делается вывод о подконтрольности методики измерений. Листы этих журналов ЛИС может переносить

в редактор Word, где можно форматировать и, если нужно, распечатывать таблицы.

Проведение контроля стабильности результатов анализа (испытаний) с использованием всех видов контрольных карт Шухарта (более 30 видов).

Все алгоритмы расчета и построения контрольных карт Шухарта всех видов внесены в ЛИС. Рассчитываются следующие параметры: границы регулирования (средняя линия, пределы предупреждения и действия), число результатов контрольных процедур, необходимых для достоверной оценки новых значений характеристик погрешности, новые значения характеристик погрешности, результаты контрольных процедур. Строится контрольная карта (рис. 1) с любым количеством результатов контрольных процедур (количество результатов контрольных процедур на контрольной карте можно регулировать, а карту разбивать на несколько частей). Контрольные карты можно строить в единицах измеряемых содержаний, в относительных величинах и приведенных величинах, причем характеристики погрешности методик могут быть заданы как в единицах измеряемых содержаний, так и в относительных процентах в виде постоянного числа и в виде зависимости (прямая, парабола, экспонента и т. д.). При выходе результатов контрольных процедур за границы регулирования и возникновении тревожной ситуации на контрольной карте программа сообщает об этом. В процессе построения контрольной карты рассчитываются новые значения характеристик погрешности, и пользователь решает,

принимать или не принимать их для применения в своей лаборатории. Контрольные карты, их фрагменты, таблицы с исходными данными и результатами контрольных процедур можно перевести в Word или Excel и распечатать на бумаге.

Проведение контроля стабильности результатов анализа (испытаний) с использованием алгоритмов периодической проверки подконтрольности процедуры выполнения анализа.

Как правило, эти алгоритмы реализованы в форме журналов периодической проверки подконтрольности (ППП): это журнал периодической проверки подконтрольности процедуры выполнения анализа с применением ОК, с применением метода добавок с использованием одной рабочей пробы, с применением метода добавок с использованием нескольких рабочих проб, с применением метода разбавления с использованием нескольких рабочих проб и т. д. Пользователь вводит исходные данные (характеристики погрешности и результаты контрольных измерений), и далее весь расчет происходит автоматически, справочные таблицы с соответствующими коэффициентами уже введены в ЛИС. Листы этих журналов ЛИС может переносить в редактор Word, где можно форматировать таблицы и, если нужно, распечатывать их.

Проведение контроля стабильности результатов анализа (испытаний) с использованием алгоритмов выборочного статистического контроля (ВСК) внутрилабораторной прецизионности и точности результатов анализа реализовано в виде журналов ВСК.

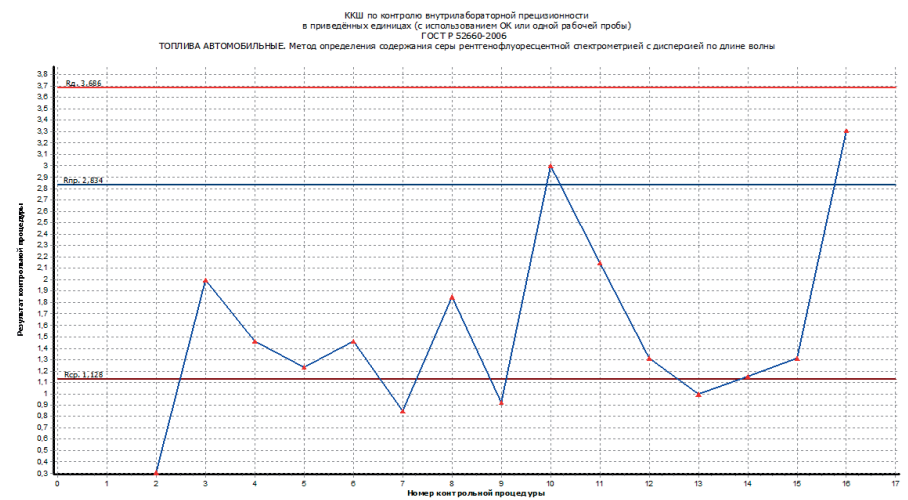


Рис. 1. Построение контрольной карты Шухарта (ЖКШ)

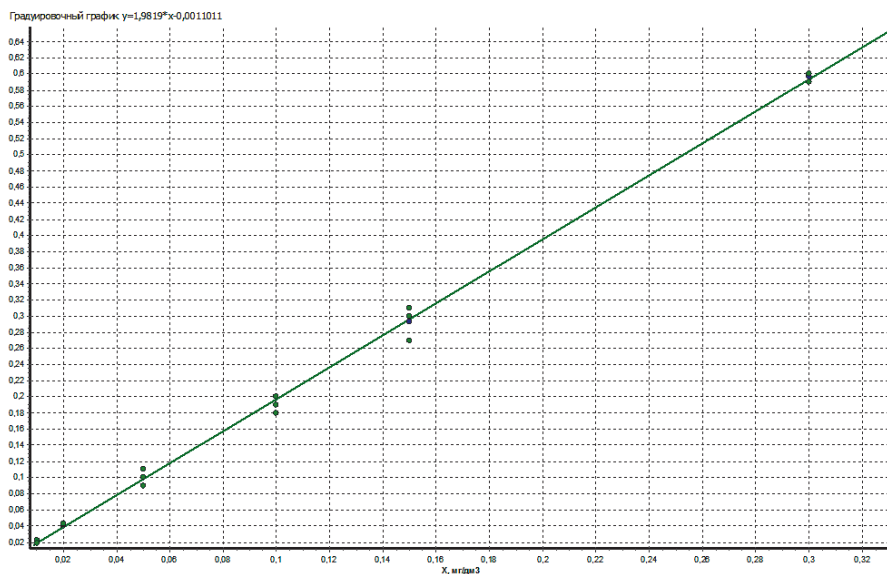


Рис. 2. График, построенный по уравнению градуировочной характеристики

При проведении ВСК используют одноступенчатый корректируемый план статистического контроля по альтернативному признаку для приемлемого уровня качества 10 % или 6,5 %. Таблицы для определения нормативов ВСК – приемочных и браковочных чисел для нормального, усиленного или ослабленного контроля – уже введены с ЛИС. Листы этих журналов ЛИС может переносить в редактор Word, где можно форматировать и, если нужно, распечатывать таблицы.

Лабораторно-информационные системы могут быть интегрированы с программным обеспечением средств измерений для считывания результатов измерений, их обработки и внесения в соответствующие электронные журналы ЛИМС (ЛИС) (сводные журналы, протоколы и т. д.).

В ЛИМС реализованы следующие алгоритмы расчета градуировочных характеристик:

- ▶ метод одноточечной градуировки по ГОСТ Р ИСО 11095-2007 «Статистические методы. Линейная калибровка с использованием образцов сравнения»;
- ▶ метод «вилки» (двухточечная градуировка) по ГОСТ Р ИСО 11095-2007;
- ▶ основной метод (трех- и более точечная градуировка) по ГОСТ Р ИСО 11095-2007;
- ▶ классический метод Гаусса (метод наименьших квадратов);

▶ метод «усреднения оценок» по РМГ 54-2002 «ГСИ. Характеристики градуировочных средств измерений состава и свойств веществ и материалов. Методика выполнения измерений с использованием стандартных образцов».

Градуировочные характеристики описываются уравнением вида:

$$y = a + b \cdot x.$$

Расчет характеристик погрешности градуировочной характеристики производится в соответствии с нормативным документом, в котором опубликован алгоритм расчета градуировочной характеристики (рис. 2).

В ЛИМС (ЛИС) реализованы алгоритмы контроля стабильности градуировочных характеристик для классического метода Гаусса и основного метода по ГОСТ Р ИСО 11095 в виде контрольных карт.

Для всех методов реализован расчет результатов анализа рабочих проб. Для всех методов рассчитываются вспомогательные таблицы с вычисленными значениями «х» как функции от значения «у». Имеется возможность распечатывать градуировочные графики как отдельно, так и совместно со всей информацией, введенной и полученной в результате расчета градуировочной характеристики и контроля стабильности.

ЛИМС (ЛИС) позволяет рассчитывать метрологические характеристики аттестованных смесей, приго-

товленных из стандартных образцов, аттестованных смесей, реактивов в твердом и жидком агрегатных состояниях.

Метрологические характеристики аттестованных смесей рассчитываются пооперационно в процессе «приготовления» аттестованной смеси с использованием имеющихся в распоряжении лаборатории исходных веществ и средств измерений. Также учитываются погрешности аттестованных значений исходных СО (АС) и/или погрешности определения содержания основного вещества в реактиве. Все метрологические характеристики мерной посуды введены в ЛИС предварительно и используются для расчета.

В соответствии с РМГ 60-2003 «ГСИ. Смесей аттестованные. Общие требования к разработке» реализованы следующие алгоритмы расчета метрологических характеристик аттестованных смесей:

- ▶ расчет аттестованных значений АС для одно- и многокомпонентных АС, для каждого компонента;
- ▶ расчет погрешностей аттестованных значений АС для одно- и многокомпонентных АС, для каждого компонента.

Алгоритмы установления лабораторных значений характеристик погрешности по Приложению Б РМГ 76-2014

При организации специального эксперимента для нахождения лабораторных значений характеристик погрешности производится расчет показателя повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, показателя правильности и показателя точности результатов анализа (рис. 3, 4), с использованием образцов для оценивания, которыми могут являться стандартные образцы, аттестованные смеси и рабочие пробы, а также метода добавок.

Внедрение методик в лаборатории

Алгоритмы внедрения методик в лаборатории по Р 50.2.060-2008 «ГСИ. Внедрение стандартизованных методик количественного химического анализа в лаборатории. Подтверждение соответствия установленным требованиям» реализованы в ЛИС в различных сочетаниях алгоритмов проверки повторяемости и проверки смещения.

Как правило, ЛИС имеют систему допуска и защиты информации. Системы допуска к информации могут быть организованы, например, по функциям, к которым допущен соответствующий сотрудник и которые перечислены у него в карточке допуска, или могут быть реализованы по определенным наборам функций (уровням допуска).

Заключение

Ряд организаций – разработчиков лабораторно-информационных систем – считают необходимым провести метрологическую экспер-

тизу своих программных продуктов и с этой целью обращаются во ФГУП «УНИИМ». Метрологическая экспертиза ЛИМС (ЛИС) (по опыту ФГУП «УНИИМ») повышает уровень доверия к данным программным продуктам и способствует их внедрению в испытательных лабораториях, что позволяет существенно повышать эффективность и качество работы последних.

Метрологическая экспертиза ЛИМС (ЛИС) осуществляется по МИ 2174-91 «Аттестация алгоритмов и программ обработки данных при измерениях. Основные положения»,

позволяя установить соответствие алгоритмам ГОСТ Р ИСО 5725-2002, РМГ 76-2014 и других нормативных документов.

Хочется отметить, что ЛИС «Электронный метролог», разработанная сотрудниками ФГУП «УНИИМ», и ЛИМС I-LDS, разработанная компанией «Индасофт», прошли метрологическую экспертизу, о чем свидетельствует экспертное заключение от ФГУП «УНИИМ».

Именно использование ЛИМС (ЛИС), которые прошли тестирование и метрологическую экспертизу, позволяет лабораториям организовать на принципиально новом уровне не только систему проверки качества, но и всю деятельность лаборатории, существенно повысив эффективность работы всех ее звеньев. Кроме того, аттестованная ЛИМС (ЛИС) является эффективным помощником лаборатории на стадии ее подготовки к аккредитации и подтверждению компетентности, так как информация, содержащаяся в лабораторной базе данных, сформированной на основе ЛИМС (ЛИС), позволяет достаточно быстро и без особых усилий сформировать (актуализировать) паспорт ИЛ и другие документы аккредитованной лаборатории.

В данной статье авторы не стремились изложить весь спектр функциональных возможностей ЛИМС (ЛИС) I-LDS и «Электронный метролог». Изложенный в статье комплекс решений ЛИМС (ЛИС) является существенным, так как отражает первоначальную конфигурацию ЛИМС, ориентирован на потребности лабораторий и позволяет удовлетворить требования, которые предъявляются к компетентности испытательной лаборатории. Детальный перечень возможностей ЛИМС (ЛИС) может быть изложен в программной документации к продукту.

А. Ю. Кропанев, к. х. н.,
старший научный сотрудник,
ФГУП «УНИИМ», г. Екатеринбург,
тел.: +7 (343) 350-2295,
e-mail: kropanev@inbox.ru,
Н. Н. Лаврова,
функциональный аналитик НИОКР,
ООО «ИндаСофт», г. Москва,
тел.: +7 (495) 580-7020,
e-mail: news@indusoft.ru,
сайт: indusoft.ru

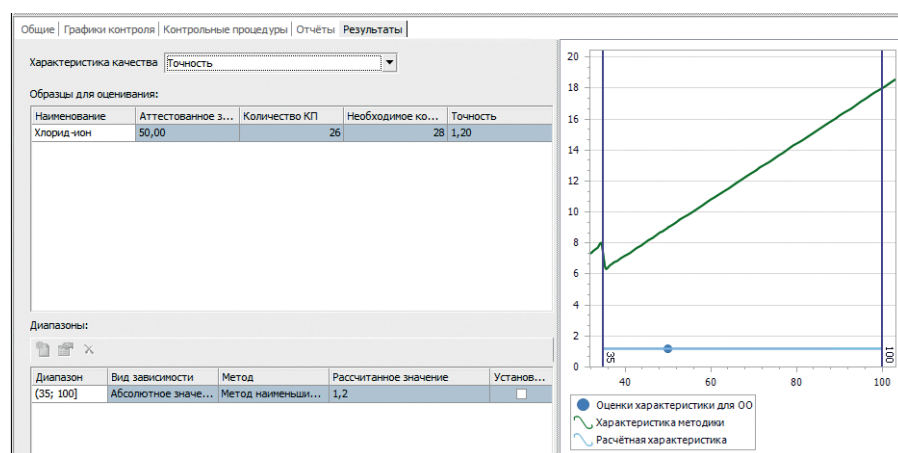


Рис. 3. Оценка точности: график

Оценка показателя точности результатов анализа

Методика: ГОСТ 4245-72, п.2
Показатель: Хлориды

Номер ОО	Аттестованное значение ОО	Погрешность аттестованного значения	Номер серии единичного анализа	Номер образца	Результаты единичного анализа, полученные в условиях повторяемости	СКО внутри-лабораторной прецизионности	Значение критерия Стьюдента	Табличное значение критерия Стьюдента	СКО правильности	СКО точности	Показатель точности
073125	50,00	0,50	1	1	51,400; 51,800	0,52	0,57	2,06	0,31	0,61	1,20
077827			2	1	50,094; 50,243						
082393			3	1	50,243; 51,035						
087140			4	1	50,490; 50,045						
096511			5	1	50,490; 50,738						
101370			6	1	50,292; 49,995						
107322			7	1	49,748; 49,995						
000328			8	1	50,500; 50,700						
004276			9	1	50,250; 49,250						
013551			10	1	50,000; 50,250						
014225			11	1	47,000; 49,000						
014226			12	1	50,000; 50,500						
014559			13	1	50,000; 50,500						
014558			14	1	51,000; 53,000						
014966			15	1	50,500; 50,000						
014967			16	1	51,000; 50,000						
015371			17	1	48,750; 49,300						
015701			18	1	49,000; 50,000						
015980			19	1	50,500; 50,000						
015979			20	1	50,000; 49,500						
016379			21	1	50,500; 50,000						
016377			22	1	50,350; 50,100						
016806			23	1	50,500; 49,000						
016805			24	1	51,000; 50,500						
017144			25	1	49,000; 49,500						
017154			26	1	49,500; 50,000						
017387			27	1	50,500; 50,750						
017388			28	1	50,250; 50,400						
018233			29	1	48,000; 51,500						

Составил:
Инженер-лаборант Иванова Т.В.

28.02.2017

Рис. 4. Оценка показателя точности результата анализа