

*Акредитація як інструмент
забезпечення довіри до результатів
оцінки відповідності*



Головний фахівець НААУ,
головний аудитор,
канд. хім. наук
Ігор Володимирович
ГОГОМАН

“Забезпечення якості результатів випробування
згідно з вимогами ISO/IEC 17025”

Якість результатів у лабораторіях

Тільки розроблення, запровадження, підтримання **системи якості** в лабораторіях, а також поліпшення її результативності відповідно до вимог міжнародних стандартів та **акредитація в національному органі акредитації (НААУ)** як підтвердження компетентності на відповідність вимогам міжнародних стандартів гарантує якість (тобто вірогідність) результатів випробувань (досліджень), калібрувань.

Акредитація лабораторій на відповідність вимогам міжнародних стандартів є також основою для **визнання** результатів, отриманих в таких лабораторіях.

**Якість результатів = вірогідність
результатів**

ДСТУ ISO/IEC 17025:2006

5.9 Забезпечення якості результатів випробовування та калібрування

5.9.1 Лабораторія повинна мати процедури контролювання якості для того, щоб контролювати вірогідність проведеного випробовування та калібрування. Результати потрібно реєструвати так, щоб можна було виявити тенденції і там, де це можливо, повинні бути застосовані статистичні методи для аналізування результатів. Це контролювання потрібно планувати та аналізувати, і воно може містити, але не обмежуватись цим, таке:

- a)** регулярне використання проатестованих (сертифікованих) стандартних зразків та (або) внутрішнє контролювання якості з використанням вторинних стандартних зразків;
- b)** участь у міжлабораторних порівняннях або програмах випробовування на професіональність;
- c)** дублювання випробовування або калібрування з використанням тих самих або інших методів;
- d)** повторне випробовування або калібрування зберіганих об'єктів;
- e)** кореляція результатів щодо різних характеристик виробу.

Примітка. Обрані методи повинні відповідати виду та обсягу виконуваної роботи.

ДСТУ ISO/IEC 17025:2006

5.9 Забезпечення якості результатів випробовування та калібрування

5.9.2 Дані контролювання якості потрібно проаналізувати і, якщо виявиться, що вони виходять за заздалегідь встановлені критерії, необхідно вжити запланованих дій, щоб розв'язати цю проблему, щоб запобігти видаванню протоколів з хибними результатами .

Дані про оцінку методів випробування при проведенні перевірки на місці **Ф-08.01.33**

1. Назва та позначення метода
2. Сфера застосування (законодавчо регульована/нерегульована)
3. Виконувач випробування
4. Обладнання (назва, тип, номер)
5. Місцезнаходження обладнання
6. Стандартизований метод чи розроблений ВЛ
7. Наявність робочої інструкції по виконанню
- 8. Методи забезпечення якості**
9. Участь у міжлабораторних порівняннях або програмах іспитування на професійність
10. Оцінка придатності
11. Оцінка правильності виконання
12. Простежуваність даних

Дані про оцінку методів випробування при проведенні перевірки на місці Ф-08.01.33

8.Методи забезпечення якості

Лабораторія повинна вибрати для себе *спосіб*, яким вона забезпечуватиме якість результатів даного методу випробувань. Приклади наведені в розділі 5.9 стандарту ДСТУ ISO/IEC 17025:2006.

Зовнішній контроль:

Міжлабораторні випробування проводять в умовах *відтворюваності*.

Внутрішній контроль:

Повторні випробування проводять в умовах (внутрішньолабораторної) *відтворюваності*.

Дублювання (паралельні випробування) проводять в умовах *збіжності*.

Для перевірки дієвості, **контролю СЯ** у ВЛ існують зовнішній та внутрішній контроль.

Зовнішній контроль

- аудити сторонньої організації (ДСТУ ISO 19011:2003),
- міжлабораторні порівняння (ISO/IEC 17043:2010),
- перевірки контролюючих органів.

Внутрішній контроль

- *внутрішні аудити* (вертикальні, горизонтальні, під наглядом або вітнес-аудити),
- самоконтроль (*оперативний контроль* збіжності),
- контроль відтворюваності,
- контролю процентної міри правильності або повернення),
- контроль з боку керівництва ВЛ (*моніторинг СЯ* згідно з планом моніторингу).

Дані про оцінку методів випробування при проведенні перевірки на місці Ф-08.01.33

9. Участь у міжлабораторних порівняннях або програмах іспитування на професійність

Політика щодо участі лабораторій в МПР (ЗД-08.01.03).

Лабораторії повинні брати участь у міжлабораторних випробуваннях відповідно до вимог ДСТУ ISO/IEC 17025:2006.

Міжлабораторні випробування:

- Міжнародні з координатором
- В середині країни з координатором
- Між двома-трьома лабораторіями без координатора.

У разі міжлабораторних випробувань без координатора лабораторії учасниці повинні надавати докази відсутності змови (особливо в разі використання невідомих зразків).

5.9 Забезпечення якості результатів випробовування та калібрування

5.9.1 Лабораторія повинна мати процедури контролювання якості для того, щоб контролювати вірогідність проведеного випробовування та калібрування. Результати потрібно реєструвати так, щоб можна було виявити тенденції і там, де це можливо, повинні бути застосовані статистичні методи для аналізування результатів. Це контролювання потрібно планувати та аналізувати, і воно може містити, але не обмежуватись цим, таке:

- a)** регулярне використання проатестованих (сертифікованих) стандартних зразків та (або) внутрішнє контролювання якості з використанням вторинних стандартних зразків;
- b)** участь у міжлабораторних порівняннях або програмах випробовування на професіональність;
- c)** дублювання випробовування або калібрування з використанням тих самих або інших методів;
- d)** повторне випробовування або калібрування зберіганих об'єктів;
- e)** кореляція результатів щодо різних характеристик виробу.

Примітка. Обрані методи повинні відповідати виду та обсягу виконуваної роботи.

5.9 Забезпечення якості результатів випробовування та калібрування

5.9.1 Лабораторія повинна мати **процедури контролювання якості** для того, щоб **контролювати** вірогідність проведеного випробовування та калібрування.

Процедура повинна передбачати:

Охоплення контролем всіх методів випробування (згідно з Ф. 2.2 Паспорту ВЛ);

Параметри контролю;

Способи контролю;

Засоби контролю;

Частоту контролю;

Критерії і норми для контролювання;

План контролю (моніторингу) якості результатів випробування;

Форми для реєстрації;

(Статистичні) методи аналізу результатів контролю;

Оперативне реагування.

5.9 Забезпечення якості результатів випробовування та калібрування

5.9.1 Результати потрібно **реєструвати** так, щоб можна було виявити **тенденції** і там, де це можливо, повинні бути застосовані **статистичні методи** для **аналізування результатів**.

Реєстрацію можна виконувати різними способами:

Текстовий;

Табличний;

Графічна візуалізація.

Усе частіше застосовують **спеціалізовані програми** для контролю якості та аналізу результатів контролювання якості проведення випробувань.

Для довгих серій будують **карти Шухарта** і застосовують **правила Вестгарда**.

5.9 Забезпечення якості результатів випробовування та калібрування

5.9.1 Це контролювання потрібно **планувати** та **аналізувати** ...

План контролю (моніторингу) якості результатів випробування:

Охоплення контролем всіх методів випробування (згідно з Ф. 2.2 Паспорту ВЛ);

Параметри контролю;

Способи контролю;

Засоби контролю;

Частоту контролю;

Відповідальність.

5.9 Забезпечення якості результатів випробовування та калібрування

5.9.1 Це контролювання потрібно планувати та аналізувати, і воно може містити, але не обмежуючись цим, таке:

а) регулярне використання проатестованих (сертифікованих) **стандартних зразків** та (або) внутрішнє контролювання якості з використанням вторинних стандартних зразків;

Параметри контролю – збіжність, відтворюваність, правильність, чутливість; градувальні коефіцієнти;

Способи контролю - **регулярне використання стандартних зразків** ;

Засоби контролю - **стандартні зразки**;

Частота контролю -

- Збіжність (при кожному випробуванні);
- Відтворюваність (1 раз на 20 випробувальних зразків або серій);
- Правильність (в залежності від методу).

5.9 Забезпечення якості результатів випробовування та калібрування

5.9.1 Це контролювання потрібно планувати та аналізувати, і воно може містити, але не обмежуючись цим, таке:

b) участь у **міжлабораторних порівняннях** або програмах випробовування на професіональність;

Параметри контролю – збіжність, відтворюваність, правильність;

Способи контролю - участь у міжлабораторних порівняннях ;

Засоби контролю - стандартні зразки; контрольні зразки

Частота контролю – згідно з політикою НААУ, мінімум 1 раз на рік для кожного напрямку випробувань.

5.9 Забезпечення якості результатів випробовування та калібрування

5.9.1 Це контролювання потрібно планувати та аналізувати, і воно може містити, але не обмежуючись цим, таке:

с) дублювання випробовування або калібрування з використанням тих самих або інших методів;

Параметри контролю – **збіжність**;

Способи контролю - повторне випробування випробувальних зразків в умовах збіжності;

Засоби контролю - випробувальні зразки; контрольні зразки;

Частота контролю - при кожному випробуванні;

Параметри контролю – відтворюваність;

Способи контролю - повторне випробування випробувальних зразків в умовах відтворюваності ; порівняння двох методів

Засоби контролю - випробувальні зразки; контрольні зразки;

Частота контролю - при кожному випробуванні;

5.9 Забезпечення якості результатів випробовування та калібрування

5.9.1 Це контролювання потрібно планувати та аналізувати, і воно може містити, але не обмежуючись цим, таке:

d) повторне випробовування або калібрування зберіганих об'єктів

Параметри контролю – відтворюваність;

Способи контролю - **повторне випробування** випробувальних зразків в умовах відтворюваності (один оператор – різний час, різне обладнання); порівняння двох операторів;

Засоби контролю - випробувальні зразки; контрольні зразки;

Частота контролю – визначається методом випробувань.

5.9 Забезпечення якості результатів випробовування та калібрування

5.9.1 Це контролювання потрібно планувати та аналізувати, і воно може містити, але не обмежуючись цим, таке:

е) **кореляція** результатів щодо різних характеристик виробу.

Способи контролю - **кореляція** ;

Засоби контролю - випробувальні зразки;

Частота контролю – визначається методом випробувань.

Наприклад, порівняння:

- Загальної токсичності харчового продукту (корму) (біологічний метод - на живих об'єктах);
- Вмісту афлатоксинів у тому ж зразку (хроматографічний метод).

Коментар (загальна токсичність визначається практично вмістом високотоксичних афлатоксинів; методи визначення різні і незалежні).

Якщо дані суперечать одне одному, значить в якихось результатах є помилка, випробування необхідно переробити.

5.9 Забезпечення якості результатів випробовування та калібрування

5.9.1Примітка. Обрані методи повинні відповідати виду та обсягу виконуваної роботи.

Макропоказники якості харчової продукції:

Параметри контролю – **збіжність**;

Способи контролю - повторне випробування випробувальних зразків в умовах збіжності;

Засоби контролю - випробувальні зразки; контрольні зразки;

Частота контролю - при кожному випробуванні;

Мікропоказники безпечності харчової продукції (наприклад, токсичні елементи)

Параметри контролю – збіжність, відтворюваність, **правильність, чутливість**;
градувальні коефіцієнти, лінійність;

Способи контролю - **регулярне використання стандартних зразків (станд. добавок)**;

Засоби контролю - **стандартні зразки**;

Частота контролю -

- Збіжність (при кожному випробуванні);
- Відтворюваність (1 раз на 20 випробувальних зразків або серій);
- Правильність (в залежності від методу, напр., 1 раз на 20 зразків).

ПЛАН МОНІТОРИНГУ РЕЗУЛЬТАТІВ

Лабораторія ААС

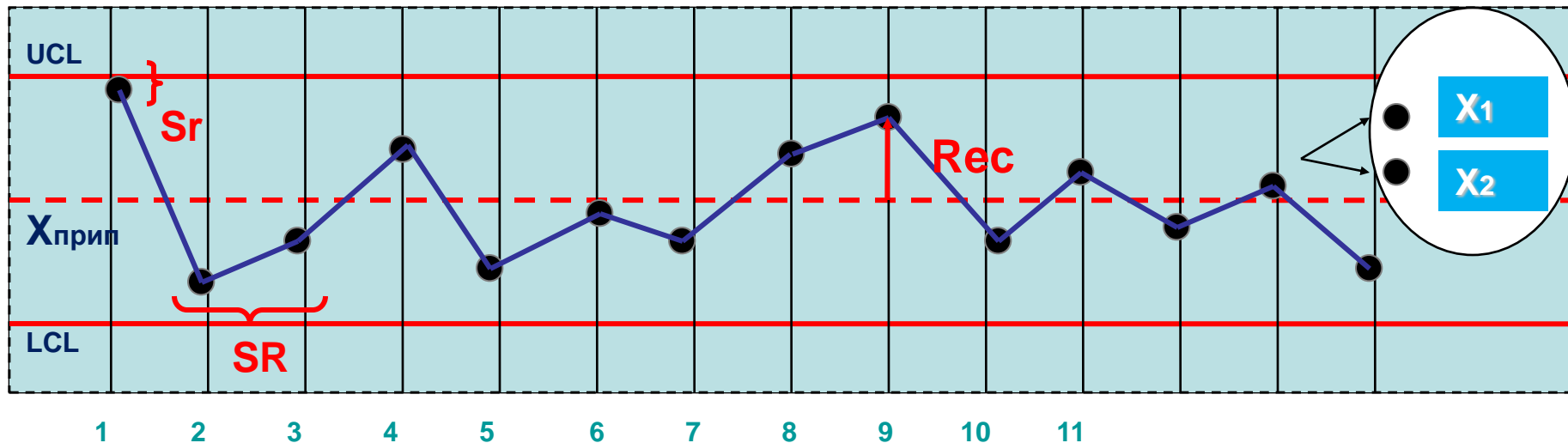
№	Лаб	Метод								Період	Прим
			1	2	3	4	5	6	7		
		ААС	v							1 раз на рік	ПРОФ-ТЕСТ
					v					1/20	ЛКЗ
								v		Кожний зразок	гетерогенні
									v		ЛКЗ

ЕЛЕМЕНТИ МОНІТОРИНГУ РЕЗУЛЬТАТІВ

- 1 PTS – Програми профтестування або МПР
- 2 CRM – атестовані (сертифіковані) стандартні зразки
- 3 RM – атестовані контрольні зразки (тестові матеріали ТМ)
- 4 LCS – лабораторні контрольні зразки
- 5 Spiked samples – зразки зі стандартними добавками
- 6 Duplicates – повторне випробування аналізованих зразків
- 7 Shewhart control charts – контрольні діаграми Шухарта

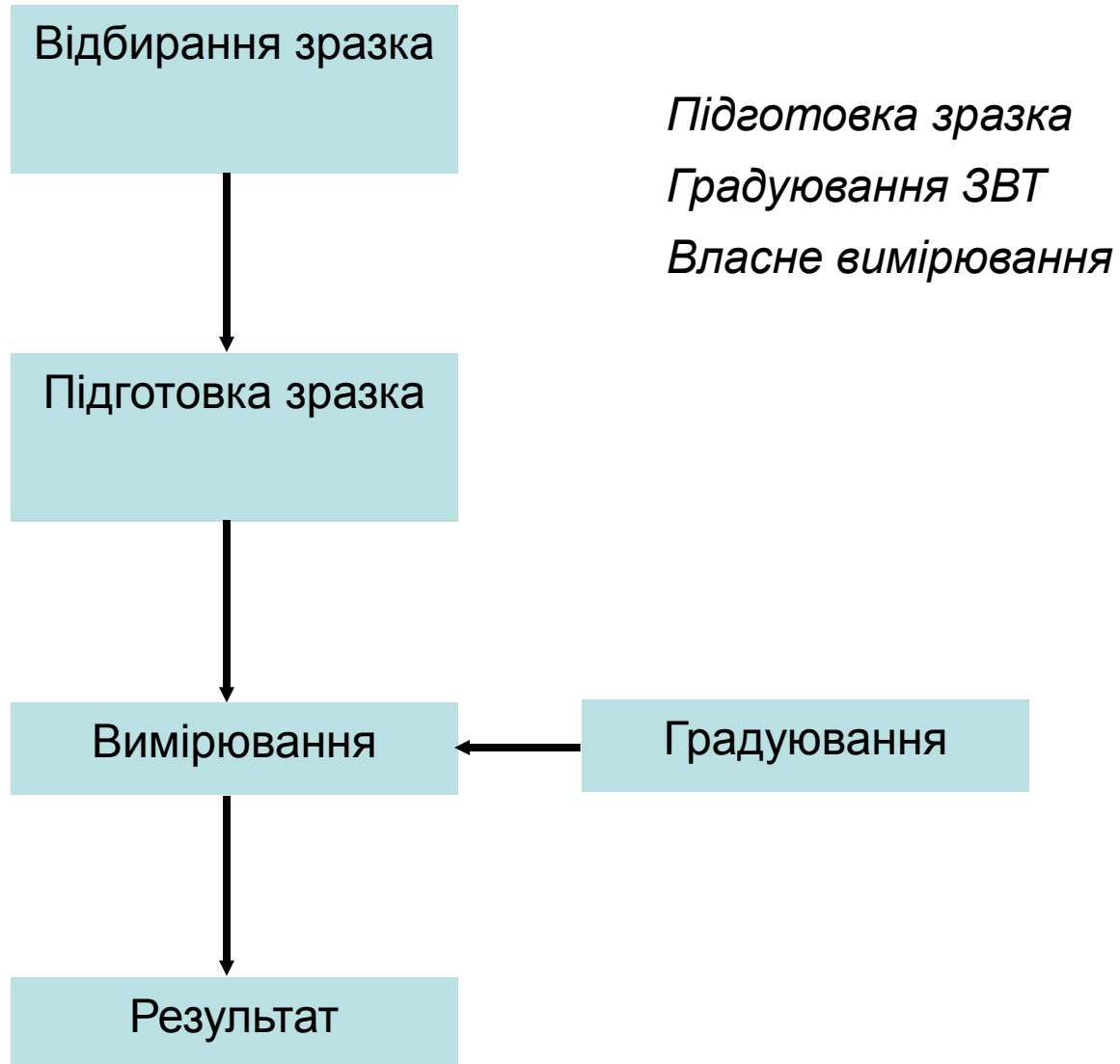
Як отримувати дані контролю якості

Позначення методу випробування, продукції, методу валідації



X1												
X2												
\bar{X}												
Sr												
SR												
Rec												
(MDL)												

Процес випробування



Оперативний контроль (збіжності)

Нормативи контролю

Назва	діапазон, мг/дм ³	r_n	R_n	K_n	
Показник X	від 0,5 до 10		18	25	20

• Контроль збіжності

Оперативний контроль збіжності проводять шляхом порівняння різниці результатів двох паралельних визначень при виконанні кожного випробування зразка з нормативом контролю збіжності. Умови збіжності передбачають виконання випробування одного і того зразка за одних і тих же самих умов, одним виконавцем, на одному приладі.

Збіжність результатів паралельних вимірювань d вважається задовільною, якщо виконується умова

$$r = 100 (X_1 - X_2) / X_{\text{сер}} \leq r_n,$$

- **Контроль відтворюваності**

Контроль відтворюваності в лабораторії здійснюють періодично, але не рідше одного разу за три місяці. **Через кожні 20 зразків** випробують лабораторний контрольний зразок. Значення показника в ньому повинні бути близькі до значень показника в випробуваних зразках.

Випробують паралельно два зразки у відповідності до методики, використовуючи різні партії реактивів, різний час проведення випробування, залучаючи різних операторів, на різних приладах. Отримують два результати випробування (X_1 , X_2) в умовах внутрішньолабораторної відтворюваності (прецизійності).

Відносна різниця між двома результатами випробування **D** не повинна бути більшою значення нормативу контролю відтворюваності

$$R = 100 (X_1 - X_2) / X_{\text{сер}} \leq \mathbf{R_n},$$

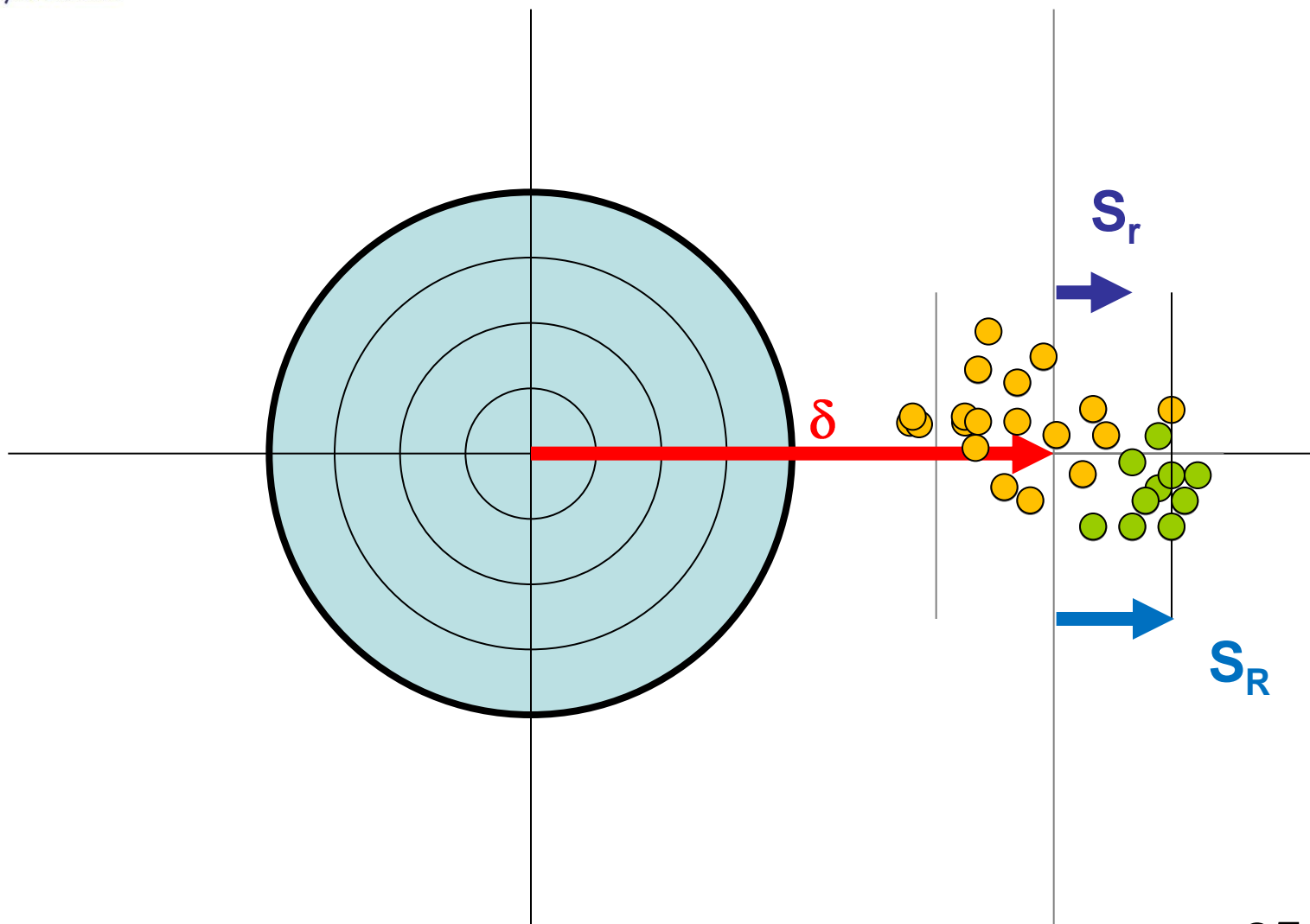
- Контроль **правильності/повернення**

Внутрішній контроль границі відносної похибки методу **К** в лабораторії здійснюють **періодично**, але не рідше одного разу за три місяці з використанням відповідного контрольного зразка. В якості такого використовують стандартний зразок (СЗ). Значення показника в ньому повинні бути близькі до значення показника у випробуваних зразках.

$$K = 100 (X - X_{CЗ}) / X_{CЗ} \leq K_n,$$

Зовнішній контроль границі відносної похибки методу **К** здійснюють **періодично**, але не рідше одного разу на рік у рамках **міжлабораторних випробувань** або програм професійного тестування з використанням відповідного контрольного зразка для МПР. В якості такого використовують стандартний зразок або контрольний зразок (тестовий матеріал ТМ).

Прецизійність. Правильність (Точність)



Дані про оцінку методів випробування при проведенні перевірки на місці

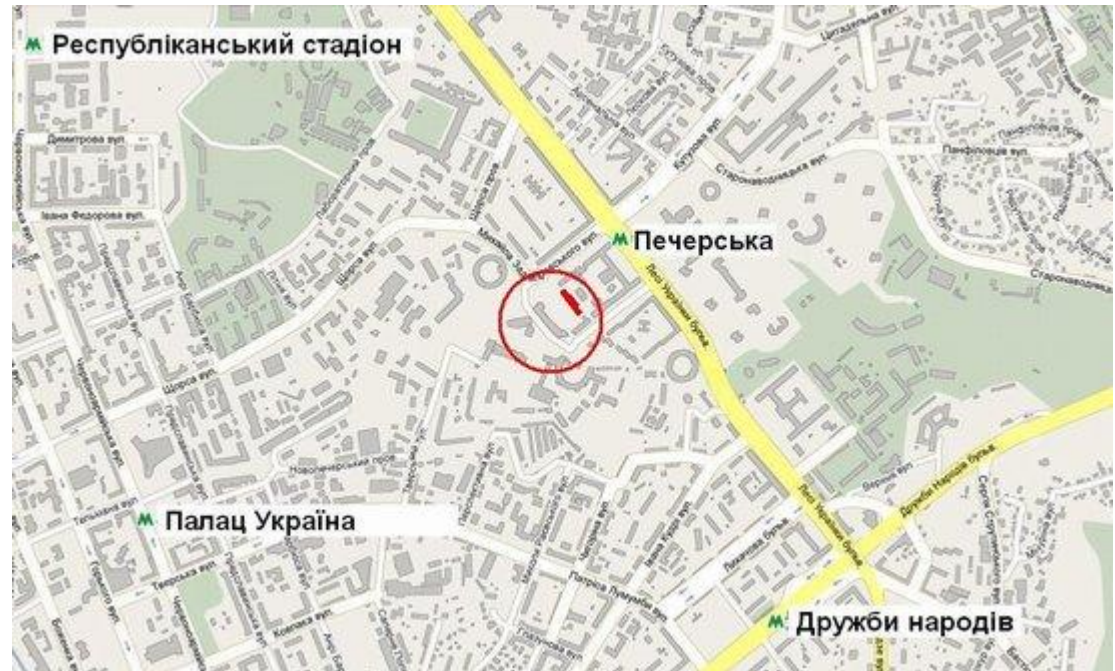
8.Методи забезпечення якості

5.9.2 Дані контролювання якості потрібно **проаналізувати** і, якщо виявиться, що вони виходять за заздалегідь встановлені **критерії**, необхідно вжити **запланованих дій**, щоб розв'язати цю проблему, щоб запобігти видаванню протоколів з хибними результатами (ДСТУ ISO/IEC 17025:2006).

У разі невиконання **критеріїв** при проведенні *повторних випробувань* або при *дублюванні* лабораторія повинна реєструвати це як **невідповідну роботу** з випробування і проводити відповідні **коригувальні дії**. Аудитори повинні перевіряти, чи дії лабораторії в таких випадках відповідають вимогам стандарту ДСТУ ISO/IEC 17025:2006.

Наприклад, **збіжність** – критерій 2 сигми/3 сигми; верхня і нижні контрольні границі; у разі перевищення критерію – дії згідно з методикою або коригувальна дія (призупинення роботи; аналізування ситуації, з'ясування і усунення причин; відновлення роботи).

Контакти НААУ



01133 м. Київ

вул. Кутузова 18/7

Тел.: 286-62-84

E-mail: office@naau.org.ua

www.naau.org.ua