

Почекайлова Л.П., Яненко О.П., Шураков О.М. (Україна, Київ)

ВАЛІДАЦІЯ МЕТОДІВ ДОСЛІДЖЕНЬ ФІЗИКО-ХІМІЧНИХ ПАРАМЕТРІВ ВОДИ

Законом України «Про метрологію та метрологічну діяльність» від 05.06.2014 № 1314-VII скасовано атестацію вимірювальних лабораторій. Визнання лабораторій у сфері законодавчо регульованої метрології пунктом 4 статті 7 цього закону віднесено до повноважень центральних органів виконавчої влади, інших державних органів уповноважувати підприємства та організації, їх відокремлені підрозділи та фізичних осіб – підприємців на проведення певних вимірювань, не пов'язаних з оцінкою відповідності продукції, процесів та послуг, однак яким чином має відбуватися процес уповноваження лабораторій, регулятивні документи відповіді не дають. Термін дії свідоцтва про атестацію лабораторій відповідно до попередньої редакції цього закону вже закінчується або закінчився. У такому випадку перед вимірювальними лабораторіями, у тому числі, які здійснюють вимірювання параметрів навколишнього середовища, виникає проблема визнання лабораторії, підтвердження її технічної компетентності та діяльності у правовому полі.

Однією з можливостей підтвердження компетентності лабораторій є акредитація лабораторії відповідно до міжнародного стандарту ISO/IEC 17025:2005 “General requirements for the competence of testing and calibration laboratories” (аналог – національний стандарт ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 «Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій»). Відповідно до цього стандарту лабораторія повинна використовувати методи та процедури, які придатні для конкретного випробування (дослідження). Лабораторія повинна вибрати відповідні методи, які викладено в міжнародних, регіональних чи національних стандартах. Однак лабораторії можуть зіткнутися з проблемою відсутності стандарту, наприклад, на новий метод, або сфера застосування методу, викладеного у стандарті, дещо інша. Наприклад, стандарт придатний для стічних вод, а необхідно дослідити поверхневі води. У таких випадках існує необхідність оцінити придатність методу до конкретного застосування. Процедуру оцінки придатності методу до конкретного застосування наразі називають валідацією методу. Валідацію застосовують у разі необхідності застосувати незастандартизовані методи; методи, розроблені лабораторією; застандартизовані методи, які використовують за межами цільової сфери їх поширення; у випадках розширень чи модифікацій методів для підтвердження того, що ці методи придатні для цільового використання.

Існує декілька видів валідації, які представлено в національному стандарті ДСТУ-П ISO/TS 13530:2011 «Якість води. Настанови з аналітичного контролю якості результатів хімічного та фізико-хімічного аналізу води», гармонізованому з міжнародним ISO/TS 13530:2009. Первинна валідація передбачає оцінювання придатності методу для конкретного застосування у разі розроблення лабораторією нового методу чи модифікації відомого. Вторинну валідацію (верифікацію) застосовують у випадку, коли лабораторії потрібно застосувати вже відомий метод. Мета такої валідації – довести, що лабораторія компетентна застосовувати такий метод і виконувати вимірювання правильно та прецизійно у відповідності з вимогами методу. Третій вид валідації пов'язаний із контролем якості результатів вимірювань, який лабораторія повинна постійно здійснювати разом з рутинними вимірюваннями. Мета такого контролю – постійна впевненість лабораторії у тому, що результати її вимірювань знаходяться у статистично керованому просторі.

Вторинна валідація методу визначення мінеральних азотовмісних речовин була проведена в одній з лабораторій, яка досліджує фізико-хімічні параметри поверхневих та питних вод. Мета цієї валідації – визначення компетентності лабораторії та встановлення внутрішньо лабораторних показників якості результатів вимірювань: повторюваності, відтворюваності та правильності. У спланованому експерименті взяли участь 10 фахівців лабораторії, які в умовах повторюваності виконали по 5 незалежних вимірювань і отримали значення вмісту іонів NH_4^+ контрольного зразка. Результати вимірювань обробляли статистичними методами. Відносна повторюваність складала менше 6%, відтворюваність – менше 7%, відхилення від значення концентрації контрольного зразка – менше 3%, що прийнятно для даної методики. Технічна компетентність лабораторії виконувати даний метод була підтверджена.