ЛАБОРАТОРНЫЕ ИНФОРМАЦИОННЫЕ МЕНЕДЖМЕНТ-СИСТЕМЫ – ИНСТРУМЕНТАРИЙ ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ ЭФФЕКТИВНОСТИ РАБОТЫ АНАЛИТИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЙ*

А.Ю.Кропанев, ФГУП "УНИИМ", metod224@uniim.ru,
Н.Н.Лаврова, ООО "ИндаСофт", nadezhda.lavrova@indusoft.ru

УДК 681.518; ББК 05.11.00

Работа испытательных лабораторий, контролирующих качество продукции на производстве, строго регламентирована и включает тщательное протоколирование результатов анализов в соответствии с нормативными документами. Лабораторная информационная менеджмент-система (ЛИМС, ЛИС) предоставляет большие возможности для автоматизации работы и перехода на электронный документооборот. Описаны направления деятельности аналитической лаборатории, которые можно автоматизировать с высокой эффективностью, применяя ЛИМС: ведение электронных журналов, картотек, формирование отчетных документов, организация и проведение внутрилабораторного оперативного контроля качества, осуществление контроля стабильности, внедрение методик в лаборатории и др. Отмечена важная роль метрологической экспертизы программных продуктов для ЛИМС во внедрении их в практику испытательных лабораторий.

В соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 "Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий" и критериями аккредитации, компетентность лаборатории обеспечивается надежным управлением получаемой и накапливаемой информации, а также стабильностью ее функционирования в закреплённой области деятельности.

Перед лабораториями стоят задачи полной и всесторонней регламентации всех процедур, обеспечивающих их эффективную деятельность. Объем информации, получаемой в ходе обработки и протоколирования результатов, которые используются для принятия управляющих решений, достаточно велик и сложен для ручной обработки, анализа и контроля.

Специалистами ФГУП "УНИИМ" долгие годы уделяется пристальное внимание метрологическому обеспечению аналитического контроля, разрабатываются нормативные документы в помощь специалистам испытательных лабораторий. Они касаются установления метрологических характери-

стик, внедрения методик измерений, проверки приемлемости, контроля качества результатов.

Одним из основных документов, определяющих контроль качества результатов, является РМГ 76–2014 "ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа". В связи с необходимостью обрабатывать большие массивы данных, например при построении контрольных карт Шухарта, использование компьютерных лабораторно-информационных систем становится все более очевидным. Однако не все руководители и сотрудники лабораторий представляют реальные возможности ЛИМС для автоматизации работы и перехода на электронный документооборот.

Разработчики ЛИМС могут использовать различные способы, методы и подходы для автоматизации задач в области управления качеством, возложенных на испытательные лаборатории. При этом все операции, выполняемые в ЛИМС пользователем, будут иметь альтернативные сценарии, что впоследствии позволит по результатам испытаний получить

* Статья публикуется с разрешения редакции отраслевого научно-технического журнала "ИСУП".

достоверную информацию и оптимизировать ее для принятия управленческих решений.

Рассмотрим основные направления деятельности аналитической (испытательной) лаборатории, которые можно автоматизировать с высокой эффективностью, применяя ЛИМС*.

Проведение испытаний и измерений проб объектов контроля и автоматизированное формирование электронных журналов (журналов регистрации проб, рабочих журналов исполнителей, сводных журналов и т.д.). Лаборанту необходимо выполнить испытание в ЛИМС, то есть внести все аналитические сигналы (измерения) для получения фактического результата. Механизм математической обработки данных, воспроизводимый в ЛИМС, отражает соответствие проводимых операций нормативной документации: рекомендуемое количество параллельных измерений, использование тех или иных математических формул, правил округления, форматирование значений результатов испытаний. Впоследствии автоматически формируются электронные журналы по настраиваемым пользователем формам.

Универсальный журнал. В рамках ЛИМС исполнитель может создать практически любой журнал с произвольным числом столбцов и их конфигурацией. Ячейки заголовков столбцов могут объединяться друг с другом (и разбиваться) в разных направлениях. Текст заголовков столбцов экспортируется из соответствующих объектов (классификаторов) ЛИМС или редактируется при создании журнала. Уже готовый журнал можно многократно дублировать, ограничивая права доступа различных форм журналов для персонала.

Рабочий журнал исполнителя. Для каждого анализируемого продукта, методики или показателя можно сформировать отдельный журнал. Исполнитель вносит в рабочий журнал измеренные параметры и по расчетной формуле методики анализа получает результаты единичных (параллельных) определений. Расчетная формула может быть предустановлена разработчиками ЛИМС или при открытии журнала ее один раз вводит пользователь, руководствуясь пошаговой инструкцией. В рамках журнала после получения всех необходимых результатов единичных (параллельных) определений проводится проверка приемлемости: разность между максимальным и минимальным результатами сравнивается с пределом повторяемости. При подтверждении сходимости результатов параллельных определений рассчитывается среднее значение и ему приписывается погрешность, установленная в лабо-

ратории для этого показателя. В случае не подтверждения сходимости результатов параллельных определений автоматически обрабатываются дополнительные данные, вплоть до расчета по медиане в соответствии с положениями ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 и МИ 2881-2004.

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

Ведение электронных картотек по средствам измерений, испытательному и вспомогательному оборудованию, стандартным образцам, реактивам, помещениям, сотрудникам, методикам, объектам анализа, нормативным документам и т.д.

В электронные картотеки (карточки) исполнитель вносит всю необходимую информацию, например, о средстве измерений – наименование, марка, фирма изготовитель, заводской и инвентарный номера, технические и метрологические характеристики, номер по Федеральному информационному фонду, межповерочный интервал, даты прошедших поверок, сведения о ремонтах, месте хранения, консервации и т.д. В карточки методик могут быть внесены: наименование документа и его номер, название методики, показатели, диапазоны измерений по каждому параметру, приписанные характеристики погрешности и нормативы контроля. Кроме этого карточки могут выполнять функцию напоминания, например, о том, что до очередной поверки остался месяц, сколько времени осталось до окончания срока хранения стандартного образца, число стандартных образцов в наличии и т.д.

В карточки можно помещать и хранить любые файлы. Например, в карточку методики можно внести текст самой методики в виде скан-копии, в карточку объекта анализа – рабочие копии соответствующего СанПиН или гигиенических нормативов. Информацию из карточек можно автоматически преобразовывать в строки соответствующей формы паспорта аккредитованной лаборатории.

Формирование отчетных документов (сертификатов, паспортов, актов отбора проб, протоколов испытаний и т.п.) по результатам анализа с выбором необходимых данных из рабочих журналов исполнителей или из сводных журналов. В составе ЛИМС разработаны гибкие формы отчетных документов. Например, в протокол можно включить результаты по нескольким показателям для большого числа проб или для одного или нескольких образцов по большому числу параметров. Предусмотрены:

* Примеры реализации функций ЛИМС составлены по Руководству пользователя ЛИС "Электронный метролог", разработанной сотрудниками ФГУП "УНИИМ" и Руководству пользователя ЛИМС I-LDS, разработанной компанией "ИндаСофт".

Рис. 1. ККШ по контролю внутрилабораторной прецизионности в приведенных характеристиках (с использованием ОК или одной рабочей пробы). ГОСТ Р 52660-2006. "Топлива автомобильные. Метод определения содержания серы рентгенофлуоресцентной спектроскопией с дисперсией по длине волны"

автоматический выбор наименований показателей; вынесение за рамки таблицы размерности, если она одинакова для всех результатов; ссылка на методику измерений, дублирование любого из предыдущих протоколов; добавление мнений и комментариев сотрудников лаборатории и т.д.

Актуализация форм протоколов происходит за счет единойжды введенного изменения в классификаторы ЛИМС 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 с использованием ЛИМС в форме электронных журналов. В них реализованы все алгоритмы оперативного контроля повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, 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 который достаточно внести установленные в лаборатории для данного показателя контрольные цифры и погрешности измерения. Результат контрольной процедуры и норматив контроля рассчитываются автоматически, причем предварительно проводится проверка условий применимости данного алгоритма, например соответствие величины добавки условию

ее применимости. Затем сравнивают результат контрольной процедуры и норматива и делают вывод о подконтрольности методики измерений. Листы журналов ЛИМС можно переносить в редактор Word, форматировать таблицы и при необходимости распечатывать.

Проведение контроля стабильности результатов испытаний с использованием более 30 видов контрольных карт Шухарта (ККШ), все алгоритмы расчета и построения которых внесены в ЛИМС. Рассчитываются следующие параметры: границы регулирования – средняя линия ($R_{ср}$); пределы предупреждения ($R_{пр}$) и действия ($R_{д}$); 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 числом результатов контрольных процедур, которые можно регулировать, а карту разбивать на несколько частей. Контрольные карты можно строить в единицах измеряемых содержаний, в относительных и приведенных величинах, причем характеристики погрешности методик могут быть заданы как в единицах измеряемых содержаний, так и в относительных – в процентах, в виде постоянного числа или зависимости (прямая, парабола, экспонента и т.д.). При выходе результатов контрольных процедур за границы регулирования, то есть при реализации тревожной ситуации на контрольной карте, программа сообщает об этом. В процессе построения контрольной карты рассчитываются новые значения характеристик погрешности, и пользователь решает, принимать их или нет 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.

Проведение контроля стабильности результатов испытаний с использованием алгоритмов периодической проверки подконтрольности процедуры выполнения анализа, которые, как правило, реализованы в форме журналов периодической проверки подконтрольности (ППП). Это журнал PPP процедуры выполнения анализа с применением образца для контроля, а также различных методов: добавок с использованием одной рабочей пробы; добавок с использованием нескольких рабочих проб (показатели качества результатов анализа заданы в единицах измеряемых содержаний); добавок с использованием нескольких рабочих проб (показатели качества результатов анализа заданы в относительных единицах для всего диапазона измерений); разбавления с использованием нескольких рабочих проб (показатели качества результатов анализа заданы в единицах измеряемых содержаний) и разбавления с использованием нескольких рабочих проб (показатели качества результатов анализа заданы в относительных

единицах для всего диапазона измерений). Пользователь вводит исходные данные (характеристики погрешности и результаты контрольных измерений), далее расчет происходит автоматически: справочные таблицы с соответствующими коэффициентами уже введены в ЛИМС. Листы этих журналов ЛИМС переносит в редактор Word, где можно форматировать таблицы и при необходимости их распечатать.

Проведение контроля стабильности результатов анализа с использованием алгоритмов выборочного статистического контроля (ВСК) внутрилабораторной прецизионности и точности реализованы в виде журналов ВСК. 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 в ЛИМС. Листы этих журналов ЛИМС переносит в редактор Word, где можно форматировать таблицы и при необходимости их распечатать.

Лабораторно-информационные системы могут быть интегрированы с ПО средств измерений для считывания результатов испытаний, их обработки и внесения в соответствующие электронные журналы ЛИМС (в 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 зависимости рассчитываются в виде уравнений $y = a + b \cdot x$.

Расчет характеристик погрешности градуировочной зависимости производится в соответствии с нормативным документом (рис.2). В ЛИМС предусмотрены алгоритмы контроля стабильности градуировочных характеристик для классического метода Гаусса и основного метода по ГОСТ Р ИСО 11095 в виде контрольных карт.

Для всех способов реализован расчет результатов анализа рабочих проб, формируются вспомогательные

Рис.2. График, построенный по уравнению градуировочной характеристики

таблицы с вычисленными значениями $y(x)$. Можно распечатать градуировочные графики как отдельно, так и вместе со всей введенной и полученной информацией.

В ЛИМС включены алгоритмы расчета метрологических характеристик аттестованных смесей (АС), приготовленных из стандартных образцов (СО) в твердом и жидком агрегатных состояниях. Они соответствуют РМГ 60-2003 "ГСИ. Смесей аттестованные. Общие требования к разработке". Метрологические характеристики аттестованных смесей рассчитываются последовательно в процессе их приготовления 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. Метрологические характеристики мерной посуды введены в ЛИМС предварительно и также принимаются в расчет.

В ЛИМС внесены алгоритмы установления лабораторных значений характеристик погрешности по Приложению Б РМГ 76-2014: расчет показателей повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, правильности и точности результатов анализа (рис.3) с использованием образцов для оценивания, которыми могут быть СО, АС и рабочие пробы, можно применять метод добавок.

Внедрение методик в лаборатории. Алгоритмы внедрения методик в лаборатории соответствуют Р 50.2.060-2008 "ГСИ. Внедрение стандартизованных методик количественного химического анализа в лаборатории. Подтверждение соответствия установленным требованиям".

Как правило, ЛИМС имеют системы допуска и защиты информации, которые можно организовать, например,

Рис.3. Оценка точности: график

по функциям, к которым допущен соответствующий работник. Они перечислены в карточке допуска каждого сотрудника лаборатории.

Ряд организаций – разработчиков лабораторно-информационных систем обращаются в ФГУП "УНИИМ" для проведения метрологической экспертизы своих программных продуктов. По опыту ФГУП "УНИИМ", такая экспертиза повышает уровень доверия к данным программным продуктам и способствует их внедрению в испытательных лабораториях.

Метрологическая экспертиза ЛИМС осуществляется по МИ 2174-91 "Аттестация алгоритмов и программ обработки данных при измерениях. Основные положения"

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

Отметим, что разработанные сотрудниками ФГУП "УНИИМ" ЛИС "Электронный метролог" и компанией "ИндаСофт" ЛИМС I-LDS прошли метрологическую экспертизу, о чем свидетельствует экспертное заключение от ФГУП "УНИИМ".

Именно использование прошедшей тестирование и метрологическую экспертизу ЛИМС (ЛИС) позволяет лабораториям организовать на принципиально новом уровне не только систему качества, но и всю деятельность лаборатории при значительном увеличении эффективности работы всех ее звеньев. Аттестованная ЛИМС (ЛИС) – активный помощник лаборатории на стадии подготовки к аккредитации и подтверждению компетентности. Информация, содержащаяся в лабораторной базе данных, полученной на основе ЛИМС (ЛИС), позволяет достаточно быстро и без особых усилий сформировать и актуализировать Паспорт ИЛ и другие документы.

Изложенный комплекс решений не исчерпывает всех функциональных возможностей ЛИМС (ЛИС) I-LDS и "Электронный метролог". Он представляет первоначальную конфигурацию ЛИМС, ориентирован на потребности лабораторий и позволяет удовлетворить требования, которые предъявляются к компетентности испытательной лаборатории.

КАЛЕНДАРЬ СОБЫТИЙ ФЕВРАЛЬ–МАРТ, 2018

Дата	Событие	Место проведения	Сайт
27 февраля– 1 марта 2018	Международная выставка Полиуретанэкс	Москва, Экспоцентр	www.polyurethanex.ru
27 февраля– 2 марта 2018	Международная специализированная выставка Интерлакокраска	Москва, Экспоцентр	www.interlak-expo.ru
27 февраля– 2 марта 2018	Международная специализированная выставка лазерной оптической и оптоэлектронной техники Фотоника. Мир лазеров и оптики	Москва, Экспоцентр	www.photonics-expo.ru
27 февраля– 3 марта 2018	Международная специализированная выставка Композит-Экспо	Москва, Экспоцентр	www.composite-expo.ru
6 марта 2018	Мастер-класс Современные методы анализа и контроля в области полимерной химии	Нижний Новгород	www.analit-spb.ru
12–16 марта 2018	Курс повышения квалификации Техника и практика метода высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ)	Москва	www.alab.ru
	Учебные курсы Газ природный. Хроматографические методы анализа	Йошкар-Ола	www.chromatec.ru