

ТРЕБОВАНИЯ К АККРЕДИТОВАННЫМ ЭКОАНАЛИТИЧЕСКИМ ЛАБОРАТОРИЯМ и специфика их работы

И.В. Болдырев
Ассоциация «Аналитика»

Аккредитация испытательных лабораторий в России уже не является чем-то новым. Только в реестр Системы аккредитации внесено более 5 тыс. лабораторий, значительную часть которых составляют экоаналитические.

Область деятельности последних – анализ проб атмосферного воздуха, промышленных выбросов в атмосферу, природных и сточных вод, а также почв и отходов.

Экоаналитические лаборатории можно рассматривать как испытательные лаборатории, имеющие определенную специфику. Эта специфика выражается в том, что, во-первых, объекты, с которыми они работают, как правило, неоднородны, нестабильны и изменяются по составу в очень широких пределах, а во-вторых, результаты, полученные экоаналитическими лабораториями, являются основой для расчета платежей и штрафов, размер которых может выражаться цифрами с шестью и более нулями. Эта специфика работы лабораторий должна учитываться при их аккредитации.

Как известно, основным документом, устанавливающим требования к аналитическим лабораториям, является международный стандарт ISO/IEC 17025:1999 (в 2005 г. принята его новая редакция). В России действует аутентичный перевод этого стандарта – ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2000 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий». В этом стандарте устанавливаются требования, которые распространяются на любые испытательные лаборатории вне зависимости от области деятельности, вида собственности, подчиненности, количества сотрудников,

цели испытаний. Одновременно в ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2000 признается, что для лабораторий, имеющих определенную специфику, могут устанавливаться дополнительные требования к отдельным процедурам, описанным в стандарте.

Отбор проб

Как уже было отмечено, экоаналитические лаборатории, как правило, имеют дело с неоднородными и нестабильными объектами, поэтому регламентация такой стадии аналитического контроля, как отбор проб, имеет особое значение для правильной интерпретации результатов анализа экоаналитической лаборатории. Все экоаналитические лаборатории можно разделить на две группы: самостоятельно отбирающие пробы и работающие с пробами, отобранными заказчиком.

Самостоятельный отбор проб. Почти для всех объектов, с которыми работают экоаналитические лаборатории (вода, почва, промышленные выбросы в атмосферу, атмосферный воздух) существуют нормативные документы, устанавливающие требования к процедуре отбора проб [1–7]. Требования этих документов, безусловно, должны соблюдаться экоаналитическими лабораториями при отборе проб,

но принято считать, что использование только этих документов не обеспечивает достаточно подробной регламентации процедуры, так как они часто предусматривают различные варианты выбора места и способа получения аналитической пробы, ее консервации, маркировки, транспортирования и хранения до начала анализа. Установленные в конкретной лаборатории правила выполнения этих этапов пробоотбора должны быть изложены в ее внутренних документах.

Подробная регистрация данных в процессе отбора проб является важной для дальнейшего планирования и реализации действий, проводимых по результатам анализа, или для разрешения возможных споров между хозяйствующими субъектами. Более половины спорных ситуаций вызваны неполнотой данных об отборе проб. Распространенными являются случаи, когда лаборатории не указывают массу (объем) пробы, не приводят в акте отбора сведений о консервации, не фиксируют точного времени и места отбора проб, не приводят сведений об условиях окружающей среды и т.п., что в дальнейшем дает повод оспорить полученные результаты анализа.

Лаборатория может прибегать к услугам субподрядных организаций при отборе проб, но при этом следует иметь в виду, что ответственность за правильность отбора в этих случаях с лаборатории не снимается, поэтому все, что должно быть регламентировано в части отбора проб для лаборатории, должно быть регламентировано и для субподрядчиков.

Отбор проб заказчиками. ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2000 допускает, что лаборатория может не брать на себя ответственность за отбор проб, если пробы отбираются заказчиком или иной организацией, уполномоченной заказчиком. В этих случаях лаборатория должна предусмотреть включение в протокол анализа соответствующей записи (например, «результаты анализа, приведенные в настоящем протоколе, относятся

только к проанализированным пробам»). Однако при подобной схеме работы лаборатория должна организовать входной контроль качества проб при поступлении их в лабораторию и документировать эту процедуру. Следует определить, какие требования лаборатория предъявляет к объему (массе), упаковке и маркировке проб и что делать, если эти требования не будут соблюдены.

При представлении результатов анализа лаборатория, работающая с пробами, отобранными заказчиком, должна в протоколе четко выделять сведения, которые приводятся по информации, полученной от заказчика (место отбора пробы, наименование объекта анализа, способ отбора, консервация и т.п.).

Хранение проб

Характерной особенностью таких объектов окружающей среды, как воздух, промышленные выбросы в атмосферу, природные и сточные воды, является то, что объект анализа может изменить свой состав в течение очень короткого промежутка времени, поэтому пробы, отобранные с некоторым временным интервалом, не могут рассматриваться как идентичные. Из-за этого экоаналитическая лаборатория должна таким образом планировать и проводить аналитические работы, чтобы в случае сбоев в работе оборудования, ошибок персонала и в других нестандартных ситуациях можно было провести повторный анализ без повторного отбора проб. Реализовать это можно, предусмотрев взятие пробы «с запасом» и организовав хранение пробы без изменения ее состава и свойств, как минимум, в течение времени анализа. Конечно, бывает, что организовать хранение пробы не представляется возможным либо из-за особенностей определяемой величины (например, БПК), либо из-за особенностей оборудования (например, газоанализатора). Лаборатория должна установить порядок своих действий для таких случаев.

Выбор методики анализа

К методикам анализа, используемым в экоаналитических лабораториях, предъявляются некоторые дополнительные требования. Прежде всего, эти методики должны удовлетворять требованиям нормативных документов, регламентирующих общие требования к анализу экологических объектов [8–10]. Как правило, требования к методикам анализа регламентируют их диапазон определения и погрешность (воспроизводимость) методик, и при выборе той или иной методики лаборатории должны руководствоваться именно этим. Однако, для того чтобы принять решение о возможности применения конкретной методики анализа, лаборатория должна провести «оценку пригодности методики» (validation). Этот термин определяется как «подтверждение на основе представления объективных свидетельств того, что методика анализа... может быть применена для конкретного объекта или группы объектов» [11].

В частности, из-за значительных вариаций состава таких объектов анализа, как почвы, отходы, сточные воды, промышленные выбросы, даже предназначенные для анализа именно этих объектов аттестованные методики не всегда на практике подтверждают свою пригодность, показывая либо недопустимо большое смещение (систематическую погрешность), либо неприемлемую прецизионность (разброс результатов). Следствием этого является необходимость включать в состав процедур системы менеджмента качества процедуры оценки пригодности методик.

Оборудование для анализа

В соответствии со ст. 13 Федерального закона «Об обеспечении единства измерений» экология – это область, на которую распространяется государствен- ный метрологический контроль и надзор, следовательно, для проведения измерений (анализа) в этой сфере обязатель-

ным является применение средств измерений (СИ), прошедших государственную поверку.

Еще одной особенностью экоаналитических лабораторий является широкое применение переносных (возимых) СИ: газоанализаторов, аспираторов, пневмометрических трубок и т.п., что приводит к необходимости регламентировать процедуры транспортирования СИ и обеспечения сохранности их метрологических характеристик в условиях, далеких от лабораторных.

Представление результатов

Как уже упоминалось, несмотря на относительно низкую стоимость анализа объектов окружающей среды, результаты анализа могут являться основой для крупных платежей и штрафов. Это предъявляет особые требования к представлению результатов анализа. Протокол не должен допускать смыслового многообразия в отношении объекта анализа, результата анализа, статуса лаборатории.

Объект анализа должен быть идентифицирован как в пространстве, так и во времени. Для идентификации объекта на местности могут использоваться схемы технологического оборудования, коллекторных сетей, карты, фотографии и эскизы. Должно быть приведено точное время взятия пробы. В некоторых случаях необходимо также указывать состояние объекта (температура, направление ветра, атмосферное давление, наличие осадков и т.п.).

В случаях когда лаборатория не осуществляла отбор проб, рекомендуется распространять протокол не на объект, а на «пробу» (например, «результат анализа пробы сточной воды»).

В отношении результата анализа должно быть абсолютно ясно, какая физическая величина определялась и в каких единицах измерения выражен результат. Если определяется концентрация, то необходимо корректно указывать наименование компонента. Например, аммонийный азот и аммоний-ион, рас-

творенное железо и железо общее, хлориды и хлорид-ион, кальций и CaO следует различать. Сам результат должен содержать количество значащих цифр, согласованное с погрешностью методики анализа [13]. Также должны быть приведены наименование (или общепринятый шифр) методики анализа (с указанием года редакции, или пересмотра), приписанная погрешность методики (или неопределенность результата).

В общем случае лаборатория не обязана принимать решение о соответствии норме или о ее превышении. Однако часто заказчик требует провести сопоставление результата с нормой и лаборатории соглашаются с этим требованием. При этом следует иметь в виду, что ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2000 относит сопоставление с нормой не к результатам анализа, а к «мнениям и толкованиям» и требует отделять их от собственно результатов. Также следует при указании значения нормы указывать норма-

тивный документ, который содержит это значение. Еще одной особенностью сопоставления с нормой является невозможность в некоторых случаях сделать вывод о соответствии или несоответствии. Такие случаи возникают, когда результат с учетом его неопределенности «накрывает» норму. Например, результат определения массовой концентрации некоего компонента ($10,1 \pm 0,5$) мг/л (при ПДК=10,0) не позволяет сделать заключение о превышении или непревышении ПДК. В таких случаях лаборатория очень осторожно должна выражать свое мнение, сопоставляя результаты.

Конечно, специфика работы экоаналитических лабораторий не исчерпывается содержанием настоящей статьи. Например, здесь не рассматривался вопрос о специфике организации внутрилабораторного контроля точности результатов, но это тема отдельной статьи.

Литература

1. ГОСТ Р 50820-95 «Оборудование газоочистное и пылеулавливающее. Методы определения запыленности газопылевых потоков».
2. ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб».
3. ГОСТ 17.1.5.05-85 «Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков».
4. ГОСТ 17.4.3.01-83 «Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб».
5. ГОСТ 17.4.3.03-85 «Охрана природы. Почвы. Метод отбора и подготовки проб для химического, бактериологического и гельминтологического анализа».
6. ГОСТ 28168-89 «Почвы. Отбор проб».
7. ГОСТ 17.1.5.01-80 «Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб донных отложений водных объектов для анализа на загрязненность».
8. ГОСТ 17.2.4.02-81 «Охрана природы. Атмосфера. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ».
9. ГОСТ 27384-2002 «Вода. Нормы погрешности измерений состава и свойств».
10. ГОСТ 17.4.3.03-85 «Охрана природы. Почвы. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ».
11. ГОСТ Р 52361-2005 «Контроль объекта аналитический. Термины и определения».
12. Федеральный закон «Об обеспечении единства измерений» в ред. от 10.01.2003 № 4871-1-ФЗ.
13. МР 18.1.04-2003 Методические рекомендации «Система контроля качества результатов анализа проб объектов окружающей среды» / Центр исследования и контроля качества воды. – СПб, 2003.