

## ВНУТРЕННИЙ ЛАБОРАТОРНЫЙ КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА

**Станкевич А.В., Михайлова М.В., Сантоцкая И.П.**  
ГУ «Минский городской центр гигиены и эпидемиологии»,  
Беларусь, Минск

*В данной статье приводится описание системы внутреннего контроля качества в аналитических лабораториях, выполняющих химические анализы. Авторами статьи описаны общие требования к организации предупредительного контроля качества, оперативного контроля, контроля стабильности измерений в зависимости от методики исследования, организации работы в лаборатории.*

**Ключевые слова:** *внутренний лабораторный контроль; правильность; прецизионность; точность; неопределенность измерений; анализ слепых проб; контрольные карты.*

## INTERNAL LABORATORY QUALITY CONTROL

**Stankevich A.V., Mikhailova M.V., Santotskaya I.P.**  
Minsk City Center for Hygiene and Epidemiology,  
Belarus, Minsk

*This article describes the internal quality control system in analytical laboratories performing chemical analyses. The authors of the article describe the general requirements for the organization of preventive quality control, operational control, control of measurement stability, depending on the research methodology, and the organization of work in the laboratory.*

**Key words:** *internal laboratory control; right; precision; accuracy; measurement uncertainty; analysis of blind samples; control cards.*

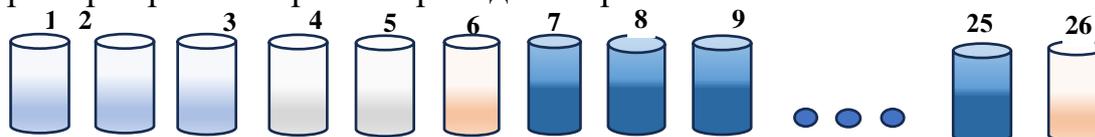
В соответствии с требованиями ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 лаборатория должна иметь процедуру для подтверждения достоверности результатов своей деятельности (т.е. процедуру, которая охватывает и внутрилабораторный контроль). Для подтверждения качества выполняемых исследований необходимо доказать, что требования к характеристикам метода (правильность, прецизионность, точность), установленные в методике, либо установленные лабораторией при реализации методики, выполняются. Количественная мера прецизионности – стандартное отклонение повторяемости ( $s_r$ ), стандартное отклонение внутрилабораторной промежуточной прецизионности ( $s_{IR}$ ). Количественная мера правильности – лабораторное смещение метода. Количественная мера точности – границы относительной погрешности ( $\pm\delta$ ); расширенная неопределенность метода измерений ( $U$ ).

Периодичность проведения внутреннего контроля (ВК) устанавливается самой лабораторией и зависит от частоты реализации метода в лаборатории, стоимости и длительности проведения измерений конкретной величины, требований методики по частоте проведения. Внутренний контроль качества охватывает аналитический процесс, начиная с поступления пробы в лабораторию и заканчивая выдачей результата исследования.

Процедуры внутреннего контроля могут выражаться в виде предупредительного, оперативного внутреннего и контроля стабильности результатов измерений с помощью контрольных карт.

Предупредительный внутренний контроль включает контроль параметров микроклимата (температура воздуха, относительная влажность, атмосферное давление); контроль качества дистиллированной воды; входной контроль реактивов; контроль срока годности применяемых реактивов; контроль срока действия поверки средств измерений (по этикетке); контроль стабильности градуировочной характеристики и т.д. Выбор контролируемых параметров и периодичность контроля основывается на требованиях методики измерений. Если в методике измерений отсутствует периодичность контроля градуировочной характеристики, то лаборатория должна установить ее самостоятельно, исходя из наработанных статистических данных. Накопление статистических данных. Подтверждение качества рабочих проб. Контроль стабильности градуировочной характеристики необходимое, но недостаточное условие для подтверждения качества каждой рабочей пробы.

Все анализируемые пробы должны быть разделены на серии. Количество проб в серии может быть любым. Обязательным условием является то, что в каждой серии должны анализироваться контрольные пробы. Общепринятый уровень внутреннего контроля при рутинном анализе составляет 5%. Одна из каждых двадцати проб должна быть контрольной! Пример серии измерений приведен на рис. 1.



**Рисунок 1. Серия измерений для подтверждения качества каждой рабочей пробы: 1,2,3 – стандартные градуировочные растворы; 4,5 - холостые пробы; 6, 26 - контрольные пробы; 7,8,9...25 - рабочие пробы.**

В качестве контрольной пробы могут использоваться: растворы, приготовленные на основе стандартных образцов; растворы, приготовленные из химически чистых соединений, содержащих определяемый катион или анион; реальная проба, ранее исследованная в лаборатории (дублированная проба); реальная проба, ранее исследованная в лаборатории с добавкой стандартного образца. Особенно важно, чтобы растворы, используемые для

приготовления градуировочных растворов и образца для контроля, отличались друг от друга. Это должны быть либо растворы, приобретенные у разных поставщиков, либо, если растворы готовятся из соли, должны быть соли, отличающиеся по составу.

Организация оперативного контроля промежуточной прецизионности.

Использование в качестве контрольного образца ранее исследованной в лаборатории реальной пробы (анализ слепых проб) позволяет проверить промежуточную внутрилабораторную прецизионность с меняющимися факторами «время», «оператор». Важно, что включение в серию измерений «дублированных образцов» делает руководитель лаборатории и исполнитель не знает, что исследует. Контроль промежуточной прецизионности актуален в лаборатории, где несколько исполнителей выполняют измерения по одной методике; реализуются методики, для которых нет стабильных стандартных образцов. Если концентрация определяемого компонента в «дублированной пробе» остается стабильной в течении длительного времени, эту пробу можно использовать для построения контрольных R-карт размахов.

Расхождение результатов измерений, полученных двумя участниками эксперимента (если оба участника получили более одного результата измерений), не должно превышать критической разности  $CD_{0,95}$

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)}, \text{ если } n_1 = n_2 = 2, \text{ выражение упрощается до } CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - \frac{r^2}{2}}$$

где R – предел воспроизводимости, нормированный в методике измерений, или предел промежуточной внутрилабораторной прецизионности, установленный лабораторией при реализации метода;

r – предел повторяемости, нормированный в методике измерений или установленный лабораторией при реализации метода.

Результат может оформляться как оперативная процедура или наноситься на контрольную карту.

Организация оперативного контроля точности на примере анализа рабочих проб с добавкой стандартного образца.

Использование в качестве контрольного образца реальной пробы с добавкой стандартного образца позволяет провести контроль точности методом добавок.

Чтобы оценить чистую степень извлечения добавки, пробы с добавкой сравниваются с той же пробой, но без добавки. Величина добавки должна составлять от 50 до 150% от содержания определяемого вещества (далее - аналита) в исходной пробе. Объем добавки не должен превышать 5% от объема пробы. Если содержание аналита в исходной пробе меньше нижней границы диапазона измерений, то величина добавки должна в 2-3 раза превышать нижнюю границу диапазона измерений. Все вышеперечисленные требования устанавливаются, если нет других указаний в методике измерений.

Величину добавки ( $C_d$ , мг/дм<sup>3</sup>) в готовом растворе, рассчитывают по формуле:  $C_d = \frac{C_{ст} V_{ст}}{V_{пр}}$ , где

$C_{ст}$  – массовая концентрация аналита в стандартном образце, использованном для внесения добавки, мг/дм<sup>3</sup>;

$V_{ст}$  – объем стандартного образца, внесенного в качестве добавки, см<sup>3</sup>;

$V_{пр}$  – объем пробы с добавкой.

Результат контрольной процедуры рассчитывают по формуле:

$$K_k = IC - C_{p.n.} - C_d I, \text{ где}$$

$C$  – результат контрольного измерения массовой концентрации аналита в пробе с известной добавкой, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_{p.n.}$  – результат контрольного измерения аналита в рабочей пробе, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_d$  – величина добавки аналита, мг/дм<sup>3</sup>.

Если результат контрольной процедуры ( $K_k$ ) удовлетворяет условию  $|K_k| < K$ , процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении данного условия контрольную процедуру повторяют.

Норматив оперативного контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{(\Delta_l C_{p.n.})^2 + (\Delta_l C)^2}$$

где  $\Delta_l C_{p.n.}$ ,  $\Delta_l C$  – значения характеристик погрешности результатов измерений, соответствующие массовой концентрации элемента в пробе без добавки ( $C_{p.n.}$ ) и в пробе с добавкой ( $C$ ) соответственно, либо значения относительной расширенной неопределенности измерений ( $U$ ), тогда выражение принимает вид  $K = \sqrt{(UC_{p.n.})^2 + (UC)^2}$

Контроль стабильности результатов измерений с помощью контрольных карт.

Важнейшим инструментом контроля качества является использование контрольных карт. Контрольные карты представляют собой графики, на которые наносятся результаты измерений, обычно значения измеряемой величины для стандартного образца, или другие параметры, рассчитанные по результатам измерений: стандартные отклонения, размах, кумулятивные суммы и т.д. Контрольные карты имеют контрольные границы регулирования. Когда наносимое значение выходит за контрольную границу регулирования или серия значений проявляет необычные структуры, состояние статистической управляемости подвергается сомнению. Когда процесс статистически неуправляем, качество результатов исследований не подтверждается. В этом случае надо исследовать и обнаружить неслучайные (особые) причины, а процесс можно остановить или скорректировать.

Наиболее эффективными и часто используемыми являются контрольные карты: средних значений  $\bar{X}$ ; размахов R; кумулятивных сумм.

На рисунке 2 приведен пример контрольной карты размахов. Карта размахов, или текущих расхождений, рекомендуется для контроля стандартного отклонения повторяемости в том случае, когда методикой регламентировано получение единичного результата измерений или для методики измерения в наличии нет стабильного контрольного образца (например, при определении растворенного кислорода в воде). Повторяемость может вычисляться из размаха многократных анализов (от 2 до 5 повторений). Требуемое минимальное количество анализов для контрольной карты – 8. Для каждой серии измерений выполняется не менее одного контрольного определения. Для расчета границ регулирования применяется относительное стандартное отклонение повторяемости,  $s_r$ , установленное в лаборатории ранее.



Рисунок 2. Контрольная карта размахов.

Относительное стандартное отклонение повторяемости ( $s_r$ ) рассчитывается по формуле:  $s_{r\%} = \frac{\bar{r}}{1,128}$ .

В рассмотренном примере  $s_{r\%} = \frac{3,0}{1,128} = 2,7\%$ .

Вывод. Внутрिलाбораторный контроль должен быть частью системы качества и выполняться на регулярной основе. Результаты внутреннего контроля можно использовать несколькими способами: у аналитика будет важный инструмент качества в его повседневной работе, клиент сможет получить представление о качестве работы лаборатории, а лаборатория сможет использовать результаты для доказательства своей технической компетенции.

### Список литературы

1. Internal quality control – Handbook for chemical laboratories / H. Novid [et al.]. – Oslo [etc.] : Nordic Innovation Centre, 2011. – 46 с.
2. СТБ ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике (ISO 5725-6:1994/Cor.1:2001, IDT) : СТБ ISO 5725-6-2002 : введ. РБ 01.07.2003 – Минск : Госстандарт, 2002 – 43 с.
3. СТБ 17.13.05-23-2011/ISO 5815-2:2003 Охрана окружающей среды и природопользование. Аналитический контроль и мониторинг. Качество воды. Определение биохимического потребления кислорода после n дней (БПК<sub>n</sub>). Часть 2. Метод без разбавления проб (ISO 5815-2:2003, IDT) : СТБ 17.13.05-23-2011/ISO 5815-2:2003 : введ. РБ 01.01.2012 – Минск : Госстандарт, 2011 – 11 с.