

**Читайте и узнаете:**

- об эволюции понятия «внутрилабораторный контроль»;
- о месте внутрилабораторного контроля в системе менеджмента лаборатории;
- о том, как поставить под контроль новую методику

**КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА:**

*внутрилабораторный контроль, система менеджмента, количественный химический анализ, контрольная карта*

**Г.Р. НЕЖИХОВСКИЙ**

руководитель  
лаборатории Федерального  
государственного  
унитарного предприятия  
«Всероссийский  
научно-исследовательский  
институт метрологии  
им. Д.И. Менделеева»,  
канд. техн. наук

## ВНУТРИЛАБОРАТОРНЫЙ КОНТРОЛЬ: ТЕОРИЯ И ПРАКТИКА

Показано, как меняется роль и место внутрилабораторного контроля в системе менеджмента лаборатории, выполняющей количественные химические анализы

Опросы более полутора тысяч участников семинаров для аналитических лабораторий, организуемых в Санкт-Петербурге с середины 90-х гг., свидетельствуют о том, что внутренний контроль воспринимается как наиболее сложный элемент системы менеджмента лаборатории (другими «лидерами» опросов являются: оценка пригодности методик и управление документацией и записями). Такое отношение к внутрилабораторному контролю (ВЛК) не может объясняться дефицитом учебных пособий и рекомендаций [1-8]. Однако при переходе от теории к практике сотрудники лабораторий испытывают затруднения как при выборе видов и форм контроля, так и при реализации тех или иных его алгоритмов.

Причин тому несколько. ВЛК имеет множество аспектов и «уходит корнями» в несколько наук: метрологию, аналитическую химию, математическую статистику, науку о качестве. Как следствие —

неустоявшаяся терминология и заметный перекокс в сторону математической статистики. Еще одна весьма существенная причина в том, что обучение не поспевает за развитием представлений о месте ВЛК в системе менеджмента.

### ЭВОЛЮЦИЯ ВНУТРИЛАБОРАТОРНОГО КОНТРОЛЯ

1. Проявляется тенденция к сужению понятия «внутрилабораторный контроль»: к нему относят только те операции, которые выполняются в соответствии с принятым в лаборатории планом после внедрения методики количественного химического анализа.

При этом за рамками ВЛК остаются технически сходные операции, выполняемые при внедрении методики (для оценки пригодности или подтверждения правильности ее применения) и непосредственно в ходе анализа (в частности, для проверки приемлемости результатов параллельных определений). Таким образом, ВЛК

выступает как отдельный элемент системы менеджмента лаборатории. В ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» этот элемент раскрывается в разделе «Обеспечение качества результатов испытаний». К компетентной лаборатории предъявляются четыре основных требования: наличие процедур и плана контроля, регистрация и анализ его результатов.

2. Меняется отношение к формам ВЛК.

50 лет назад основное внимание уделялось рациональному сочетанию **оперативного, приемочного и статистического** контроля. Считалось, что оперативный контроль не является достаточным, чтобы гарантировать точность результатов анализа. При поступлении в лабораторию партии проб его дополняли приемочным контролем. И уже на этой основе принималось решение о возможности выдачи заказ-

чику результатов анализа всех проб данной партии.

Если лаборатория проводила анализ единичных проб, поступающих периодически или эпизодически, оперативный контроль дополняли статистическим, который

всем получаемым результатам показатели точности, установленные при разработке и аттестации методики. В качестве оцениваемых параметров выступали расхождения результатов анализа (измерений) в условиях повторяемости или

представлений о качестве продукции: «от соответствия к соответствию при стабильных процессах и удовлетворении требований рынка» (в данном случае продукцией является информация, передаваемая лабораторией заказчику).

3. Преобразование целей и форм ВЛК влечет за собой изменение методологии. Методы, основанные на разбавлении проб и добавлении в них аналита, позволяют выявить систематическую погрешность (смещение), обусловленную особенностями матрицы. Такая задача характерна для этапа разработки и оценки пригодности методики, тогда как при контроле стабильности важнее выявить (оценить) смещение от опорного значения, обусловленное «лабораторными» факторами: квалификацией оператора, характеристиками оборудования, временем проведения анализа. В данном контексте справедливо утверждение: на правильность анализа в значительно большей степени влияет тщательность разработки методики нежели внутрилабораторный контроль.

4. Сужение понятия ВЛК (п. 1) и переход к контролю стабильности (п. 2) меняет отношение к роли статистического контроля. Во многих случаях выводы о состоянии аналитического процесса

**Сужение понятия внутрилабораторный контроль (ВЛК) и переход к контролю стабильности меняет отношение к роли статистического контроля... Его стали рассматривать как один из возможных приемов при анализе результатов ВЛК**

осуществляли через установленные промежутки времени. Статистический контроль позволял сделать вывод о качестве результатов анализа за контрольный период. И приемочный, и статистический контроль предусматривали обработку данных, полученных при оперативном контроле, по количественному и/или альтернативному признаку. Найденные значения параметров (в первом случае это систематическая и случайная составляющие погрешности, во втором — «процент брака») сопоставлялись с установленными нормативами.

По мере распространения на методики количественного химического анализа метрологических принципов, стандартизации требований к методикам и расширения практики их аттестации, значимость оперативного контроля стала возрастать. Процедуры оперативного контроля стали описывать в методиках, с тем чтобы лаборатория эпизодически или периодически оценивала параметры аналитического процесса и в случае соответствия параметров установленным нормативам приписывала

промежуточной прецизионности, а также их отклонения от соответствующих опорных значений. Такой оперативный контроль называли также **контролем соответствия**, рассматривая его как аналог поверки средств измерений.

В последние десятилетия (особенно после введения в действие ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6») лаборатории, выполняющие большой объем аналитических работ, предпочитают контролировать стабильность результатов, применяя контрольные карты. **Контроль стабильности по контрольным картам** позволяет не только получать оперативную информацию о параметрах аналитического процесса и их соответствии нормативам, но и визуально отслеживать динамику изменений параметров, с тем чтобы своевременно осуществлять необходимые действия для предупреждения негативных ситуаций или для улучшения процесса.

Распространение такой формы контроля отражает эволюцию

**Часто на правильность анализа в значительно большей степени влияет тщательность разработки методики нежели внутрилабораторный контроль**

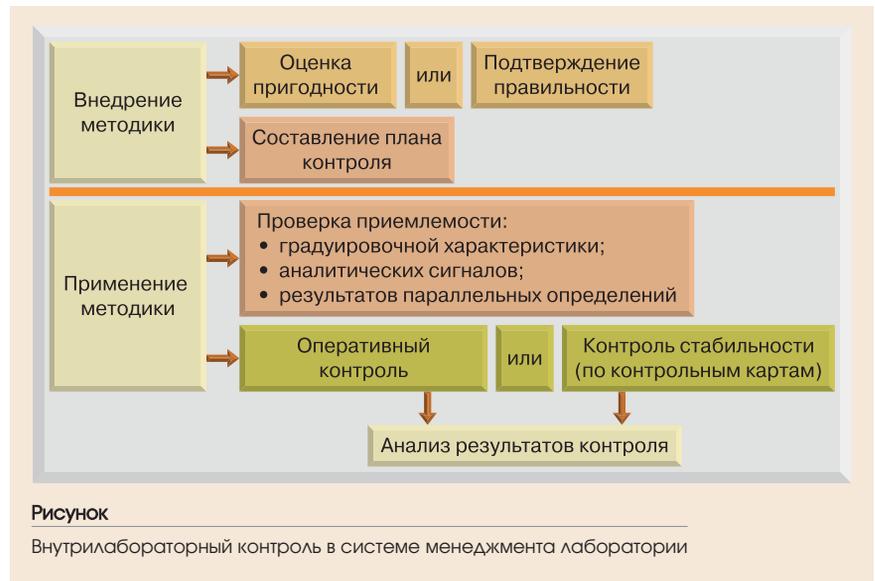
могут быть сделаны и без специальной обработки результатов оперативного контроля (например, когда имеется большой запас точности измерений по отношению к нормам и нет необходимости в ее повышении). В связи с этим статистический контроль стали рассматривать как один из возможных приемов при **анализе результатов ВЛК**. Целью такого анализа является оценка не только качества работы по данной методике за определенный период деятельности лаборатории, но и эффективности ВЛК, а также выработка предложений по частоте контроля, изменению нормативов, проведению предупреждающих действий и др.

Если при анализе результатов контроля выявляется существенный запас точности, то лаборатория может претендовать на улучшение ранее установленных метрологических характеристик методики. Однако подобная возможность из-за строгости законодательных норм реализуется нечасто. Так, в сфере госрегулирования обеспечением единства измерений метрологические характеристики методики могут быть изменены только путем ее повторной аттестации. На практике это сопровождается изменением документа, регламентирующего методику измерений, что для аккредитованной лаборатории выливается в необходимость повторной аккредитации.

Изложенные выше представления о месте ВЛК в системе менеджмента лаборатории продемонстрированы на *рисунке*.

### ПОСТАНОВКА ПОД КОНТРОЛЬ НОВОЙ МЕТОДИКИ

Применению новой методики в лаборатории предшествует оценка



Рисунок

Внутрилабораторный контроль в системе менеджмента лаборатории

ее пригодности (валидация) или подтверждение правильности ее применения. Вторая процедура выбирается для широко распространенных стандартизованных методик, а также для методик, аттестованных в соответствии с № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений».

На этапе внедрения методика «ставится под контроль», а именно:

- выбираются контролируемые параметры, условия и формы контроля;
- готовятся средства контроля;
- вычисляются нормативы;
- принимается решение о частоте контрольных процедур;
- методика включается в план ВЛК;
- устанавливаются сроки проведения анализа результатов контроля и ответственный исполнитель.

В соответствии с планом ВЛК проводится оперативный контроль или контроль стабильности (включающий операции оперативного контроля). В план ВЛК нет необходимости включать операции проверки приемлемости

градуировочной характеристики, аналитических сигналов, результатов параллельных определений, которые могут быть предусмотрены методикой. Такие проверки проводятся в обязательном порядке в ходе каждого анализа (каждой градуировки), тогда как процедуры ВЛК ориентированы на аналитический процесс (методику, совокупность количественного химического анализа).

### ПОСТСКРИПТУМ

1. Примером того, как быстро устаревают рекомендации по ВЛК, может служить ГОСТ Р 51232-98 «Вода питьевая. Общие требования к методам контроля качества», который 16 лет назад казался (и был!) очень полезным. Устарели рекомендации об оперативном контроле методом добавок (п. 5.4), о статистическом контроле (п. 5.6), об алгоритмах расчета характеристик погрешности (приложение В), о согласовании системы ВЛК с органом по аккредитации (п. 5.7).

2. Перемены обычно сопряжены с неудобствами, с обилием мнений и точек зрения. Автор приветству-

ет обсуждения любых проблем, связанных с ВЛК. Исчерпана (очень хочется на это надеяться) лишь тема согласования системы ВЛК с органом по аккредитации.

#### Использованная литература

1. Катеман Г., Пийперс Ф.В. Контроль качества химического анализа. — Челябинск: Metallurgia. — 1989. — 448 с.
2. Буйташ П., Кузьмин Н.М., Лейстнер Л. Обеспечение качества результатов химического анализа. — М.: Наука. — 1993. — 167 с.
3. Причард Э., Барвик В. Контроль качества в аналитической химии // Пер. с англ. под ред. И.В. Болдырева. — СПб.: ЦОП «Профессионал». — 2011. — 320 с.
4. Дворкин В.И. Метрология и обеспечение качества химического анализа. — М.: Издательство МИТХТ. — 2014. — 424 с.
5. Терещенко А.Г., Пикула Н.П., Толстихина Т.В. Внутривлабораторный контроль качества результатов анализа с использованием лабораторной информационной системы. — М.: БИНОМ. Лаборатория знаний. — 2012. — 312 с.
6. РМГ 76-2004 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.
7. ОСТ 41-08-214-04 Управление качеством аналитических работ. Внутренний лабораторный контроль точности (правильности и прецизионности) результатов количественного химического анализа твердых негорючих полезных ископаемых и продуктов их переработки.
8. МР 18.1.04-2005 Внутривлабораторный контроль качества результатов анализа объектов окружающей среды (СПБ, Центр исследований и контроля воды). [ККП]