



## Внутрішньолабораторний контроль якості результатів калібрування

В.Г. Васильєва, Г.А. Примакова, Л.М. Домненко, А.О. Меженський

Державний науково-дослідний інститут з лабораторної діагностики та ветеринарно-санітарної експертизи,  
вул. Донецька, 30, 03151, Київ, Україна  
vasileva.vika1268@gmail.com

### Анотація

Статтю присвячено питанням внутрішньолабораторного контролю якості вимірювань у калібрувальній лабораторії. Це є важливим для контролю та підтримання належної калібрувальної спроможності лабораторії. На сьогодні існують нормативні документи, в яких описано методи контролю внутрішніх показників якості аналітичних вимірювань. Проаналізувавши всі можливі варіанти порівняння показників якості результатів вимірювання з критичними значеннями в аналітичних лабораторіях та адаптувавши їх до особливостей вимірювання у калібрувальній лабораторії, продемонстровано методи визначення критичних меж при порівняльних вимірюваннях в умовах повторюваності та проміжної прецизійності.

Невизначеність вимірювання при калібруванні складається із ефектів невизначеності, які вносять: еталонне обладнання, випробувальне обладнання, оператор, який проводить калібрування, зовнішні умови, методика калібрування та розрахунку, засіб вимірювальної техніки (ЗВТ), який підлягає калібруванню. Виходячи із загальновідомої практики, калібрувальна спроможність лабораторії має бути у три-п'ять разів меншою, ніж невизначеність тих ЗВТ, які калібрує ця лабораторія. Для підтримання такого рівня калібрувальної спроможності потрібно вчасно калібрувати еталони та випробувальне обладнання (проводити внутрішнє перевіряння випробувального обладнання), валідувати методику калібрування, брати участь у міжлабораторних звіреннях для визначення лабораторного зміщення та проводити внутрішньолабораторний контроль показників якості результатів вимірювання при калібруванні.

Запропоновано декілька методів внутрішньолабораторного контролю результатів вимірювання у калібрувальній лабораторії, а саме оцінку узгодженості результатів вимірювання при калібруванні в умовах проміжної прецизійності зі змінними факторами "оператор", "час" та визначення меж повторюваності.

**Ключові слова:** внутрішньолабораторний контроль, повторюваність, прецизійність, проміжна прецизійність, критичні межі.

Отримано: 10.12.2018

Відредаговано: 19.12.2018

Схвалено до друку: 26.12.2018

### Вступ

На сьогодні внутрішній контроль якості результатів вимірювання є суттєвим як для випробувальних, так і для калібрувальних лабораторій, а також це одна з вимог ДСТУ ISO/IEC 17025 [1] до лабораторій, які претендують на підтвердження своєї компетентності.

Такий контроль дає змогу лабораторіям перевіряти свою вимірювальну (калібрувальну) спроможність та застосовувати коригувальні дії для забезпечення належної точності вимірювання.

### Аналіз літературних даних і постановка проблеми

Внутрішньолабораторний контроль є елементом системи контролю та управління якістю результатів вимірювання, спрямованим на експериментальне підтвердження достовірності результатів вимірювання у рамках однієї лабораторії.

У роботі [2] внутрішньолабораторний контроль розглядається як елемент системи забезпечення єдності результатів випробувань, під час якого здійснюється як попереджувальний (попередній) контроль, так і контроль прийнятності результатів.

У нормативних документах [3–5] методи внутрішнього контролю якості результатів вимірювання адаптовані до вимірювань, які були отримані експериментальним шляхом, що не дає можливості безпосередньо застосовувати їх у калібрувальних лабораторіях, тому необхідно, базуючись на цих методах, розробити методи контролю перевірки розбіжності результатів вимірювань при калібруванні. Детальний внутрішньолабораторний контроль, на прикладі результатів калібрування дозатора піпеткового одноканального з повітряною подушкою, описано в роботі [6].

**Мета та завдання дослідження**

Метою роботи є запропонування методів контролю оцінки якості результатів калібрування, які можна застосувати у повсякденній практиці калібрувальної лабораторії. Наведено розрахунок показників якості в калібрувальній лабораторії в умовах повторюваності та проміжної прецизійності зі змінними факторами "оператор" та "час".

**Оцінка внутрішніх показників якості в калібрувальній лабораторії**

Способи оцінки якості результатів калібрування, запропоновані у цій публікації, були розроблені на базі калібрувальної лабораторії, яка проводить калібрування засобів вимірювальної техніки маси, об'єму та температури. Ці методи контролю адаптовані до калібрувальних задач лабораторії.

Перед тим як застосовувати той чи інший спосіб оцінки якості результатів калібрувань, перевіряють отримані вибірки на наявність викидів, застосовуючи критерій Кохрена – критерій внутрішньолабораторної зміни [7].

**Перевірка узгодженості результатів калібрування в умовах повторюваності**

Ця перевірка полягає у порівнянні стандартної невизначеності різниці двох вибірок із критичною різницею цих вибірок [4, 8].

У лабораторії в умовах повторюваності оператор виконує дві групи вимірювань відповідно до методики калібрування, але в цьому випадку кількість значень у вибірці доцільно збільшити для зменшення внутрішньолабораторної невизначеності (не менше 5 значень) [9].

Стандартну невизначеність різниці середніх значень двох вибірок обчислюють за формулою (1):

$$u = \sqrt{u_r^2 \cdot \left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}\right)}, \quad (1)$$

де  $n_1$  – об'єм першої вибірки,  $n_1 \geq 10$ ;  $n_2$  – об'єм другої вибірки,  $n_2 \geq 10$ ;  $u_r$  – стандартна невизначеність повторюваності (2), яка дорівнює

$$u_r = \sqrt{u_1^2 + u_2^2}, \quad (2)$$

де  $u_1$  – невизначеність першої вибірки;  $u_2$  – невизначеність другої вибірки.

Критичну різницю (3) при довірчій імовірності 95 % для середніх значень двох вибірок визначають наступним чином:

$$CD = 2,8 \cdot u_r \sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}}. \quad (3)$$

Висновок щодо узгодженості або неузгодженості результатів вимірювання роблять, виходячи з нерівностей (4), (5):

$$|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| < CD, \quad (4)$$

$$|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| > CD, \quad (5)$$

де  $\bar{y}_1$  – середнє значення першої вибірки;  $\bar{y}_2$  – середнє значення другої вибірки.

Якщо виконується нерівність (4), то результати вимірювань при калібруванні є узгодженими, якщо виконується нерівність (5) – неузгодженими.

**Перевірка узгодженості результатів калібрування в умовах проміжної прецизійності**

Запропонований метод контролю якості результатів вимірювання під час калібрування ЗВТ полягає у визначенні повторюваності та проміжної прецизійності зі змінними факторами "оператор", "час" (далі – внутрішньолабораторна прецизійність) та порівнянні цих оцінок із вимогами виробника, використовуючи критерій узгодженості Пірсона ( $\chi^2$ ).

Для формування вибірки результатів вимірювання два оператори виконують вимірювання протягом не менше 5 днів.

Вимірювання проводять серіями згідно з процедурою калібрування відповідного ЗВТ.

У кожній серії два оператори послідовно виконують не менше ніж по 10 вимірювань. Проміжок часу між вимірюваннями першого і другого оператора не повинен перевищувати дві години. Інтервал між серіями – не менше ніж дві години [10].

Оцінку повторюваності  $S_r$  обчислюють за формулою (6):

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^1 \sum_{j=1}^2 (X_{ij1} - X_{ij2})^2}{4I}}, \quad (6)$$

де  $I$  – кількість днів;  $X_{ij1}$  – результат, отриманий 1-м оператором, серія  $j$ , день  $i$ ;  $X_{ij2}$  – результат, отриманий 2-м оператором, серія  $j$ , день  $i$ .

Проміжні дані та розрахунки заносять до таблиці.

	Серія 1			Серія 2			
День №	$X_{i11}$	$X_{i12}$	$\bar{X}_{1i}$	$X_{i21}$	$X_{i22}$	$\bar{X}_{2i}$	$\bar{X}_i$
1	$X_{111}$	$X_{112}$	$\bar{X}_{11}$	$X_{121}$	$X_{122}$	$\bar{X}_{21}$	$\bar{X}_1$
2	$X_{211}$	$X_{212}$	$\bar{X}_{12}$	$X_{221}$	$X_{222}$	$\bar{X}_{22}$	$\bar{X}_2$
⋮							
i	$X_{i11}$	$X_{i12}$	$\bar{X}_{1i}$	$X_{i21}$	$X_{i22}$	$\bar{X}_{2i}$	$\bar{X}_i$

У таблиці позначено:

$X_{i11}$  — результат, отриманий 1-м оператором, серія 1, день  $i$ ;

$X_{i12}$  — результат, отриманий 2-м оператором, серія 1, день  $i$ ;

$\overline{X_{i1}}$  — середній результат 1-ої серії за день;

$X_{i21}$  — результат, отриманий 1-м оператором, серія 2, день  $i$ ;

$X_{i22}$  — результат, отриманий 2-м оператором, серія 2, день  $i$ ;

$\overline{X_{i2}}$  — середній результат 2-ої серії за день;

$\overline{X_i}$  — середній результат за день.

Оцінка внутрішньолабораторної прецизійності  $S_T$  розраховується за формулою (7) середньоквадратичного відхилення:

$$S_T = \sqrt{S_{dd}^2 + S_{\pi}^2 + S_r^2}, \quad (7)$$

де  $S_{dd}$  — оцінка середньоквадратичного відхилення між днями;  $S_{\pi}$  — оцінка середньоквадратичного відхилення між серіями.

Оскільки оцінку прецизійності порівнюють із вимогами виробника щодо точності ЗВТ, використовуючи критерій узгодженості Пірсона ( $\chi^2$ ), то як вимогу виробника використовують середньоквадратичне відхилення, зазначене в документації на ЗВТ, або стандартну невизначеність, отриману під час первинного калібрування ЗВТ. Показники повторюваності та прецизійності порівнюються окремо.

Критерій узгодженості Пірсона ( $\chi^2$ ) (8) дорівнює

$$\chi^2 = \frac{S_r^2 \cdot R}{\sigma_m^2}, \quad (8)$$

де  $R$  — загальна кількість серій, яка дорівнює кількості серій, проведених за п'ять чи більше днів

[10];  $\sigma_m^2$  — середньоквадратичне відхилення відповідно до вимог виробника.

Розрахований  $\chi^2$  порівнюють зі значенням із статистичної таблиці критерію Пірсона [10], використовуючи верхню 95 % критичну величину з  $R$  ступенями свободи, та роблять висновок щодо прийнятності результатів вимірювань при калібруванні.

## Висновки

У роботі подано способи оцінки якості результатів вимірювання під час внутрішнього контролю в калібрувальній лабораторії, які можна застосовувати, використовуючи тільки стандартизовані або валідовані методики калібрування.

Оперативний контроль узгодженості результатів вимірювань в умовах повторюваності дає змогу визначити наявність систематичних ефектів та усунути їх. Його ефективність залежить від внутрішньолабораторної невизначеності та дотримання умов повторюваності.

Статистичний контроль показників повторюваності та проміжної прецизійності є довготривалим, оскільки критерій узгодженості Пірсона має достатню потужність тільки на вибірках великого об'єму. Критерій  $\chi^2$  використовується для порівняння оцінок, отриманих при внутрішньолабораторному контролі з вимогами виробника. За результатами такого дослідження можна зробити висновок щодо стабільності та прийнятності результатів вимірювання у калібрувальній лабораторії, а також оцінити кваліфікацію операторів та умови, в яких проводять калібрування.

Питання внутрішньолабораторного контролю результатів вимірювання у калібрувальних лабораторіях є актуальним та нагальним і потребує подальшого дослідження та розроблення узагальненої методики.

## Внутрилабораторный контроль качества результатов калибровки

В.Г. Васильева, Г.А. Примакова, Л.Н. Домненко, А.А. Меженский

Государственный научно-исследовательский институт по лабораторной диагностике и ветеринарно-санитарной экспертизе, ул. Донецкая, 30, 03151, Киев, Украина  
vasileva.vika1268@gmail.com

### Аннотация

Рассматриваются вопросы внутрилабораторного контроля качества измерений в калибровочной лаборатории. Это важно на этапе контроля и поддержания на надлежащем уровне калибровочной возможности лаборатории. На сегодня существуют нормативные документы, которые описывают методы контроля внутренних показателей

качества аналитических измерений. Проанализировав все возможные варианты, сравнения показателей качества результатов измерения с критическими значениями в аналитических лабораториях и адаптировав их к особенностям измерения в калибровочной лаборатории, в публикации продемонстрированы методы определения критических границ при сравнительных измерениях в условиях повторяемости и промежуточной прецизионности.

Неопределенность измерения при калибровке состоит из эффектов неопределенности, которые вносят: эталонное оборудование, испытательное оборудование, оператор, который проводит калибровку, условия окружающей среды, методика калибровки и расчета, калибруемое средство измерительной техники (СИТ). Исходя из общеизвестной практики, калибровочная возможность лаборатории должна быть в три-пять раз меньше, чем неопределенность СИТ, которые калибрует лаборатория. Для сохранения такого уровня калибровочной возможности нужно вовремя проводить калибровку эталонов и испытательного оборудования, валидировать методики калибровки, участвовать в межлабораторных испытаниях и проводить внутрилабораторный контроль качества результатов измерения при калибровке.

Предложено несколько методов внутрилабораторного контроля результатов измерения в калибровочной лаборатории, а именно оценку согласованности результатов измерения при калибровке в условиях промежуточной прецизионности со сменными факторами “оператор”, “время” и определение границ повторяемости.

**Ключевые слова:** внутрилабораторный контроль, повторяемость, прецизионность, промежуточная прецизионность, критические границы.

## Intralaboratory quality control of calibration results

V.H. Vasylieva, H.A. Prymakova, L.M. Domnenko, A.O. Mezhenkyi

*State Scientific and Research Institute of Laboratory Diagnostics and Veterinary and Sanitary Expertise, Donetska Str., 30, 03151, Kyiv, Ukraine*  
*vasileva.vika1268@gmail.com*

### Abstract

The article is devoted to the issues of intralaboratory control of measurement results in a calibration laboratory. This is highly important in controlling and supporting the relevant calibration capability of the laboratory. Up to now, there are normative documents, which describe methods for controlling internal quality indicators of analytical measurements. After analyzing all possible options of comparing the quality indicators of the measurement results with critical values in the analytical laboratories and adapting them to the measurement features of the calibration laboratory, the methods of determining the critical limits for comparative measurements in the conditions of repeatability and intermediate precision are demonstrated.

Measurement uncertainty in calibration consists of uncertainty effects introduced by reference equipment, test equipment, calibration operator, external conditions, calibration and calculation method, measuring instrument (MI), which is to be calibrated. Proceeding from the well-known practice, the calibration capability of the laboratory should be three to five times smaller than the uncertainty of MIs being calibrated by this laboratory. In order to maintain such a level of calibration, it is necessary to perform timely calibrations of the measurement standards and test equipment (to carry out internal testing of test equipment), validate calibration methods, participate in interlaboratory comparisons in order to determine laboratory bias and perform intralaboratory control of the quality indicators of measurement results in calibration.

Several methods of intralaboratory control of measurement results in a calibration laboratory are proposed, namely, the evaluation of consistency of the measurement results in calibration in conditions of intermediate precision with variable factors “operator”, “time” and determination of the limits of repeatability.

**Keywords:** intralaboratory control, repeatability, precision, intermediate precision, critical limits.

### Список літератури

1. ДСТУ ISO/IEC 17025:2017. Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій [Чинний від 2018–01–01]. Київ: УкрНДНЦ, 2017. 30 с.
2. Володарский Е.Т., Кошевая Л.А., Раковец Н.А. Внутрिलाбораторный контроль качества. Современные подходы. *Інформаційні технології та комп'ютерна інженерія*. 2010. № 3. С. 95–101.
3. ДСТУ ГОСТ ISO 5725–3:2005. Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 3. Проміжні показники прецизійності стандартного методу вимірювання [Чинний від 2006–07–01]. Київ: Держстандарт України, 2006. 40 с.
4. ДСТУ ГОСТ ИСО 5725–6:2005. Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 6. Використання значень точності на практиці [Чинний від 2006–07–01]. Київ: Держстандарт України, 2006. 54 с.
5. ДСТУ-Н РМГ 76:2008. Метрологія. Внутрішній контроль якості кількісного хімічного аналізу [Чинний від 2009–01–01]. Київ: Держспоживстандарт України, 2009. 156 с.
6. Васильєва В.Г., Примакова Г.А., Домненко Л.М., Меженський А.О. Внутрішньолабораторний контроль якості результатів вимірювання. *Метрологія та вимірювальна техніка*: тези доп. XI Міжнар. наук. — техн. конф. (Харків, Україна, 9–11 жовтня 2018). Харків, 2018. С. 51.
7. ДСТУ ГОСТ ИСО 5725–2:2005. Точність (правильність і прецизійність) методів і результатів вимірювання. Частина 2. Основний метод визначення повторюваності і відтворюваності стандартного методу вимірювання [Чинний від 2006–07–01]. Київ: Держстандарт України, 2006. 49 с.
8. Володарский Е.Т., Кошевая Л.А. Технические аспекты аккредитации испытательных лабораторий: монография. Винница: ВНТУ, 2013. 271 с.
9. ДСТУ ГОСТ ИСО 5725–1:2005. Точність (правильність і прецизійність) методів і результатів вимірювання. Частина 1. Основні положення та визначення [Чинний від 2006–07–01]. Київ: Держстандарт України, 2006. 31 с.
10. NCCLS. Evaluation of Precision Performance of Quantitative Measurement Methods. Approved Guideline – Second Edition. NCCLS document EP5-A2 (ISBN1–56238–542–9). Pennsylvania 19087–1898, USA, 2004. 40 p.

### References

1. State Standard 17025:2017. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Kyiv, SE “UkrNDNC” Publ., 2017. 30 p. (in Ukrainian).
2. Volodarskiy E., Koshevaya L., Rakovets N. Vnutrilaboratornyj kontrol' kachestva. Sovremennye podhody [Intralaboratory Quality Control. Modern Approaches]. *Information Technology and Computer Engineering*, 2010, no. 3, pp. 95–101 (in Russian).
3. State Standard 5725–3:2005. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 3. Alternative designs for accuracy studies. Kyiv, State Standard of Ukraine, 2006. 40 p. (in Ukrainian).
4. State Standard 5725–6:2005. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 6. Use in practice of accuracy values. Kyiv, State Standard of Ukraine, 2006. 54 p. (in Ukrainian).
5. State Standard 76:2008. Metrology. Internal control of quantitative chemical analysis result's accuracy. Kyiv, State Committee for Technical Regulation and Consumer Policy, Ukraine, 2009. 156 p. (in Ukrainian).
6. Vasylijeva V., Prymakova H., Domnenko L., Mezhen'skiy A. Vnutrishn'olaboratornij kontrol' yakosti rezul'tativ vimiryuvannya [Within-laboratory Quality Control of Calibration Results]. *Metrology and Measuring Technique*: theses of the reports of the XI International Scientific and Technical Conference. Kharkiv, 2018, p. 51 (in Ukrainian).
7. State Standard 5725–2:2005. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability of a standard measurement method. Kyiv, State Standard of Ukraine, 2006. 49 p. (in Ukrainian).
8. Volodarskiy E., Koshevaya L. *Tekhnicheskie aspekty akkreditacii ispytatel'nyh laboratorij* [Technical Aspects of Accreditation Testing Laboratories]. Vinnytsia, VNTY Publ., 2013. 271 p. (in Russian).
9. State Standard 5725–1:2005. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 1. General principles and definitions. Kyiv, State Standard of Ukraine, 2006. 31 p. (in Ukrainian).
10. NCCLS. Evaluation of Precision Performance of Quantitative Measurement Methods. Approved Guideline – Second Edition. NCCLS document EP5-A2 (ISBN1–56238–542–9). Pennsylvania 19087–1898, USA, 2004. 40 p.