

Терещенко А.Г., Пикула Н.П. Внутрिलाбораторный контроль качества результатов химического анализа. - Томск: СТТ, 2017. – 266 с.

В книге рассмотрены основные этапы работ по организации внутреннего контроля качества результатов химического анализа в испытательных лабораториях. Издание предназначено для слушателей курсов по повышению квалификации, сотрудников испытательных аналитических лабораторий, а также для преподавателей и студентов химических и химико-технологических направлений вузов и колледжей.

Основной задачей любой химической, аналитической или испытательной лаборатории является получение достоверных, точных, правильных, воспроизводимых результатов количественного определения содержания компонентов в пробах анализируемых объектов. Внедрение международных требований в практику лабораторий предопределено документами по стандартизации: ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» и ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений». Введение этих стандартов повлекло за собой корректировку работ по внутреннему лабораторному контролю показателей качества результатов измерений, которое является основой для обеспечения необходимой точности анализа при реализации методик измерений в конкретной аналитической испытательной лаборатории. Реализация этих требований нашла отражение в РМГ 76-2014 «ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа», вступившего в действие с 2016 года взамен РМГ 76-2004. Хотя контроль по проверке качества результатов измерений в той или иной мере ведет любая лаборатория, с введением шести частей стандарта ГОСТ Р ИСО 5725-2002 этот контроль является обязательным для аккредитованных лабораторий.

Внутрिलाбораторный контроль можно назвать разделом аналитической химии, соприкасающимся с метрологией, со статистическими методами анализа, с системой менеджмента качества лаборатории. Работа аккредитованных лабораторий в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725 и РМГ 76 ведет к большей ответственности лабораторий за качество результатов своих анализов, поэтому лабораториям приходится больше тратить время на обеспечение точности и достоверности своих результатов анализа. Однако варианты решения задач контроля, отраженных в ГОСТ Р ИСО 5725 и РМГ 76, достаточно сложны для восприятия с первого прочтения.

Настоящее издание в какой-то мере помогает освоить материал по внедрению основных этапов и процедур внутреннего контроля в практику

лабораторий. В первых трех разделах рассмотрены основные термины, понятия, а также виды и этапы работ по организации внутрилабораторного контроля согласно требованиям документов по стандартизации, которые мы ранее называли нормативными документами.

Четвертый раздел посвящен вопросам автоматизации внутрилабораторного контроля с использованием лабораторной информационной системы (ЛИС) «Химик-аналитик», имеющей широкое распространение в России. Описывается сама ЛИС и примеры её использования при оперативном контроле, при построении карт Шухарта. Пятый раздел представляет собой детальные методические рекомендации по разным вопросам, возникающим при начальном знакомстве с алгоритмами ВЛК, с работой ЛИС "Химик-аналитик", у сотрудников испытательных лабораторий, не проходивших обучение по внутрилабораторному контролю. Поэтому с этим разделом книги можно знакомиться прямо, не заглядывая в предыдущие. На примере алгоритма с применением метода добавок описаны все те «мелочи», с которыми сталкиваются сотрудники лабораторий при практической реализации алгоритмов, без обращения к другим разделам книги, в которых эти же вопросы так же затронуты.

Оглавление

| | |
|---|-----------|
| Обозначения и сокращения | 3 |
| Введение | 8 |
| Глава 1. Химический анализ и его качество. | 10 |
| 1.1. Проблема качества химического анализа и компетентности лаборатории | 10 |
| 1.1.1. Исторический аспект становления качества химического анализа | 10 |
| 1.1.2. Химико-аналитические лаборатории | 12 |
| 1.1.3. Оценка состояния измерений и аккредитация лабораторий | 13 |
| 1.1.4. Федеральный государственный метрологический надзор | 15 |
| 1.2. Метрологическое обеспечение количественного химического анализа | 18 |
| 1.3. Количественный химический анализ и аналитический контроль | 25 |
| 1.3.1. Основные термины и определения | 25 |
| 1.3.2. Специфические особенности количественного химического анализа | 28 |
| 1.4. Метрологические характеристики в аналитическом контроле | 29 |
| 1.4.1. Основные термины и определения | 29 |

| | |
|--|-----------|
| 1.4.2. Погрешность и неопределенность измерений и причины их возникновения | 34 |
| 1.4.3. Характеристики погрешности методики анализа и их составляющие | 38 |
| 1.4.4. Бюджет неопределенности методики измерений | 41 |
| 1.4.5. Формы представления показателей качества методики анализа | 44 |
| 1.4.6. Характеристики погрешности результатов анализа (измерений) | 48 |
| Глава 2. Внедрение и использование методики анализа в лаборатории | 53 |
| 2.1. Жизненный цикл методики анализа | 53 |
| 2.2. Этап внедрения методик анализа в жизненном цикле методики | 57 |
| 2.3. Расчетный способ оценивания метрологических характеристик | 59 |
| 2.4. Экспериментальные методы оценивания метрологических характеристик результатов анализа в лаборатории | 65 |
| 2.5. Использование методики химического анализа в лаборатории | 70 |
| 2.5.1. Способы получения результата химического анализа | 70 |
| 2.5.2. Оценка приемлемости результатов параллельных определений | 72 |
| 2.5.3. Представление результатов анализа в протоколах | 74 |
| 2.5.4. Виды лабораторных журналов | 77 |
| 2.5.5. Контроль метрологических характеристик методики анализа | 83 |
| Глава 3. Внутрिलाбораторный контроль качества результатов количественного химического анализа | 84 |
| 3.1. Качество результатов анализа | 84 |
| 3.1.1. Качество и обеспечение качества результатов анализа | 84 |
| 3.1.2. Контроль и управление качеством результатов анализа | 85 |
| 3.1.3. Организация внутренних проверок и внутрिलाбораторного контроля | 88 |
| 3.1.4. Оперативный контроль процедуры анализа | 89 |
| 3.2. Контроль стабильности результатов анализа | 97 |
| 3.2.1. Основные формы контроля стабильности | 97 |
| 3.2.2. Серия результатов анализа контрольных процедур, ее элементы и выбор алгоритмов контроля | 98 |
| 3.2.3. Контрольные карты Шухарта | 106 |
| 3.2.4. Примеры построения контрольных карт Шухарта | 110 |
| 3.2.5. Периодическая проверка подконтрольности процедуры | |

| | |
|--|------------|
| анализа | 123 |
| 3.2.6. Выборочный статистический контроль по альтернативному признаку | 126 |
| 3.3. Организация планирования внутрилабораторного контроля | 127 |
| 3.4. Взаимосвязь процедур внутрилабораторного контроля и проверки стабильности градуировочных характеристик | 129 |
| Глава 4. Использование ЛИС "Химик-аналитик" для организации внутрилабораторного контроля качества результатов | 131 |
| 4.1. Общие сведения ЛИС "Химик-аналитик" | 131 |
| 4.1.1. Общая характеристика ЛИС/ЛИУС "Химик-аналитик" | 132 |
| 4.1.2. ЛИС "Химик-аналитик" для ВЛК | 134 |
| 4.1.3. Термины в ЛИС "Химик-аналитик" | 135 |
| 4.1.4. Структура ЛИС "Химик-аналитик для ВЛК" | 138 |
| 4.1.5. Защита информации | 139 |
| 4.1.6. Структура справочников и журналов, участвующих в ВЛК | 141 |
| 4.2. Планирование отдельной серии контрольных процедур | 148 |
| 4.2.1. Исходная информация для планирования | 148 |
| 4.2.2. Разработка плана использования ЛИС при реализации отдельной серии результатов анализа контрольных процедур | 149 |
| 4.3. Оперативный контроль процедуры анализа с применением образцов для контроля. Пример №1 | 152 |
| 4.3.1. Исходные данные | 152 |
| 4.3.2. Использование существующих записей в справочниках | 154 |
| 4.3.3. Создание серии контрольных процедур для оперативного контроля | 157 |
| 4.3.4. Ввод результатов анализа в лабораторный журнал | 158 |
| 4.3.5. Вставка результатов анализа из лабораторного журнала в журнал "Контрольные процедуры 2.1" | 160 |
| 4.3.6. Создание контрольной процедуры в журнале "Контрольные процедуры 2.1" | 164 |
| 4.3.7. Представление результатов оперативного контроля в виде документов лаборатории | 165 |
| 4.4. Ввод исходных данных в справочники, журналы и построение карты Шухарта для контроля точности, внутрилабораторной прецизионности и повторяемости с использованием образцов для контроля. Пример №2 | 166 |
| 4.4.1. Исходные данные | 166 |
| 4.4.2. Справочник "Объекты анализа" ЛИС "Химик-аналитик" | 168 |
| 4.4.3. Справочник "Методики анализа" | 169 |

| | |
|--|------------|
| 4.4.4. Справочник "Контрольные точки" | 172 |
| 4.4.5. Справочник "Алгоритмы контроля ВЛК 2.1" | 173 |
| 4.4.6. Справочник "Лаборатории" | 175 |
| 4.4.7. Работа с лабораторными журналами | 175 |
| 4.4.8. Журнал "Контрольные процедуры 2.1" | 177 |
| 4.4.9. Создание документа ЛИС | 184 |
| 4.5. Контроль точности с применением метода разбавления совместно с методом добавок. Пример №3 | 187 |
| 4.5.1. Исходные данные | 187 |
| 4.5.2. Создание записи для серии контрольных процедур | 188 |
| 4.5.3. Ввод данных в лабораторные журналы и формирование контрольных процедур | 189 |
| 4.6. Оценка экономической эффективности ЛИС "Химик-аналитик" для внутрилабораторного контроля | 191 |
| Глава 5. Детальное рассмотрение примеров по алгоритмам внутри-лабораторного контроля | 194 |
| 5.1. Общие положения ВЛК | 194 |
| 5.1.1. Взаимосвязь оперативного контроля и контроля стабильности | 194 |
| 5.1.2. Планирование процедур оперативного контроля | 195 |
| 5.1.3. Планирование процедур для построения карт Шухарта | 196 |
| 5.1.4. Расчет минимального числа процедур, необходимых для оценки показателей качества результатов анализа на новый период | 199 |
| 5.1.5. Расчет показателей точности результатов анализа на новый период | 200 |
| 5.1.6. Тревожные признаки контрольных карт для контроля точности | 202 |
| 5.2. Алгоритм с применением метода добавок. Общая характеристика. Оперативный контроль | 204 |
| 5.2.1. Общая характеристика алгоритма | 204 |
| 5.2.2. Описание процедуры выполнения оперативного контроля с использованием алгоритма с применением метода добавок, когда проба и добавка являются растворами | 204 |
| 5.2.3. Пример выполнения оперативного контроля процедуры анализа по алгоритму с применением метода добавок. Питьевая вода, добавка на основе ГСО в виде раствора | 209 |
| 5.2.4. Особенности приготовления пробы с твердой добавкой реактива | 213 |

| | |
|---|-----|
| 5.3. Пример реализации алгоритма с применением метода добавок в приведенных величинах | 214 |
| 5.4. Пример построения карты Шухарта (метод добавок) в относительных величинах, расчеты и отражение расчетов в ЛИС "Химик-аналитик" | 220 |
| 5.4.1. Исходные данные: методика, алгоритм, результаты анализов | 220 |
| 5.4.2. Порядок заполнения ЛИС "Химик-аналитик" для создания серии контрольных процедур | 223 |
| 5.4.3. Обработка и представление результатов по серии контрольных процедур в ЛИС | 224 |
| Приложение (Вопросы и ответы по ВЛК) | 248 |
| Литература | 255 |