

**Терещенко А.Г., Пикула Н.П. Внутрिलाбораторный контроль качества результатов химического анализа: учеб. пособ. – 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 объектах. 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 внутрिलाбораторного контроля согласно требованиям документов по стандартизации, которые мы ранее называли нормативными документами.

Четвертый раздел посвящен вопросам автоматизации внутрिलाбораторного 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 внутрिलाбораторному контролю. Поэтому с этим разделом книги можно знакомиться прямо, не заглядывая в предыдущие. На примере алгоритма с добавкой 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
<b>Глава 1. Химический анализ и его качество.</b>	<b>10</b>
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
<b>Глава 2. Внедрение и использование методики анализа в лаборатории</b>	<b>53</b>
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
<b>Глава 3. Внутрिलाбораторный контроль качества результатов количественного химического анализа</b>	<b>84</b>
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
<b>Глава 4. Использование ЛИС "Химик-аналитик" для организации внутрилабораторного контроля качества результатов</b>	<b>131</b>
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
<b>Глава 5. Детальное рассмотрение примеров по алгоритмам внутрилабораторного контроля</b>	<b>194</b>
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