

# ОСНОВЫ ХИМИЧЕСКОЙ МЕТРОЛОГИИ

## Лекция 8 Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

2 октября 2013 г.

# Внутренний контроль качества результатов химического анализа

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

Рассмотрим внутрилабораторный контроль качества результатов анализа для методики с установленными показателями.

Цель внутреннего контроля (ВК) — обеспечение необходимой точности (не ниже гарантированной методикой) результатов текущего анализа и экспериментальное подтверждение лабораторией своей компетентности.

Элементами системы ВК являются:

# Внутренний контроль качества результатов химического анализа

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

Рассмотрим внутрилабораторный контроль качества результатов анализа для методики с установленными показателями.

Цель внутреннего контроля (ВК) — обеспечение необходимой точности (не ниже гарантированной методикой) результатов текущего анализа и экспериментальное подтверждение лабораторией своей компетентности.

Элементами системы ВК являются:

- оперативный контроль процедуры анализа

# Внутренний контроль качества результатов химического анализа

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

Рассмотрим внутрилабораторный контроль качества результатов анализа для методики с установленными показателями.

Цель внутреннего контроля (ВК) — обеспечение необходимой точности (не ниже гарантированной методикой) результатов текущего анализа и экспериментальное подтверждение лабораторией своей компетентности.

Элементами системы ВК являются:

- оперативный контроль процедуры анализа
- контроль стабильности результатов анализа.

# Оперативный контроль

СКОЙ  
МЕТРОЛО-  
ГИИ

Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

Оперативный контроль проводят:

Оперативный контроль проводят:

- при внедрении методики

Оперативный контроль проводят:

- при внедрении методики
- при изменении факторов, влияющих на стабильность анализа (смена реактивов, ремонт оборудования и т. д.);

## Оперативный контроль проводят:

- при внедрении методики
- при изменении факторов, влияющих на стабильность анализа (смена реактивов, ремонт оборудования и т. д.);
- при получении двух из трех последовательных результата анализа в виде медианы;



Оперативный контроль проводят:

- при внедрении методики
- при изменении факторов, влияющих на стабильность анализа (смена реактивов, ремонт оборудования и т. д.);
- при получении двух из трех последовательных результата анализа в виде медианы;
- с каждой серией рабочих проб (если есть возможность).

# Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа

Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

Схема оперативного контроля процедуры анализа состоит из:

# Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа

Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

Схема оперативного контроля процедуры анализа состоит из:

- выбора контрольной процедуры (если она не предусмотрена в методике анализа)

# Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа

Тема  
Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

Схема оперативного контроля процедуры анализа состоит из:

- выбора контрольной процедуры (если она не предусмотрена в методике анализа)
- реализации контрольной процедуры,

# Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

Схема оперативного контроля процедуры анализа состоит из:

- выбора контрольной процедуры (если она не предусмотрена в методике анализа)
- реализации контрольной процедуры,
- расчета результатов контрольной процедуры  $K_k$  и норматива контроля  $K$

# Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

Схема оперативного контроля процедуры анализа состоит из:

- выбора контрольной процедуры (если она не предусмотрена в методике анализа)
- реализации контрольной процедуры,
- расчета результатов контрольной процедуры  $K_k$  и норматива контроля  $K$
- сопоставлении величин  $K_k$  и  $K$  и принятии решения по результатам оперативного контроля.

# Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа

Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

Контрольные процедуры могут быть реализованы с применением:

# Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа

Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

Контрольные процедуры могут быть реализованы с применением:

- образцов для контроля



# Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа

Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

Контрольные процедуры могут быть реализованы с применением:

- образцов для контроля
- метода добавок

# Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа

Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

Контрольные процедуры могут быть реализованы с применением:

- образцов для контроля
- метода добавок
- метода разбавления

# Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа

Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

Контрольные процедуры могут быть реализованы с применением:

- образцов для контроля
- метода добавок
- метода разбавления
- метода добавок совместно с методом разбавления.

# Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образца для контроля.

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

Образец для контроля должен быть адекватным анализируемым пробам. Погрешность аттестованного значения – не более  $1/3$  от характеристики погрешности результатов анализа. При реализации данной контрольной процедуры получают результат контрольного измерения  $\bar{X}$  и сравнивают его с аттестованным значением  $C$ . Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле

$$K_k = \bar{X} - C.$$

Норматив контроля рассчитывают по формуле

$$K = \Delta,$$

где  $\Delta$  – значение характеристики погрешности результатов анализа, соответствующее аттестованному значению в образце для контроля.

# Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образца для контроля.

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

Например, в некоторых методиках указана относительная погрешность результатов анализа  $\delta, \%$ , тогда  $\Delta = C \cdot (\delta/100)$ . Наконец сопоставляют результаты контрольной процедуры и норматива контроля. Если выполняется условие

$$|K_k| < K,$$

то процедуру анализа признают удовлетворительной. При невыполнении данного условия контрольную процедуру повторяют, и, при повторном невыполнении, выясняют и устраняют причины получения неудовлетворительных результатов.

# Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением метода добавок.

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

При реализации данной контрольной процедуры получают результат контрольного измерения содержания определяемого компонента в рабочей пробе  $\bar{X}$  и результат  $\bar{X}'$  в рабочей пробе с известной добавкой  $C_D$ . Значение добавки  $C_D$  должно удовлетворять условию

$$C_D > \Delta_{\bar{X}} + \Delta_{\bar{X}+C_D},$$

где  $\Delta_{\bar{X}}$ ,  $\Delta_{\bar{X}+C_D}$  – значение характеристик погрешности результатов анализа, соответствующие содержанию определяемого компонента в рабочей пробе и расчетному значению в рабочей пробе с добавкой, соответственно. В случае, когда задана относительная погрешность  $\delta$ , это неравенство принимает вид

$$\frac{C_D}{\bar{X}} > \frac{2\delta}{1-\delta}.$$

# Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением метода добавок.

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле

$$K_k = \bar{X}' - \bar{X} - C_d.$$

Норматив контроля рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{\bar{X}}^2 + \Delta_{\bar{X}'}^2}$$

где  $\Delta_{\bar{X}}$ ,  $\Delta_{\bar{X}'}$  – значение характеристик погрешности результатов анализа, соответствующие содержанию определяемого компонента в рабочей пробе и в рабочей пробе с добавкой, соответственно.

Реализация решающего правила контроля проводится аналогично предыдущему случаю.

# Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением метода разбавления.

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

При реализации данной контрольной процедуры получают результат контрольного измерения содержания определяемого компонента в рабочей пробе  $\bar{X}$  и результат  $\bar{X}'$  в рабочей пробе, разбавленной в  $\eta$  раз. Значение коэффициента разбавления должно удовлетворять условию

$$\bar{X} - \frac{\bar{X}}{\eta} > \Delta_{\bar{X}} + \Delta_{\bar{X}/\eta},$$

где  $\Delta_{\bar{X}}$ ,  $\Delta_{\bar{X}/\eta}$  – значение характеристик погрешности результатов анализа, соответствующие содержанию определяемого компонента в рабочей пробе и расчетному значению в разбавленной пробе, соответственно. В случае, когда задана относительная погрешность  $\delta$ , это неравенство принимает вид

$$\eta > \frac{1 + \delta}{1 - \delta}.$$



# Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением метода разбавления.

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле

$$K_k = \eta \bar{X}' - \bar{X}.$$

Норматив контроля рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{\bar{X}}^2 + (\eta \Delta_{\bar{X}'})^2}$$

где  $\Delta_{\bar{X}}$ ,  $\Delta_{\bar{X}'}$  – значение характеристик погрешности результатов анализа, соответствующие содержанию определяемого компонента в рабочей пробе и в разбавленной пробе, соответственно.

Реализация решающего правила контроля проводится аналогично предыдущему случаю.

# Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением метода добавок совместно с методом разбавления.

контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

При реализации данной контрольной процедуры получают результат контрольного измерения содержания определяемого компонента в рабочей пробе  $\bar{X}$ , результат  $\bar{X}'$  в рабочей пробе, разбавленной в  $\eta$  раз, результат  $\bar{X}''$  в рабочей пробе, разбавленной в  $\eta$  раз, с введенной добавкой  $C_d$ . Значение коэффициента разбавления должно удовлетворять условию

$$\bar{X} - \frac{\bar{X}}{\eta} > \Delta_{\bar{X}} + \Delta_{\bar{X}/\eta},$$

где  $\Delta_{\bar{X}}, \Delta_{\bar{X}/\eta}$  – значение характеристик погрешности результатов анализа, соответствующие содержанию определяемого компонента в рабочей пробе и расчетному значению в разбавленной пробе, соответственно.

# Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением метода добавок совместно с методом разбавления.

контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

Значение добавки  $C_d$  должно удовлетворять условию

$$C_d > \Delta_{\bar{X}/\eta} + \Delta_{\bar{X}/\eta + C_d},$$

где  $\Delta_{\bar{X}/\eta}$ ,  $\Delta_{\bar{X}/\eta + C_d}$  – значение характеристик погрешности результатов анализа, соответствующие расчетному содержанию определяемого компонента в разбавленной пробе и расчетному значению в разбавленной пробе с добавкой, соответственно.

В случае, когда задана относительная погрешность  $\delta$ , эти неравенства принимают вид

$$\eta > \frac{1 + \delta}{1 - \delta}, \quad \frac{C_d}{\bar{X}/\eta} > \frac{2\delta}{1 - \delta}.$$

# Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением метода добавок совместно с методом разбавления.

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле

$$K_k = (\eta \bar{X}' - \bar{X}) + (\bar{X}'' - \bar{X}' - C_d) = \bar{X}'' + (\eta - 1)\bar{X}' - \bar{X} - C_d.$$

Норматив контроля рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{\bar{X}}^2 + ((\eta - 1)\Delta_{\bar{X}'})^2 + \Delta_{\bar{X}''}^2}$$

где  $\Delta_{\bar{X}}$ ,  $\Delta_{\bar{X}'}$ ,  $\Delta_{\bar{X}''}$  – значение характеристик погрешности результата анализа, соответствующие содержанию определяемого компонента в рабочей пробе, погрешности результата анализа в разбавленной пробе, и погрешности результата анализа в разбавленной пробе с добавкой, соответственно.

Реализация решающего правила контроля проводится аналогично предыдущему случаю.

# Контроль стабильности

СКОЙ  
МЕТРОЛО-  
ГИИ

Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

Контроль стабильности результатов анализа проводят в целях подтверждения лабораторией своей компетентности в обеспечении качества выдаваемых результатов и оценки деятельности лаборатории в целом.

Виды контроля стабильности:

# Контроль стабильности

СКОЙ  
МЕТРОЛО-  
ГИИ

Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

Контроль стабильности результатов анализа проводят в целях подтверждения лабораторией своей компетентности в обеспечении качества выдаваемых результатов и оценки деятельности лаборатории в целом.

Виды контроля стабильности:

- использование контрольных карт;

# Контроль стабильности

СКОЙ  
МЕТРОЛО-  
ГИИ

Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

Контроль стабильности результатов анализа проводят в целях подтверждения лабораторией своей компетентности в обеспечении качества выдаваемых результатов и оценки деятельности лаборатории в целом.

Виды контроля стабильности:

- использование контрольных карт;
- периодическая проверка;

# Контроль стабильности

СКОЙ  
МЕТРОЛО-  
ГИИ

Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

Контроль стабильности результатов анализа проводят в целях подтверждения лабораторией своей компетентности в обеспечении качества выдаваемых результатов и оценки деятельности лаборатории в целом.

Виды контроля стабильности:

- использование контрольных карт;
- периодическая проверка;
- оценка характеристик и сравнение с установленными;



# Контроль стабильности

СКОЙ  
МЕТРОЛО-  
ГИИ

Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

Контроль стабильности результатов анализа проводят в целях подтверждения лабораторией своей компетентности в обеспечении качества выдаваемых результатов и оценки деятельности лаборатории в целом.

Виды контроля стабильности:

- использование контрольных карт;
- периодическая проверка;
- оценка характеристик и сравнение с установленными;
- выборочный статистический контроль.

Контроль стабильности с использованием контрольных карт проводят путем контроля и поддержания на требуемом уровне:

Контроль стабильности с использованием контрольных карт проводят путем контроля и поддержания на требуемом уровне:

- погрешности результатов анализа;

Контроль стабильности с использованием контрольных карт проводят путем контроля и поддержания на требуемом уровне:

- погрешности результатов анализа;
- внутрилабораторной прецизионности;

Контроль стабильности с использованием контрольных карт проводят путем контроля и поддержания на требуемом уровне:

- погрешности результатов анализа;
- внутрилабораторной прецизионности;
- повторяемости результатов анализа.

Контроль стабильности с использованием контрольных карт проводят путем контроля и поддержания на требуемом уровне:

- погрешности результатов анализа;
- внутрилабораторной прецизионности;
- повторяемости результатов анализа.

Все виды внутреннего контроля проводят путем контрольных измерений с использованием средств контроля. Контрольные измерения проводят так же, как и анализ рабочих проб.

Роль средств контроля могут выполнять:

Роль средств контроля могут выполнять:

- стандартные образцы или аттестованные смеси;



Роль средств контроля могут выполнять:

- стандартные образцы или аттестованные смеси;
- рабочие пробы с известной добавкой;

Роль средств контроля могут выполнять:

- стандартные образцы или аттестованные смеси;
- рабочие пробы с известной добавкой;
- рабочие пробы, разбавленные в определенном соотношении;

Роль средств контроля могут выполнять:

- стандартные образцы или аттестованные смеси;
- рабочие пробы с известной добавкой;
- рабочие пробы, разбавленные в определенном соотношении;
- рабочие пробы, разбавленные в определенном соотношении, с известной добавкой;

Роль средств контроля могут выполнять:

- стандартные образцы или аттестованные смеси;
- рабочие пробы с известной добавкой;
- рабочие пробы, разбавленные в определенном соотношении;
- рабочие пробы, разбавленные в определенном соотношении, с известной добавкой;
- рабочие пробы стабильного состава;

Роль средств контроля могут выполнять:

- стандартные образцы или аттестованные смеси;
- рабочие пробы с известной добавкой;
- рабочие пробы, разбавленные в определенном соотношении;
- рабочие пробы, разбавленные в определенном соотношении, с известной добавкой;
- рабочие пробы стабильного состава;
- другая методика анализа с установленными показателями точности.

# Контроль стабильности результатов анализа с использованием контрольных карт

Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

Контроль стабильности результатов анализа с использованием контрольных карт позволяет наглядно представить динамику изменения показателей качества результатов анализа в целях установления причин и оперативного управления качеством анализа.

# Контроль стабильности результатов анализа с использованием контрольных карт

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

Для проведения контроля стабильности результатов анализа необходимо установить число контрольных процедур и временной диапазон проведения контроля. Рекомендуемое число контрольных процедур приведено в таблице.

Число анализируемых проб	Число контрольных процедур	Число анализируемых проб	Число контрольных процедур
$\leq 10$	$\geq 2$	101—200	$\geq 10$
11—20	$\geq 3$	201—500	$\geq 12$
21—50	$\geq 4$	$> 500$	$\geq 15$
51—100	$\geq 7$		

# Контроль стабильности результатов анализа с использованием контрольных карт Шухарта

Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

Для контроля стабильности результатов анализа используют либо контрольные карты Шухарта, либо контрольные карты кумулятивных сумм. Применение контрольных карт Шухарта основано на сопоставлении результатов контрольных процедур с установленными нормативами контроля: *пределами действия* (устанавливаемыми для доверительной вероятности  $P = 0,997$ ) и *пределами предупреждения* (для  $P = 0,95$ ).



# Контроль стабильности результатов анализа с использованием контрольных карт Шухарта

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

При построении контрольных карт Шухарта для каждого из контролируемых показателей качества результатов анализа:

# Контроль стабильности результатов анализа с использованием контрольных карт Шухарта

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

При построении контрольных карт Шухарта для каждого из контролируемых показателей качества результатов анализа:

- выбирают способ проведения контроля (например, контроль погрешности с использованием образца для контроля или контроля внутрилабораторной прецизионности и контроля повторяемости с использованием образца для контроля либо рабочих проб);

# Контроль стабильности результатов анализа с использованием контрольных карт Шухарта

Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

При построении контрольных карт Шухарта для каждого из контролируемых показателей качества результатов анализа:

- выбирают способ проведения контроля (например, контроль погрешности с использованием образца для контроля или контроля внутрилабораторной прецизионности и контроля повторяемости с использованием образца для контроля либо рабочих проб);
- рассчитывают и наносят на карту значения *средней линии, пределов предупреждения и предела действия*;

# Контроль стабильности результатов анализа с использованием контрольных карт Шухарта

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

При построении контрольных карт Шухарта для каждого из контролируемых показателей качества результатов анализа:

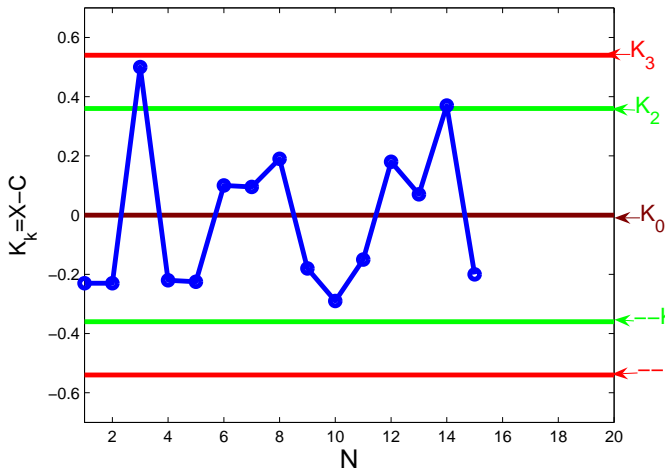
- выбирают способ проведения контроля (например, контроль погрешности с использованием образца для контроля или контроля внутрилабораторной прецизионности и контроля повторяемости с использованием образца для контроля либо рабочих проб);
- рассчитывают и наносят на карту значения *средней линии, пределов предупреждения и предела действия*;
- рассчитывают результаты контроля и наносят на карту.

# Контроль стабильности результатов анализа с использованием контрольных карт Шухарта

Тип:  
Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

Пример контрольной карты Шухарта контроля погрешности

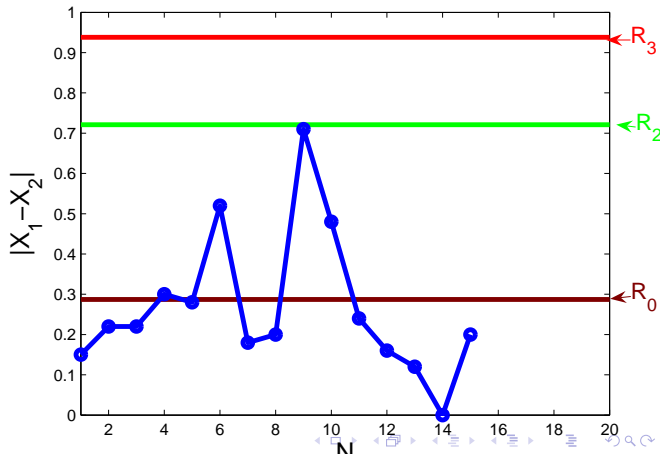


# Контроль стабильности результатов анализа с использованием контрольных карт Шухарта

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

Пример контрольной карты Шухарта контроля прецизионности



В случае двух контрольных определений: результатом контроля является величина  $r_k = x_{max} - x_{min}$ ; средняя линия определяется значением  $r_0 = 1,128\sigma_r$ ; предел предупреждения равен  $r_2 = 2,834\sigma_r$ ; предел действия равен  $r_3 = 3,686\sigma_r$ .

# Контроль внутрилабораторной прецизионности

СКОЙ  
МЕТРОЛО-  
ГИИ

Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

В случае двух контрольных определений: результатом контроля является величина  $R_k = |\bar{x}_1 - \bar{x}_2|$ , где  $\bar{x}_{1(2)}$  – результат первичного (повторного) контрольного измерения; средняя линия определяется значением  $R_0 = 1,128\sigma_{RЛ}$ , где  $\sigma_{RЛ}$  – стандартное отклонение внутрилабораторной прецизионности; предел предупреждения равен  $R_2 = 2,834\sigma_{RЛ}$ ; предел действия равен  $R_3 = 3,686\sigma_{RЛ}$ .



# Контроль погрешности с применением образцов для контроля

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

Результатом контроля является величина  $K_k = \bar{x} - C$ , где  $\bar{x}$  – результат контрольного измерения,  $C$  – аттестованное значение определяемого показателя в образце для контроля; средняя линия определяется значением  $K_0 = 0$ , пределы предупреждения равны  $K_{2,в} = K_2 = 2\sigma(\Delta_{л}) = \Delta_{л}$ ,  $K_{2,н} = -K_2$ , где  $\pm\Delta_{л}$  – характеристика погрешности результатов анализа; пределы действия равны  $K_{3,в} = K_3 = 3\sigma(\Delta_{л}) = 1,5\Delta_{л} = 1,5K_2$ ,  $K_{3,н} = -K_3$ .

# Оценка показателей точности

По результатам контрольных процедур можно оценить:

1) стандартное отклонение повторяемости

$$\sigma'_r = \frac{\sum_{i=1}^N r_{ki}}{1,128N};$$

2) стандартное отклонение внутрилабораторной прецизионности

$$\sigma'_{Rл} = \frac{\sum_{i=1}^N R_{ki}}{1,128N};$$

3) систематическую погрешность лаборатории: для этого рассчитывают математическое ожидание и стандартное отклонение

$$\theta'_{л} = \frac{\sum_{i=1}^N K_{ki}}{N}, \quad \sigma'_{сл} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (K_{ki} - \theta'_{л})^2}{N(N-1)}}.$$

# Оценка показателей точности

СКОЙ  
МЕТРОЛО-  
ГИИ

Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

Если значение  $t = |\theta'_л|/\sigma'_{сл} < t_{tab}(f = N - 1; P = 0,95)$ , то математическое ожидание систематической погрешности незначимо на фоне случайного разброса.

Оценку систематической погрешности лаборатории определяют по формуле

$$\Delta'_{сл} = 2\sigma'_{сл}$$

при условии  $t < t_{tab}$ . Если  $t > t_{tab}$ , то

$$\Delta'_{сл,в} = \theta'_л + 2\sigma'_{сл}, \quad \Delta'_{сл,н} = \theta'_л - 2\sigma'_{сл};$$

4) на основе оценок внутрилабораторной прецизионности  $\sigma'_{R_{СЛ}}$  и систематической погрешности лаборатории  $\Delta'_{СЛ}$  получают оценку погрешности результатов анализа

$$\Delta'_{Л} = 2\sqrt{\sigma_{СЛ}^{\prime 2} + \sigma_{R_{СЛ}}^{\prime 2}} = 2\sigma'_{Л}$$

при условии  $t \leq t_{tab}$ . Если  $t > t_{tab}$ , то

$$\Delta'_{Л,В} = \theta'_{Л} + 2\sigma'_{Л}, \quad \Delta'_{Л,Н} = \theta'_{Л} - 2\sigma'_{Л}.$$

# Анализ и интерпретация данных контрольных карт

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

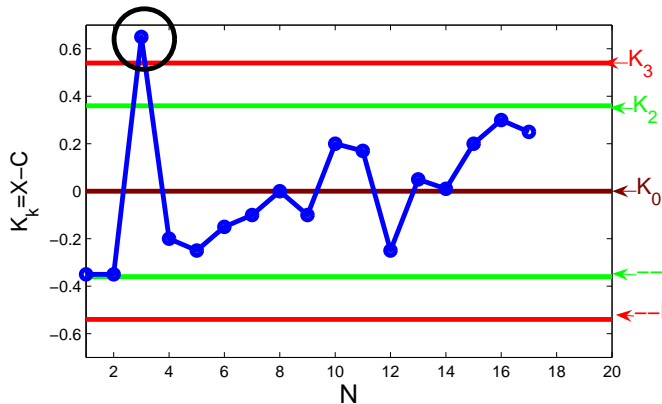
При интерпретации контрольных карт повторяемости и внутрилабораторной прецизионности сигналом к возможному нарушению стабильности процесса анализа могут служить следующие события:

# Анализ и интерпретация данных контрольных карт

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

1) одна точка вышла за предел действия;

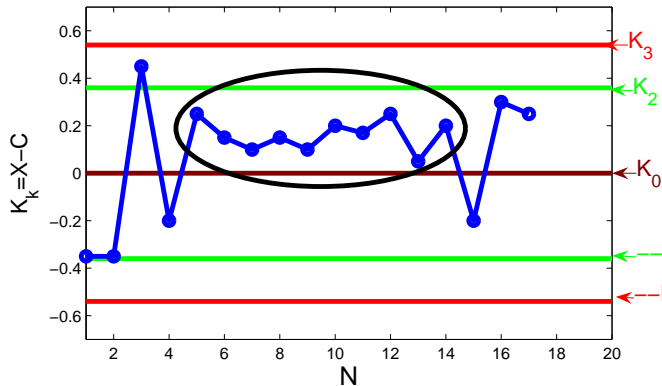


# Анализ и интерпретация данных контрольных карт

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

2) девять точек подряд находятся выше средней линии;

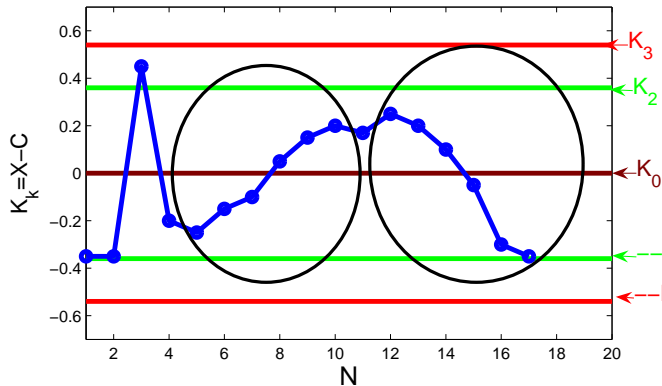


# Анализ и интерпретация данных контрольных карт

Тип  
Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

3) шесть возрастающих или убывающих точек подряд;



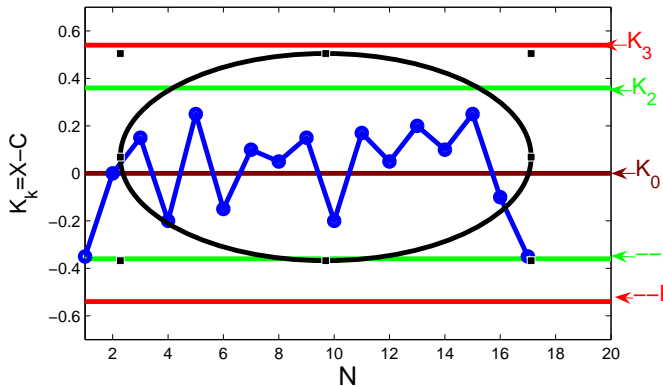


# Анализ и интерпретация данных контрольных карт

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

4) четырнадцать попеременно возрастающих и убывающих точек;

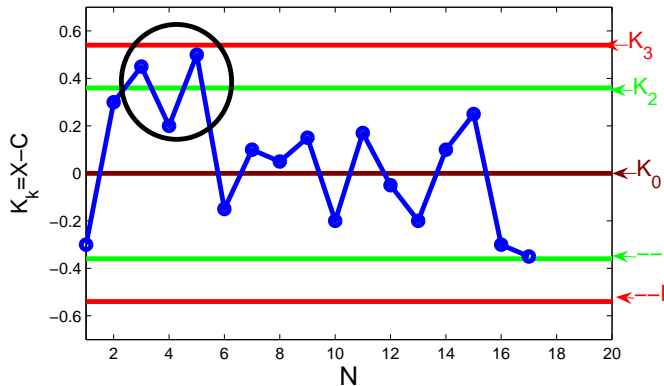


# Анализ и интерпретация данных контрольных карт

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

5) две из трех последовательных точек находятся выше или ниже предела предупреждения;

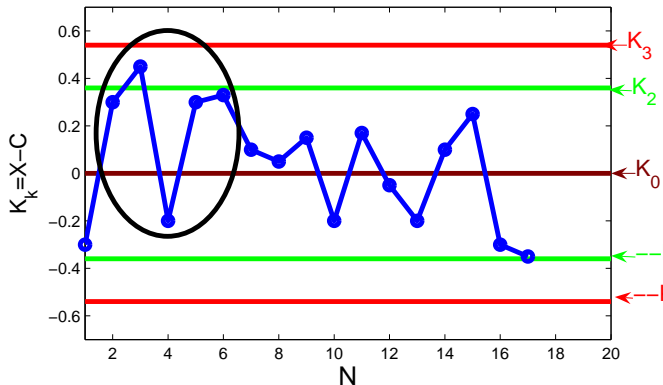


# Анализ и интерпретация данных контрольных карт

Тип:  
Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

б) четыре из пяти последовательных точек находятся выше половины границы зоны предупреждения.



# Анализ и интерпретация данных контрольных карт

Лекция 8  
Внутренний  
контроль  
качества  
результатов  
химического  
анализа

лектор: Об-  
разовский  
Е. Г.

Для контроля погрешности сигналом нестабильности могут служить перечисленных выше пп. 1—5, а также то, что восемь последовательных точек находятся по обеим сторонам средней линии и все эти точки вышли за половинные границы зоны предупреждения.

Причина, по которой приведенные выше признаки сигнализируют о нестабильности процесса анализа, состоит в том, что появление такой последовательности случайным образом является маловероятным событием.

# Анализ и интерпретация данных контрольных карт

Лекция 8  
Внутренний контроль качества результатов химического анализа

лектор: Образовский Е. Г.

Например, вероятность, что девять точек подряд будут находиться выше средней линии при контроле погрешности, составляет  $2^{-9} \approx 0,002$ . Так что, если число точек на контрольной карте не больше сотни, вероятность наблюдать такую последовательность мала.

При появлении одной из перечисленных ситуаций анализ приостанавливают, выясняют причины и вносят необходимые коррективы.