

Проведение оперативного контроля процедуры анализа в лаборатории химического анализа воды с использованием контрольной процедуры для контроля погрешности (КПКП) с применением образцов для контроля.

Ключевые слова: методы химического анализа сточных вод, химический анализ ливневых и хозяйственных сточных вод, контроль качества результатов химического анализа воды, лаборатория анализа воды г. Москва

1. Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории анализа сточных вод.

Целями проведения контроля качества результатов анализа, получаемых в лаборатории, являются:

- гарантия качества выполнения текущего химического анализа воды со стороны лаборатории;
- обеспечение доверия результатам химического анализа воды со стороны внешних организаций.

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- 1) оперативный контроль процедуры анализа;
- 2) контроль стабильности результатов анализа.

Все виды внутреннего контроля проводят на основе информации, получаемой в процессе контрольных измерений, выполненных с использованием средств контроля с целью реализации отдельно взятой контрольной процедуры.

Средства контроля

В качестве средств контроля могут быть использованы:

- стандартные образцы по ГОСТ 8.315 или АС по МИ 2334;
- рабочие пробы с известной добавкой определяемого компонента;
- рабочие пробы, разбавленные в определенном отношении;
- рабочие пробы, разбавленные в определенном отношении, с известной добавкой определяемого компонента;
- рабочие пробы стабильного состава;
- другие методики анализа с установленными показателями качества (контрольные методики).

При проведении оперативного контроля процедуры химического анализа воды используют средства контроля с известной исполнителю концентрацией определяемого компонента.

При проведении контроля стабильности результатов химического анализа воды средства контроля выдают исполнителю в шифрованном виде (концентрация определяемого компонента исполнителю неизвестна). Средства контроля при этом шифруют как обычные рабочие пробы.

Требования к проведению контрольных измерений аналогичны требованиям к проведению анализа рабочих проб, установленных в методических указаниях.

Выводы о качестве результатов химического анализа воды, выполняемых в лаборатории, делают на основе выводов о качестве результатов контрольных измерений.

Достоверность выводов о качестве результатов химического анализа воды зависит от реализуемой формы контроля стабильности результатов анализа, используемого числа контрольных процедур, частоты их проведения.

Процедуру контроля стабильности результатов анализа проводят в соответствии с «Руководством по качеству» лаборатории.

2. Оперативный контроль процедуры химического анализа воды.

Оперативный контроль процедуры анализа проводят:

- при внедрении методики;
- при появлении факторов, которые могут повлиять на стабильность процесса анализа (новая партия реактивов, использование средств измерений после ремонта, новые индикаторные электроды и т.д.);
- при получении двух из трех последовательных результатов анализа рабочих проб в виде медианы.

Оперативный контроль процедуры анализа осуществляет непосредственно исполнитель путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры K_k с установленным нормативом контроля K . Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа предусматривает:

- получение результата контрольного измерения;
- расчет результата контрольной процедуры K_k ;
- расчет норматива контроля K ;
- реализация решающего правила контроля: сравнение результата контрольной процедуры K_k с нормативом контроля K .

Оперативный контроль процедуры анализа может быть проведен с использованием контрольной процедуры для контроля погрешности (КПКП) с применением образцов для контроля (ОК) или с применением метода добавок.

Результаты контрольных измерений, полученные при оперативном контроле процедуры анализа,

проводимом с каждой серией рабочих проб, могут быть использованы при реализации любой из форм контроля стабильности результатов анализа.

2.1 Оперативный контроль процедуры анализа с использованием КПКП с применением ОК

В качестве ОК могут быть использованы стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

Применяемые ОК должны быть адекватны анализируемым пробам (возможные различия в составах ОК и анализируемых проб не вносят в результаты анализа дополнительную статистически значимую погрешность). Погрешность аттестованного значения ОК не должна превышать одной трети от показателя точности результатов анализа. Приведем пример оперативного контроля процедуры [анализа воды](#) на содержание цинка по МУ 31-03/04

В качестве ОК использовали стандартный образец природной воды с аттестованным значением концентрации цинка $C=0,050$ мг/дм³.

При анализе ОК на содержание цинка по МУ 31-03/04 были получены результаты контрольного определения, представленные в таблице 1:

Таблица 1 - Результаты контрольного определения цинка в природной воде

| Номер пробы | 1 | 2 | 3 |
|--|--------|--------|--------|
| Результат контрольного определения, мг/дм ³ | 0,0315 | 0,0408 | 0,0514 |

Проверяем на приемлемость два наиболее различающихся результата контрольного определения - минимальный и максимальный результаты из трех полученных.

Два наиболее различающихся результата - результаты, полученные в ячейках «1» и «3». Рассчитываем их среднее арифметическое значение: $(0,0315+0,0514)/2=0,0415$ мг/дм³

Рассчитываем расхождение между максимальным и минимальным результатами контрольного определения:

$$0,0514 - 0,0315 = 0,0199 \text{ мг/дм}^3$$

Из свидетельства об аттестации применяемой методики анализа МУ 31-03/04 находим относительное значение предела повторяемости для диапазона измерений, в который попадает рассчитанный результат анализа от 0,005 до 0,1 : 28 %.

Рассчитываем абсолютное значение предела повторяемости для рассчитанного среднего значения: $0,0415*28/100=0,0116$ мг/дм³

Сравниваем абсолютное значение предела повторяемости с расхождением между максимальным и минимальным результатами контрольного определения. Так как расхождение между максимальным и минимальным результатами больше абсолютного значения предела повторяемости:

$$0,0199 > 0,0116$$

то результаты контрольного определения цинка в воде, полученные в ячейках «1» и «3», признаем неприемлемыми и для расчета результата будем использовать другую пару результатов контрольного определения: 0,0408 и 0,0514 (из оставшихся пар выбираем пару результатов единичного анализа с наибольшим расхождением значений).

Рассчитываем их среднее арифметическое значение: $(0,0408+0,0514)/2=0,0461$ мг/дм³
Рассчитываем расхождение между данными результатами контрольного определения:

$$0,0514-0,0408 = 0,0106, \text{ мг/дм}^3.$$

Зная относительное значение предела повторяемости для используемой методики МУ 31-03/04, для питьевой воды: $r, \% = 28 \%$, рассчитываем абсолютное значение предела повторяемости для среднего значения обрабатываемых результатов единичного анализа: $0,0461*28/100=0,0129$ мг/дм³

Сравниваем абсолютное значение предела повторяемости с расхождением между максимальным и минимальным результатами контрольного определения. Так как расхождение между максимальным и минимальным результатами меньше абсолютного значения предела повторяемости:

$$0,0106 < 0,0129$$

то результаты контрольного определения, полученные в пробах 1 и 3, признаем приемлемыми и результатом контрольного измерения считаем их среднее арифметическое значение 0,0461 мг/дм³.

При представлении результата [химического анализа воды](#) в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

- количество результатов единичного анализа, использованных для расчета результата анализа;
- способ определения результата анализа: среднее арифметическое значение или медиана результатов единичного анализа.

www.chemanalytica.ru [лаборатория химического анализа воды](#) г.Москва

Услуги: химический анализ ливневых и хозяйственных сточных вод, методы химического анализа сточных вод, цена-лаборатория г.Москва

