

# РУКОВОДСТВО CITAC/EURACHEM

## **Руководство по качеству в аналитической химии**

### **ПОМОЩЬ при аккредитации**

Подготовлен совместно  
CITAC (The Cooperation on International Traceability in Analytical Chemistry) и  
EURACHEM (A Focus for Analytical Chemistry in Europe)

Перевод Ассоциации Аналитических Центров «Аналитика»

**РУКОВОДСТВО по качеству  
в аналитической химии**

Помощь при аккредитации

Этот документ разработан совместной рабочей группой CITAC и EURACHEM и основан на ранее изданных документах, включая Руководство 1 CITAC, 1995 и Руководство EURACHEM WELAC, 1993. Настоящее издание обращается к новым требованиям стандарта ИСО/МЭК 17025:1999 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий»

Руководство по качеству в аналитической химии

СОДЕРЖАНИЕ

Раздел	Наименование раздела	Страница
1.	ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ	4
2.	ВВЕДЕНИЕ	4
3.	ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ	6
4.	АККРЕДИТАЦИЯ	9
5.	ОБЛАСТЬ РАСПРОСТРАНЕНИЯ	12
6.	АНАЛИТИЧЕСКАЯ ЗАДАЧА	13
7.	СПЕЦИФИКАЦИЯ АНАЛИТИЧЕСКИХ ТРЕБОВАНИЙ	13
8.	АНАЛИТИЧЕСКАЯ СТРАТЕГИЯ	14
9.	ЕДИНИЧНЫЙ АНАЛИЗ	14
10.	ПЕРСОНАЛ	16
В.	ОТБОР, ОБРАБОТКА И ПОДГОТОВКА ПРОБ	17
12.	ОКРУЖАЮЩАЯ СРЕДА	22
13.	ОБОРУДОВАНИЕ	23
14.	РЕАКТИВЫ	25
15.	ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТЬ	26
16.	НЕОПРЕДЕЛЕННОСТЬ ИЗМЕРЕНИЯ	28
17.	МЕТОДЫ (МЕТОДИКИ) КАЛИБРОВКИ И ИСПЫТАНИЙ	31
18.	АТТЕСТАЦИЯ МЕТОДИК	33
19.	КАЛИБРОВКА	37
20.	ОБРАЗЦЫ СРАВНЕНИЯ	40
21.	КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА И ПРОВЕРКА КВАЛИФИКАЦИИ	42
22.	КОМПЬЮТЕРЫ И УПРАВЛЯЕМЫЕ ими СИСТЕМЫ	44
23.	ВНУТРЕННИЙ АУДИТ, ОЦЕНКА И АНАЛИЗ СО СТОРОНЫ РУКОВОДСТВА	47

ССЫЛКИ И БИБЛИОГРАФИЯ

Акронимы

ПРИЛОЖЕНИЯ:

- А Аудит качества - Области особого значения для химической лаборатории
- В Калибровочные интервалы и контроль технических характеристик
- С Сравнительная таблица - ИСО/МЭК 17025: 1999 и Руководство ИСО/МЭК 25: 1990 (ILAC G15:2001)

## 1. ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ

- 1.1 Цель данного Руководства - обеспечить лаборатории основополагающими сведениями по наилучшей практике работы в интересах совершенствования качества выполняемых аналитических работ. Руководство охватывает и количественный, и качественный анализ, как рутинный, так и не рутинный. Отдельно разработано Руководство по научно-исследовательской работе (Руководство CITAC/EURACHEM, ссылка A1 на странице 49).
- 1.2 Руководство предназначено для тех, кто ответственен за обеспечение качества в лабораториях. Для работающих в сферах аккредитации, сертификации и остальных областях, связанных со специальными стандартами управления качеством, данное Руководство позволит объяснить, что означают эти требования применительно к лабораториям. Настоящее Руководство также может быть полезно тем, кто занимается оценкой соответствия аналитических лабораторий стандартам по управлению качеством. В Руководстве даны перекрестные ссылки на ИСО/МЭК 17025, ИСО/МЭК 9000 и OECD GLP.
- 1.3 Этот документ разработан на основе предыдущего CITAC Руководства 1 (которое, в свою очередь, основано на Руководстве EURACHEM/WELAC) и усовершенствован с учетом появления новых разработок и материалов, в частности в нем учтены новые требования стандарта ИСО/МЭК 17025.
- 1.4 Это Руководство разработано рабочей группой, в состав которой вошли Дэвид Холкомб, LGC, Великобритания; Бернард Кинг, NARL, Австралия; Алан Скуирелл, NATA, Австралия и Майер Уолт, Государственная Лаборатория, Ирландия. Также за время, предшествующее появлению настоящей версии Руководства, огромный вклад внесли большое количество людей и организаций, таких как CITAC, EURACHEM, EA, ILAC, AOACI, IUPAC, CCQM и другие (См. список акронимов на стр. 54).
- 1.5 Настоящее Руководство затрагивает технические аспекты обеспечения качества (QA), делая акцент на те области, где имеется специфическая интерпретация, требуемая для химических испытаний<sup>1</sup> и сопутствующих измерений. Также есть дополнительные аспекты обеспечения качества, на которых настоящее Руководство не останавливается, т.к. они полностью описаны в других документах, таких как ИСО/МЭК 17025. Это записи, отчеты, системы качества, субподряды, претензии, требования к поставщикам, анализ контракта, конфиденциальность и обработка данных.

## 2. ВВЕДЕНИЕ

- 2.1 Ценность результата химического анализа зависит от степени достоверности, которую можно от него ожидать. Все в большей степени химики-аналитики принимают принципы обеспечения качества, которые хотя и не гарантируют в настоящее время качество

<sup>1</sup> Термин «химические испытания» в отечественной литературе обычно не применяется. Более привычно использовать понятия «химический анализ» и «физико-химические измерения». Однако в настоящем Руководстве используется прямой перевод термина «химические испытания» (chemical testing). - *Прим. пер.*

выдаваемых результатов исследования, но, будучи серьезно обоснованными, увеличивают надежность этих результатов.

- 2.2. Подобающее обеспечение качества дает возможность лаборатории показать, что она имеет условия и оборудование, достаточные для проведения химического анализа, и что все работы были выполнены компетентным персоналом в контролируемых условиях и в соответствии с документально подтвержденными аттестованными методиками. Обеспечение качества должно опираться на ключевые моменты, дающие определение понятия качества, и исключает отвлечение на документы второго и третьего порядка.
- 2.3. Хорошая практика обеспечения качества, включая официальное признание путем аккредитации, сертификации и т.д., помогает удостовериться в том, что результаты достоверны и соответствуют цели. Однако и лаборатории и заказчику необходимо понять, что обеспечение качества не может гарантировать, что 100 % единичных результатов будут надежными. Это объясняется двумя причинами:
1. Грубые ошибки/промахи могут возникнуть, например, если результаты измерения двух образцов перепутают. В хорошей лаборатории частота появления ошибок небольшая, но все же она не равна нулю.
  2. Также возникают случайные и систематические погрешности, которые обуславливают неопределенность результата измерения. Вероятность того, что результат вышел за границы установленной неопределенности, зависит от принятой доверительной вероятности, но опять же, даже в хорошо организованной лаборатории отклоняющиеся результаты будут периодически появляться и, соответственно, отклонение результатов будет большим.

Задачей обеспечения качества является контролирование частоты появления подобных промахов. Чем больше прилагается усилий, тем меньше ожидаемое число промахов. Необходимо найти оптимальное соотношение между затратами на обеспечение качества и выгодой от снижения уровня промахов до удовлетворительного (ненулевого) уровня.

- 2.4 Принципы обеспечения качества изложены в целом ряде опубликованных протоколов или стандартов. Те из них, которые наиболее широко признаны и используются при химических испытаниях, распределяются по трем группам и применяются в соответствии с собственными нуждами лаборатории. Эти три группы таковы:
- 2.4.1 ИСО/МЭК 17025:1999 (ссылка B1) Этот стандарт относится к технической компетенции лабораторий на проведение специфических испытаний и калибровок и широко применяется Органами по аккредитации лабораторий в качестве источника требований к аккредитации лабораторий.
- 2.4.2 ИСО 9001:2000 (ссылки B2 и B3) и его национальные и международные эквиваленты. Этот стандарт относится в основном к управлению качеством, к оборудованию для производства продукции или для обеспечения сервиса, включая химический анализ.
- 2.4.3 Директивы OECD, относящиеся к GLP (практике хорошей лаборатории) и их национальные и отраслевые эквиваленты. Эти директивы относятся к организационным процессам и условиям, в которых выполняются лабораторные исследования.

- 2.5 Помимо указанных, имеются подходы Total Quality Management (TQM -всеобщее управление качеством) к обеспечению качества, которые акцентируют внимание на непрерывном усовершенствовании. Главенствующим в этом руководстве является утверждение, что на техническом уровне хорошая практика в обеспечении качества при аналитической работе не зависит от принятой официальной системы обеспечения качества.
- 2.6 Лаборатория может принять решение о создании своих собственных процедур обеспечения качества или же она может следовать одному из признанных протоколов. В последнем случае она вправе требовать неофициального согласия на протокол или же в идеальном варианте может подвергнуться независимой оценке со стороны официальной экспертной организации с целью получить независимое подтверждение своей системы обеспечения качества. Такая независимая оценка/подтверждение известна как аккредитация, регистрация или сертификация, в зависимости от того, в соответствии с каким стандартом эта оценка проведена. В отдельных областях анализа аккредитация иногда обязательна, но в большинстве случаев лаборатория свободна в выборе того, какого рода критерии гарантии качества она хочет принять. Путь независимой оценки имеет общепризнанные преимущества, особенно в случаях, когда клиенты лаборатории требуют объективного доказательства критериев обеспечения качества на месте. для пояснения термина «аккредитация», используемого в настоящем Руководстве, смотрите ниже позиции 3.2 и 4.

### 3. ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Существует целый ряд важных терминов, применяющихся в управлении качеством, смысл которых изменяется в зависимости от контекста. Представляется существенным понять различие между разными терминами. Некоторые из них представлены здесь. Основная ссылка - Руководство 2 ИСО/МЭК:1996 (Ссылка В4). Другие термины можно найти в ИСО 9000:2000 (ссылка В5) (Примечание: ИСО 8402: 1994 - Качество - словарь был заменен).

**3.1 КАЧЕСТВО (Quality)** - степень соответствия присущих характеристик требованиям (ИСО 9000:2000)

**3.2 АККРЕДИТАЦИЯ (Accreditation)** - процедура, посредством которой признанный орган официально признает компетентность органа или лица выполнять конкретные работы (Руководство 2 ИСО/МЭК: 1996).

3.2.1 в аспекте лаборатории, выполняющей измерения, аккредитация – формальное признание того, что лаборатория компетентна в проведении определенных калибровок или испытаний или отдельных видов калибровок или испытаний. Механизм аккредитации описан в разделе 4, основным документом является ИСО/МЭК 17025:1999.

3.2.2 Аккредитация применяется также в плане деятельности, основанной на ИСО 9000, чтобы описать процесс, с помощью которого национальная организация признает компетентность органов по сертификации в оценке

и сертификации организаций на соответствие положениям стандартов ИСО серии 9000 (<<системы менеджмента качества>>).

**3.3 СЕРТИФИКАЦИЯ** (*Certification*) - процедура, посредством которой третья сторона документально удостоверяет, что продукция, процесс или услуга соответствуют заданным требованиям (Руководство 2 ИСО/МЭК: 1996). Основное отличие сертификации (иногда применяется термин «регистрация») от аккредитации заключается в том, что здесь не делается основной акцент на техническую компетентность.

**3.4 ОБЕСПЕЧЕНИЕ КАЧЕСТВА** (*Quality assurance*) - описывает все те мероприятия, которые лаборатория использует для обеспечения качества своих работ. Обычно эти мероприятия могут включать:

систему качества;  
подходящие условия работы в лаборатории;  
обученный, тренированный и квалифицированный персонал;  
процедуры повышения квалификации с регистрацией;  
подходящее оборудование, содержащееся в хорошем состоянии и калиброванное;  
процедуры контроля качества;  
документированные и оцененные на пригодность методики;  
прослеживаемость и неопределенность измерений;  
процедуры проверок и отчетности;  
предупреждающие и корректирующие действия;  
проверка квалификации;  
процедуры внутреннего аудита;  
процедуры рекламации;  
требования к реактивам, градуировочным образцам, измерительным стандартам и образцам сравнения.

**3.5 УПРАВЛЕНИЕ КАЧЕСТВОМ** (*Quality control*) – методы и виды деятельности оперативного характера, используемые для выполнения требований к качеству.

Процедуры управления качеством относятся к обеспечению качества отдельных проб или партий проб и включают:

анализ образцов сравнения/измерительных эталонов  
анализ «слепых» проб;  
применение образцов для контроля качества и контрольных карт;  
анализ холостых проб;  
анализ образцов с добавками  
анализ параллельных проб

Межлабораторные сравнительные испытания

Более подробно управление качеством и проверка квалификации описаны в разделе 21.

3.6 *АУДИТ И АНАЛИЗ (Audit and review)*: На практике аудит качества осуществляется в двух формах. Это проверка, выполняемая независимым внешним органом как составная часть процесса аккредитации, больше известная под названием оценка (assessment). Проверки качества, проводимые самой лабораторией, в ряде случаев подразделяются на аудит (audit), часто называемый «внутренний аудит», когда проверяется, чтобы процедуры обеспечения качества были эффективными и полностью осуществлялись, и на анализ (review). В последнем случае проверка проводится с целью подтверждения, что система обеспечения качества находится в соответствии с политикой организации в области качества и удовлетворяет всем требованиям, как лаборатории, так и органа по аккредитации (предполагая, что обстоятельства работы могли измениться). Анализ выполняется высшим руководством, ответственным за всю работу этой лаборатории.

В этом Руководстве термин «аудит» относится к внутреннему аудиту, а «оценка» – к внешнему аудиту.

3.7 *СТАНДАРТ (Standard)*: Этот термин в английском языке имеет несколько различных значений. Раньше он использовался в основном, во-первых, для обозначения общепринятых стандартов, т.е. для широко применяющихся процедур, спецификаций (технических условий), технических рекомендаций и т.д., а во-вторых – для обозначения физических и химических стандартов (эталонов), используемых для целей калибровки. В настоящем Руководстве, для избежания разночтений, термин «стандарт» используется для обозначения общепринятых стандартов, а термин «измерительный стандарт (эталон)» – для обозначения химических или физических эталонов, используемых для целей калибровки или поверки, например, реактивов установленной чистоты, растворов установленной концентрации, ультрафиолетовых фильтров, гирь и т.д. Стандартные образцы являются одной из категорий измерительных стандартов.

3.8 *ОБРАЗЕЦ СРАВНЕНИЯ (Reference material)*: Вещество или материал, обладающее свойствами однородности и стабильности в отношении одной или нескольких его характеристик, предназначенное для использования в целях калибровки оборудования, оценки пригодности методик измерения и при испытаниях материалов. (Руководство ИСО 30:1992, ссылка C1)

3.9 *СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ (Certified Reference Material)*: Образец сравнения, сопровождаемый сертификатом, одна или несколько характеристик которого аттестованы по соответствующей процедуре, устанавливающей его прослеживаемость в точном воспроизведении единиц, в которых выражена данная характеристика, и для которого каждое аттестованное значение сопровождается неопределенностью с установленным уровнем доверия. (Руководство ИСО 30:1992 – Ссылка C1)

**3.10 ЕДИНСТВО ИЗМЕРЕНИЙ (ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТЬ):** Свойство результата измерения или значения эталона, заключающееся в возможности установления его связи с соответствующими эталонами, обычно национальными или международными, посредством неразрывной цепи сличений, имеющих установленные неопределенности. (VIM 1993 — ссылка B6).

**3.11 НЕОПРЕДЕЛЕННОСТЬ ИЗМЕРЕНИЯ:** Параметр, связанный с результатом измерения и характеризующий разброс значений, которые с достаточным основанием могут быть приписаны измеряемой величине. (VIM 1993 - ссылка B6).

## 4. АККРЕДИТАЦИЯ

4.1 Ссылка на аккредитацию в этом и последующих разделах относится к ИСО/МЭК 17025:1999 (ссылка B1). Требования данного стандарта должны быть введены в практику лабораториями, аккредитованными органами по аккредитации в трехлетний срок, заканчивающийся в декабре 2002 года. Стандарт существенно расширен по сравнению с предыдущей версией и содержит несколько новых или расширенных требований, перечисленных ниже, но большинство этих требований ранее содержалось в дополнительных руководящих документах. В связи с этим перечень новых требований не так велик, как может показаться на первый взгляд. Таблица сравнения позиций ИСО/МЭК 17025: 1999 и предшествующего Руководства ИСО/МЭК 25:1990 приведена в Приложении С.

4.2 Коротко, ИСО/МЭК 17025 включает новые и расширенные требования по следующим вопросам:

- Анализ контракта - деятельность, проводимая до заключения контракта с целью удостовериться в том, что требования адекватно установлены и обслуживание полностью соответствует требованиям заказчика;
  - Приобретение услуг и запасов - политика и процедуры, необходимые для гарантирования того, что услуги и запасы соответствуют поставленной цели;
  - Отбор образцов - должны быть план и процедуры отбора образцов, т.к. отбор образцов - часть работы лаборатории;
  - Предупреждающее действие - постоянный поиск улучшения процессов с целью минимизации потребности в корректирующих действиях;
  - Оценка пригодности методов<sup>2</sup>, прослеживаемость и неопределенность измерений значительно расширен объем этих требований;
- Мнение и толкование - теперь это разрешено для протоколов испытаний.

4.3 Требования ведущих стандартов/протоколов в области качества имеют много общих или сходных элементов. Например, ИСО/МЭК 17025 содержит элементы системы качества ИСО 9001 (1994), которые применимы к лабораториям. Сравнение основных стандартов/протоколов приведено ниже:

<sup>2</sup> В англ. языке нет четкого разделения терминов «метод» и «методики». В настоящем Руководстве данные термины могут пересекаться, тогда истинное значение термина можно определить по контексту. - Прим. пер.

**CITAC/Eurachem Guide**

Наименование	ИСО/МЭК 17025:1999	ИСО 9001:2000	ОЕСО GLP 1998
Область распространения	1	1	Раздел 1-1
Нормативные ссылки	2	2	
Термины и определения	3	3→ИСО 9000:2000	Раздел 1-2
Требования к управлению	4	Различные	Раздел 11-1.1
Организация	4.1		
Директор по обучению			Раздел 11-1.2
Менеджер по качеству	4.1.5	5.5.2	QMLP персонал
Система качества	4.2	4	Раздел 0-2
Политика в области качества	4.2.2	5.3	
Руководство по качеству	4.2.2	4.2.2	
Обязательства руководства лаборатории	4.2.2	5.1	
Управление документацией	4.3	4.2.3	
Утверждение и выпуск документов	4.3.2	4.2.3	
Изменения в документах	4.3.3	4.2.3	Раздел П-7.1
Анализ запросов, заявок и контрактов	4.4	7.2	
Субподряды	4.5		
Приобретение услуг и запасов	4.6	7.4	
Верификация закупленной продукции	4.6.2	7.4.3	Раздел П-62.3
Ориентация на потребителя		5.2,8.2.1	
Обслуживание клиентов	4.7	7.2.3	
Претензии	4.8	7.2.3	
Управление несоответствующей работой	4.9	8.3	
Совершенствование		8.5	
Анализ причин	4.10.2	8.5.2	
Корректирующее действие	4.10.3, 4.10.4	8.5.2	
Предупреждающее действие	4.11	8.5.3	
Управление регистрацией данных	4.12	4.2.4	Раздел 11-10
Внутренний аудит	4.13,4.10.5	8.2.2	Раздел 11-2.2
Анализ со стороны руководства	4.14	5.6	
Общие технические требования	5.1		
Персонал	5.2	6.2	Раздел 11-1.3
Помещения и условия окружающей среды	5.3	6.3, 6.4	Раздел П-3
Методы испытаний и калибровок	5.4	7.5.1	Раздел 11-7
Оценка пригодности методов	5.4.5	7.5.2	
Неопределенность измерения	5.4.6		
Проверки расчетов и передачи данных	5.4.7.1		Раздел 11-8.3
Оценка автоматизированного оборудования	5.4.7.2	6.3	Раздел 11-1.1.2 (q)
Оборудование	5.5	7.5.1	Раздел 11-4
Валидация оборудования	5.5.2	7.5.1, 7.5.2	Раздел 11-5.1
Прослеживаемость измерений	5.6	7.6	
Калибровка	5.6	7.6	Раздел 11-4.2

Исходные эталоны и стандартные образцы	5.6.3	7.6	Раздел II-6
Отбор образцов	5.7		
Обращение с изделиями, подлежащими Испытаниям или калибровке (транспортировка/хранение/идентификация/ размещение)	5.8	7.5.5	
Идентификация образцов	5.8.2	7.5.3	Раздел II-8.3.1
Обеспечение качества результатов измерений	5.9	7.5.1, 7.6, 8.2.3, 8.2.4	Раздел II-2
Отчетность о результатах	5.10		Раздел II-9
Мнения и толкования	5.10.5		
Электронная передача результатов	5.10.7		
Изменения в отчетах	5.10.9	8.3	Раздел II-9.1.4

Примечание: Обзор дан для приведения требований по качеству раздела 4 ИСО/МЭК 17025:1999 (основанного на ИСО 9001:1994) в соответствии с ИСО 9001:2000.

4.4 Аккредитация предоставляется лаборатории на определенный перечень работ (т.е. испытаний или калибровки) после оценки такой лаборатории. Такие оценки обычно включают проверки аналитической процедуры в действии, системы качества и документации по качеству. Аналитические процедуры должны быть проверены для гарантии того, что они являются технически пригодными для применения в намеченных целях и что они прошли оценку (валидацию). Выполнение испытаний должно быть засвидетельствовано для гарантии того, что документированные методики их проведения соблюдались и в самом деле могли быть соблюдены. Также может быть проверена деятельность лаборатории по внешним программам контроля профессиональных качеств. Экспертиза может также включать «процедурную проверку», где от лаборатории требуется проанализировать пробы, предоставленные органом по аккредитации, с соответствующим уровнем точности. Процедурная оценка – эффективная форма проверки профессиональных качеств (см. раздел 21).

4.5 Лаборатория ответственна за то, чтобы все процедуры соответствовали поставленной цели. Аккредитация включает оценку процесса экспертизы «соответствия цели».

4.6 Каждый орган по аккредитации имеет строго установленные процедуры, в соответствии с которыми он и действует, проводит оценку лабораторий и дает согласие на аккредитацию. Например, для аккредитации по стандарту ИСО 17025:1999, сами органы по аккредитации обычно работают по требованиям стандартов, основанных на Руководстве ИСО 58 (ссылка С8). Аналогично, органы, предлагающие схемы сертификации, работают по Руководству ИСО/МЭК 62 (Ссылка С9)

4.7 Таким же образом по специальным критериям отбираются эксперты. Например, для экспертов, назначенных проводить оценку для аккредитации согласно ИСО/МЭК 17025:1999, критерии отбора установлены в Руководстве ИСО 58 и предусматривают требования в отношении технической экспертизы в определенных сферах деятельности.

- 4.8 Польза аккредитации состоит в том, что она позволяет потенциальному заказчику лаборатории иметь определенную степень доверия к качеству работы, выполняемой этой лабораторией. Многочисленные международные разработки означают, что подтверждение, предоставляемое аккредитацией и другими видами экспертизы, могут иметь мировое признание. Многие органы по аккредитации лабораторий (которые были оценены и признаны удовлетворяющими необходимым требованиям см. выше 4.6), подписали многостороннее соглашение (Соглашение ИЛАК) о взаимном признании совместимости схем аккредитации. Подобные международные соглашения разработаны для взаимного признания программ сертификации.
- 4.9 Рекомендации, изложенные ниже, должны применяться к лабораториям, добывающимся аккредитации по стандарту ИСО/МЭК 17025, сертификации по ИСО 9001, или соответствия критериям GLP.

## 5. ОБЛАСТЬ РАСПРОСТРАНЕНИЯ

- 5.1 Лаборатория может применять обеспечение качества ко всей или к части своей деятельности. Когда некая лаборатория претендует на признание соответствия требованиям сертификации или аккредитации по особому стандарту, важно, чтобы было ясно, к чему применяется это соответствие - к сертификации или аккредитации. Официальное изложение видов деятельности, на которые проводится аккредитация по ИСО 9001 или по ИСО/МЭК 17025, известно как "область аккредитации". ИСО 9000 и GLP требуют только краткого описания видов деятельности, тогда как ИСО/МЭК 17025 подразумевает развернутый список испытаний, охватываемых аккредитацией.
- 5.2 Управление качеством сопровождается четким и ясным изложением деятельности, которое в идеале должно установить область работы, охватываемую лабораторией, но не ограничивая деятельность лаборатории. Разные стандарты по качеству дают различные правила, однако в соответствии с ИСО/МЭК 17025 область аккредитации обычно может быть определена в виде:
- а) перечня продуктов, материалов или видов проб, подлежащих испытанию или анализу;
  - б) измерения или виды измерений, которые выполняются в лаборатории;
  - в) спецификация или используемые методы, оборудование, методики;
  - г) диапазоны концентрации и соответствующая им неопределенность.
- 5.3 Определение области аккредитации в строгих терминах очевидно наиболее применимо к лабораториям, выполняющим массовые испытания по установившимся методикам. Там, где выполняются немассовые испытания, желателен более глубокий подход к определению области аккредитации, однако она должна быть как можно более конкретизирована, а система обеспечения качества, используемая постоянно лабораторией, должна гарантировать, что качество результатов исследования находится под контролем.

5.4 Желание лаборатории изменить область своей аккредитации либо путем введения дополнительных испытаний, либо изменением методологии существующих испытаний, требуют согласия органа по аккредитации, который должен иметь определенную политику для таких ситуаций. В идеальном случае эта политика должна быть как можно более гибкой. Обычно можно было бы разрешить простые изменения путем проверки документации. Для более сложных изменений, когда привлекаются новые методики, может потребоваться дополнительная экспертиза.

## 6. АНАЛИТИЧЕСКАЯ ЗАДАЧА

6.1 Анализ представляет собой сложное многостадийное исследование, которое может быть представлено в виде суммы последовательных задач. Соответствующие разделы имеются в настоящем Руководстве. Не всякая стадия потребуется каждый раз при выполнении массового анализа. В действительности анализ часто является в большей мере итеративным процессом, нежели последовательной серией шагов, перечисленных ниже:

- . Спецификация требований - раздел 7
- . Рассмотрение и анализ информации\*
- . Творческая идея/подход\*
- . План исследования\* - раздел 8
- . Отбор проб - раздел 22
- . Подготовка проб
- . Предварительный анализ\*
- . Идентификация/подтверждение состава
- . Количественный анализ
- . Сбор и рассмотрение данных
- . Интерпретация полученных результатов/решение проблемы .
- Составление отчета (сообщения)/совет

Позиции, отмеченные знаком\*, более значимы в случае немассового анализа.

Процесс описан в виде стрелочной диаграммы на рис. 1 раздела 19.

6.2 Несмотря на то, что разные стандарты выделяют различные аспекты обеспечения качества, а некоторые из вышеуказанных этапов прямо не охвачены, представляется важным, чтобы обеспечение качества каждой стадии исследования было бы рассмотрено лабораторией и, где уместно, было бы учтено.

## 7. СПЕЦИФИКАЦИЯ АНАЛИТИЧЕСКИХ ТРЕБОВАНИЙ

7.1 Лаборатория должна предоставлять своим заказчикам такое обслуживание, которое пригодно для решения их задач.

7.2 Основой хорошего анализа является четкая и адекватная спецификация требования. Она должна разрабатываться в сотрудничестве с заказчиком, который может нуждаться в значительной помощи для представления своих функциональных требо-

ваний в виде специальной аналитической задачи. Аналитические требования также могут быть разработаны в ходе заказа, но в дальнейшем не должны изменяться. Любые изменения, по-видимому, должны исходить от заказчика, но согласовываться с лабораторией. Спецификация заявки на анализ должна быть адресована к следующим вопросам:

- Аналитический контекст
- Требуемая информация
- Критический/приемлемый риск
- Ограничения по времени
- Ограничения по стоимости
- Отбор образцов
- Требования к обеспечению единства измерений
- Неопределенность измерения
- Требования к методике, включая пробоподготовку
- Идентификация/подтверждение/снятие «отпечатков пальцев»
- предельные характеристики
- требования к обеспечению качества/контролю качества
- требования к плану исследования/утверждение

7.3 Уровень документации должен быть соразмерен масштабу и важности задачи и должен включать выпуск «информационного обзора» и «творческих идей/подходов».

## 8. АНАЛИТИЧЕСКАЯ СТРАТЕГИЯ

8.1 Вся аналитическая работа должна быть адекватно спланирована. Такой план может быть, в своей наиболее простой форме, просто записью в блокноте. Более подробных планов следует ожидать в случае задач большего масштаба и сложности. Для работы, выполняемой в соответствии с GLP, существует особое требование. Оно состоит в том, что работа должна осуществляться согласно документированному плану исследования.

8.2 Обычно планы должны указывать начальную и предполагаемую конечную фазу частной задачи, а вместе с тем и стратегию достижения желаемой цели. Если по ходу работы оказалось нужным изменить стратегию, то план должен быть соответствующим образом исправлен.

## 9. ЕДИНИЧНЫЙ АНАЛИЗ

9.1 Единичный анализ может рассматриваться либо как массовый анализ, когда установлена надежная методология, но не часто выполняемый, либо как задачи, в которых каждый образец требует несколько иного подхода и собственной методологии. Руководство дано в ссылке A1.

9.2 Стоимость химических измерений отражает затраты на различные стадии разработки методики, оценку пригодности, расходные изделия и материалы, контрольно-измерительную аппаратуру, ремонт, обслуживание, затраты на персонал,

калибровку, контроль качества и т.д. Многие из указанных затрат не зависят от числа образцов, впоследствии проанализированных с использованием этого метода. Так, если может быть использован единый метод в отношении большого числа образцов, затраты на единичные анализы будут сравнительно низкими. Если же метод должен быть специально разработан для анализа только небольшого числа образцов, единичные аналитические затраты могут быть весьма высокими. Для такого нестандартного анализа некоторые из затрат могут быть снижены использованием общеупотребительных и широко применимых приемов. В других случаях, заключение контракта с лабораторией, которая специализируется в конкретной области, было бы наиболее эффективным решением. В любом случае, когда работы проводятся в соответствии с договором, то обязательно имеют место процедуры обеспечения качества.

- 9.3 Анализ можно упрощенно описать в виде стадии выделения и стадии определения. В редких случаях аналит может быть определен без предварительного отделения от матрицы. Таким образом, целью стадии выделения является упрощение состава образца, в котором в итоге определяется аналит. Часто процедура выделения может очень мало изменяться для широкого круга аналитов в целом ряде матриц образца. Хорошим примером общей методики выделения является техника разложения для выделения следов металлов в продуктах питания.
- 9.4 Аналогичным образом, как только аналит выделен из матрицы образца и представлен в сравнительно чистой среде, например, в растворителе, становится возможным применить один общий метод для определения широкого круга аналитов. Примером могут служить газовая хроматография, а также спектрофотометрия в видимой и ультрафиолетовой областях.
- 9.5 Документация таких общих методов должна быть построена так, чтобы ее можно было легко приспособить к незначительным изменениям, которые касаются экстракции, очистки или определения различных аналитов, например, путем использования таблиц. Вид параметров, которые могли бы изменяться – это размер образца, объем и тип экстрагирующих растворителей, условия экстракции, хроматографические колонки или условия разделения, а также установленные длины волн в спектрометре.
- 9.6 Ценностью таких методов для нестандартного анализа является то, что когда неожиданно встречается новое сочетание «аналит-матрица», часто становится возможным включить его в рамки существующего общего метода с соответствующей дополнительной оценкой пригодности, вычислениями погрешности измерения и документированием. Таким путем понесенные дополнительные затраты уменьшаются по сравнению с затратами на разработку совершенно нового метода. Метод должен установить проверки, которые необходимо будет выполнить в случае нового аналита или вида образца для того, чтобы проконтролировать эффективность и правильность данного анализа. Потребуется запротоколировать достаточный объем информации для того, чтобы исследование могло быть повторено точно таким же образом в последующее время. Когда единичный анализ со временем становится массовым (рутинным), то методика полностью должна быть оценена на пригодность и задокументирована.

9.7 Имеется возможность аккредитации такой деятельности и органы аккредитации должны иметь соответствующую линию поведения в отношении экспертизы такого рода методов и описывать их в спецификации по аккредитации лабораторий. Лаборатория должна продемонстрировать эксперту, что на практике используются такие методики, и что при этом удовлетворяются все критерии стандарта качества. В особенности наработка опыта, проверка и повышение квалификации участвующего в работе персонала должны быть главными факторами при решении, могут или не могут такие анализы быть аккредитованы.

## 10. ПЕРСОНАЛ

10.1 Руководство лаборатории должно определить минимальные уровни квалификации и опыта, необходимые для назначения на ключевые места в лаборатории. Химический анализ должен выполняться квалифицированным и многоопытным аналитиком или же под наблюдением такового. Остальной высший персонал лаборатории должен, как правило, иметь такую же квалификацию. Иные уровни квалификации могут быть приемлемы, если персонал имеет обширный, относящийся к данному виду занятий, опыт, и/или область деятельности лаборатории ограничена. Лица с ученой степенью, как правило, должны иметь, по меньшей мере, двухлетний стаж работы в соответствующей области, чтобы считаться опытными аналитиками. Лица в процессе обучения или не обладающие необходимой квалификацией, могут брать на себя аналитические работы, при условии, что они в очевидном порядке получили адекватный уровень квалификации и находятся под компетентным наблюдением.

10.2 При некоторых условиях минимальные требования в отношении квалификации и опытности персонала, выполняющего анализы определенного типа, могут быть специально документированы.

10.3 Лаборатория должна гарантировать, что весь персонал прошел курсы повышения квалификации, достаточные для компетентного выполнения испытаний и эксплуатации оборудования. Где возможно, эти курсы должны включать обучение частным методикам анализа. Там, где можно, для проверки уровня достижений во время обучения должны применяться объективные критерии. Только те аналитики, которые могут продемонстрировать необходимую компетентность или находятся под соответствующим наблюдением, вправе выполнять испытания проб. Компетентность в динамике должна отслеживаться, например, с использованием методик контроля качества. Необходимость периодической переподготовки персонала должна рассматриваться тогда, когда метод или методика применяются непостоянно. Хотя руководство лаборатории несет ответственность за гарантию того, что обеспечивается адекватное обучение, необходимо подчеркнуть, что существует сильный элемент самосовершенствования, особенно среди опытных аналитиков.

10.4 Лаборатория должна содержать в порядке записи об обучении, полученном каждым членом ее персонала. Целью таких записей является доказательство того, что каждый член персонала получил достаточное обучение, и была проверена его компетентность в выполнении отдельных аккредитованных испытаний. В ряде

случаев может быть уместным установить отдельные ограничения в компетентности. Записи в типовом исполнении должны включать:

- а) образование;
- б) прослушанные внешние и внутрилабораторные курсы;
- в) соответствующее обучение на рабочем месте (и если нужно переобучение).

Также возможно:

- г) участие в программах (проектах) испытаний специальной подготовки с указанием связанных с этим данных;
- д) опубликованные специальные работы и презентации на конференциях.

10.5 В некоторых случаях может оказаться более подходящим делать записи о компетенции в аспекте владения специальными методиками, а не методами.

10.6 Доступ к таким записям по обучению необходим в ходе каждодневной работы. Доступ к иным записям, касающимся персонала, обычно хранящимся централизованно лабораторией и содержащим личностные характеристики, может быть ограничен национальным законодательством по защите информации.

## 11. ОТБОР, ОБРАБОТКА И ПОДГОТОВКА ПРОБ

11.1 Необходимость проведения аналитических испытаний может возникнуть по различным причинам, в том числе для определения среднего значения концентрации аналита в материале, определение распределения концентрации аналита в различных сечениях материала, оценка локального загрязнения материала. В некоторых случаях, например, судебного расследования, может быть целесообразно провести испытание всего материала. В других случаях будет уместным отобрать пробу. Ясно, что способ отбора образца зависит от задачи анализа.

11.2 Важность стадии пробоотбора невозможно переоценить. Если аналитическая проба не является представительной для исходного материала, то будет невозможно отнести результат анализа к исходному материалу, независимо ни от того насколько хороша аналитическая методика, ни от того насколько тщательно выполнен анализ. План отбора проб может быть случайным, систематическим, последовательным и т.д. и применяться для получения количественной или качественной информации или для определения соответствия или несоответствия спецификации.

11.3 Пробоотбор всегда вносит вклад в неопределенность измерений. По мере того, как аналитическая методология совершенствуется, и методы позволяют (или требуют) использовать все меньших порций исследуемого материала, неопределенность, связанная с отбором проб, становится все более важной и увеличивается ее вклад в суммарную неопределенность аналитического процесса. Неопределенность, связанная с отбором аналитической пробы, всегда должна включаться в неопределенность результата испытания, тогда как неопределенность, обусловленная основным процессом пробоотбора обычно рассматривается и учитывается отдельно.

- 11.4 Во многих областях химического анализа рассматривались проблемы, связанные с отбором проб, аттестовывались и публиковались соответствующие методики. Когда это целесообразно, аналитики должны обращаться к национальным или отраслевым стандартам. Когда специфические методы пробоотбора недоступны, аналитик должен полагаться на собственный опыт или заимствовать методы из аналогичных сфер применения. При малейшем сомнении, материал и все пробы, отобранные от него, должны рассматриваться как гетерогенные (неоднородные).
- 11.5 Отбор подходящего образца или образцов из большого количества материала является весьма важной стадией в химическом анализе. Эта процедура редко бывает простой. В идеале, если конечный результат должен иметь какое-либо практическое значение, то стадия пробоотбора должна выполняться опытным специалистом или под его непосредственным руководством, при понимании общего хода анализа. Такими лицами могут быть квалифицированные аналитики или кто-либо, специально обученный пробоотбору. Если использование для пробоотбора столь ценных специалистов признается лабораторией нецелесообразным, то одобряется поддержание связи с заказчиком для получения информации, а возможно и реальной помощи, для выполнения пробоотбора наиболее подходящим образом. Весьма распространенным заблуждением является недооценка важности процедуры пробоотбора и поручение его неопытным и необученным служащим.
- 11.6 Терминология, используемая в пробоотборе, сложна, трудна для понимания и может привести в замешательство. Кроме того, термины, которые при этом используются, могут быть непоследовательными и противоречивыми при переходе от одной пробы к другой. При документировании процедуры пробоотбора важно обеспечить то, чтобы все используемые термины были четко определены, с тем, чтобы процедура стала ясной для других пользователей. При сравнении двух процедур следует гарантировать согласование терминологии. Например, нужно быть внимательным при использовании слова "bulk" (объем), потому что оно может относиться либо к комбинации отдельных проб, либо к недифференцированной массе материала, подлежащего анализу.
- 11.7 Одна из лучших трактовок терминологии пробоотбора представлена в рекомендациях, которые опубликованы IUPAC (ссылка E7), и описывают термины, использующиеся при отборе проб насыпных и упакованных товаров. В приведенном примере процедура отбора проб включает путь от массива (исходной партии) (*consignment*), через выборочную (лот или партия) (*lots, batches*), точечные пробы (*increments*), первичные (*primary*) или грубые (*gross*) пробы, композитные (*composite*) или агрегатные (*aggregate*) пробы, субпробы (*subsamples*) или вторичной (*secondary*) пробы к лабораторной (*Laboratory*) пробе. Лабораторная проба, будучи также неоднородной, далее должна пройти обработку для получения аналитической пробы (*test sample*). Приход к лабораторной либо к аналитической пробе, как считают, означает завершение процедуры пробоотбора. Операции, выполняемые в ходе этой процедуры, являются потенциальными источниками неопределенности пробоотбора.
- 11.8 Для успешного использования рекомендаций, приводимых ниже, используются следующие определения, предложенные IUPAC:

*Проба* — часть материала, отобранная для представления всего материала.

*Пробообработка* – манипуляции, которым подвергается проба в ходе процесса пробоотбора, начиная с отбора от исходного материала до получения аналитической пробы.

*Субпроба* - часть пробы, полученная путем отбора или в процессе деления; или отдельная единица из выборки, взятой в качестве пробы; или итоговая единица многостадийного отбора проб.

*Лабораторная проба* - первичный материал, доставленный в лабораторию.

*Аналитическая проба* - проба, подготовленная из лабораторной пробы.

*Пробоподготовка* - процедуры, выполняемые для выделения исследуемой части из пробы или субпробы и включающая: внутрилабораторную обработку, смешивание, сокращение, квартование, рифление, измельчение, растирание.

*Аналитическая порция* - часть пробы, отвешенная или отмеренная для проведения анализа.

11.9 Полученная *лабораторная проба* может требовать последующую обработку, например, последующее разделение и дробление или растирание, предшествующие анализу.

11.10 Если не указаны специальные требования, то аналитическая порция должна быть представительной по отношению к лабораторной пробе. Для обеспечения гомогенности аналитической порции может быть необходимым добиться оптимального размера частиц путем растирания или дробления. Если лабораторная проба слишком большая, то до дробления и растирания ее нужно измельчить. Нужно быть внимательным, чтобы не допустить сегрегации во время доизмельчения. В особых случаях может быть необходимым разбивание или грубое дробление пробы до разделения на аналитические пробы. Проба может быть разделена различными способами, в том числе методами конуса и квадрата, рифления или с помощью вращающегося сепаратора или центрифуги. Достижение оптимального размера частиц возможно вручную (ступка и пестик) или механически с использованием дробилок и измельчителей. Нужно следить за тем, чтобы проба не загрязнилась в процессе, что оборудование не вносит загрязнения (навр., металлами) в пробу, и что не изменяется структура (состав) пробы (напр., потеря влаги) во время дробления и растирания. Многие стандартные методики анализа содержат раздел, описывающий подготовку лабораторной пробы до перехода к аналитическим навескам для анализа. В остальных случаях это устанавливается в отдельных документах.

11.11 Аналитическая операция начинается со взятия аналитической порции от лабораторной пробы или аналитической пробы и проходит через различные операции до конечного измерения.

11.12 Ниже перечислены важные правила, которыми нужно руководствоваться при разработке, внедрении и применении стратегий пробоотбора:

11.12.1 Необходимо полное понимание проблемы, требующей отбора проб и проведения их последующего анализа, а также соответствующей

процедуры пробоотбора. Примененная стратегия пробоотбора зависит от характера проблемы, например:

- а) требуется определить среднюю концентрацию аналита в материале;
- б) нужно определить распределение аналита в материале;
- в) подозревается загрязнение материала специфическим аналитом;
- г) примеси (загрязняющие вещества) могут быть гетерогенно распределены (очаги загрязнений) в материале;
- д) могут иметься другие (неаналитические) факторы, которые требуют учета, включая природу исследуемой области.

11.12.2 Предполагая, что материал является однородным, необходимо соблюдать осторожность, даже если кажется, что это так. Когда материал явно представлен двумя или более физическими фазами, распределение аналита может изменяться в каждой из них. Может оказаться необходимым разделить эти фазы и рассматривать их как отдельные образцы. В других случаях может быть следует объединить и гомогенизировать эти фазы для того, чтобы сформировать единый образец. В случае твердых тел может иметь место значительное изменение концентрации аналита, если существенно варьируется фракционный состав основного материала. Необходимо иметь в виду эффект естественного разделения материала по фракциям. Может оказаться целесообразным до отбора проб, если это возможно, перемешать материал для обеспечения представительности фракционного состава. Концентрация аналита может также изменяться в объеме твердого тела, когда его части подвергались различным воздействиям. Примером служит определение мономера винилхлорида при изготовлении поливинилхлоридных бутылок. Концентрация мономера винилхлорида значительно изменяется в зависимости от того, была ли она определена в горле, в расширяющейся части, в стенке или в доньшке бутылки.

11.12.3 должны быть учтены свойства представляющего интерес аналита. Летучесть, чувствительность к свету, термостабильность и химическая реакционная способность могут быть существенны при планировании стратегии пробоотбора, выборе оборудования, упаковки и условий хранения. Оборудование, используемое при отборе проб, субпроб, пробообработке, пробоподготовке и извлечении аналита, должно быть выбрано так, чтобы избежать непреднамеренных изменений природы пробы, могущих повлиять на итоговые результаты. Необходимо учесть значительность погрешностей измерения массы и объема в процессе пробоотбора. Может быть целесообразным внесение в пробу для ее стабилизации таких химикатов, как кислоты или антиокислители. Особенно важно это при определении микропримесей, когда существует опасность адсорбции аналита на стенках контейнера, используемого для хранения пробы.

- 11.12.4 Может иметь смысл рассмотрение использования и ценности оставшегося после взятия пробы исходного материала. плохо продуманный пробоотбор, особенно связанный с разрушением материала, может сделать негодным весь исходный объем материала.
- 11.12.5 Какая бы стратегия пробоотбора ни использовалась, очень важно, чтобы лицо, выполняющее отбор проб, постоянно вело четкую запись проводимых процедур для того чтобы весь процесс мог быть в точности воспроизведен.
- 11.12.6 Если из исходного материала отбирается более одной пробы, может оказаться полезным включение в документацию схемы пробоотбора. В дальнейшем это может облегчить пробоотбор, а также помочь сделать выводы из результатов испытаний. Типичным применением такого рода схем является отбор проб почв с большой площади с целью проследить выпадение осадков из выбросов дыма.
- 11.12.7 Когда лаборатория не несет ответственности за стадию пробоотбора, необходимо указать в отчете, что пробы анализировались в том виде, в каком они были получены. Если же лаборатория осуществляет стадию пробоотбора или же руководит ей, следует привести сведения о методике пробоотбора и прокомментировать все вытекающие отсюда ограничения, налагаемые на результаты.
- 11.13 Упаковка проб и оборудование, которое используется при операциях с пробами, должны выбираться так, чтобы все поверхности, соприкасающиеся с пробой, были в основном инертными. Особое внимание нужно обращать на возможность загрязнения проб металлами или пластификаторами, выщелачивающимися из контейнера или его пробки в образец. Тара также должна обеспечивать условия, при которых с пробой можно было бы обращаться, не подвергая ее химической, микробиологической или какой-либо другой опасности.
- 11.14 Тара должна быть плотно закупорена, чтобы не происходила утечка пробы из контейнера, и чтобы в саму пробу не могли попасть загрязнения. В некоторых случаях, например, когда образцы были отобраны в арбитражных целях, проба должна быть упакована так, чтобы доступ к ней был возможен только при нарушении упаковки. Подтверждение удовлетворительного состояния упаковки, как правило, является частью аналитического отчета.
- 11.15 Этикетка при пробе - важный аспект документации и она должна позволить однозначно идентифицировать пробу по соответствующим записям. Этикетирование особенно важно в более продолжительном аналитическом процессе, когда проба могла быть разделена, претерпела отбор субпробы или каким-либо способом была модифицирована. В таких случаях может стать целесообразной дополнительная информация, например, ссылки на основную пробу и на любой процесс, использованный для выемки или отбора субпробы из данной пробы. Этикетка должна быть прочно прикреплена к таре с пробой и, там где это нужно, быть устойчивой к выцветанию, автоклавированию, проливам (просыпке) самой пробы или реактивов, к допустимым изменениям температуры и влажности.

- 11.16 Ряд проб, например, вовлеченные в судебный процесс, могут иметь особые этикетки и требования к документированию. Может потребоваться, чтобы этикетка позволяла определить всех тех, кто соприкасался с пробой, в том числе лицо, отбиравшее пробу и аналитика, проводившего испытание. Это может быть подкреплено расписками в получении, чтобы засвидетельствовать, что один подписавшийся передал пробу следующему подписавшемуся. Таким образом доказывается, что была сохранена преемственность при работе с пробой. Это общеизвестно как «цепь безопасности»
- 11.17 Пробы должны храниться так, чтобы не создавалось никакой опасности для персонала лаборатории, и чтобы была сохранена целостность пробы. Хранилище проб должно содержаться в чистоте и быть устроено так, чтобы отсутствовал риск загрязнения (в том числе взаимного), а также повреждения контейнера или соответствующей упаковки. Следует избегать экстремальных значений параметров внешней среды. Это может привести к изменению состава пробы, например, к потере аналита из-за распада или адсорбции или к увеличению концентрации аналита (микотоксины). При необходимости следует использовать мониторинг внешней среды. Нужно использовать надлежащие меры для недопущения несанкционированного доступа к пробам.
- 11.18 Весь персонал, имеющий отношение к управлению системой обработки проб, должен пройти соответствующее обучение. В лаборатории должна быть документированная процедура хранения и уничтожения проб. Процедура уничтожения проб должна учитывать рекомендации, изложенные выше.
- 11.19 Чтобы наиболее полно оценить аналитический результат с целью подтверждения соответствия или для других целей, важно знать план пробоотбора и его статистическую основу. Методики пробоотбора для оценивания переменных параметров предполагают, что все характеристики измеряемы и подчиняются нормальному закону распределения. В то время как пробоотбор с целью контроля по постоянным признакам есть методика, в которой либо единица продукции оценивается как соответствующая или несоответствующая, либо как число несоответствий в единице продукции установленным требованиям. При контроле по постоянным признакам существует опасность принятия/непринятия несоответствия, предопределенного *приемлемым уровнем качества (acceptable quality level)* или *предельным качеством (limiting quality)*.

## 12. ОКРУЖАЮЩАЯ СРЕДА

- 12.1 Пробы, реактивы, измерительные эталоны и образцы сравнения должны храниться с гарантией их целостности. В частности, пробы должны храниться таким образом, чтобы не допустить их загрязнения. Лаборатория должна обеспечить их защиту от порчи, загрязнения и потери идентифицируемости.
- 12.2 Чтобы гарантировать качество выполняемых работ, условия работы в лаборатории должны быть нестесненными, рабочие места чистыми и прибранными.
- 12.3 Может быть необходимым ограничение допуска в отдельные зоны лаборатории из-за характера выполняемых там работ. Ограничения могут быть введены по причине безопасности, или чувствительности к загрязнениям или наложениям. Типичными

- оборудование для измерения объема (например, колбы, пипетки, пикнометры, бюретки и т.д.) И измерительные приборы (например, пгмометры, вискозиметры, термометры, таймеры, спектрометры, хроматографы, электрохимические измерители, весы и т.д.)
- физические измерительные стандарты (гири, образцовые термометры);
- компьютеры и процессоры для обработки данных.

### *13.2 Вспомогательное оборудование общего назначения*

- 13.2.1 Техническое обслуживание вспомогательного оборудования, как правило, заключается в очистке и проверке на безопасность. Калибровка или контроль технических характеристик необходимы тогда, когда настройка может существенно повлиять на результат испытания или анализа (например, температура в муфельной печи, или в термостате). Подобные проверки должны быть документированы.

### *13.3 Оборудование для измерения объема и измерительные приборы.*

- 13.3.1 Правильное использование данного оборудования имеет решающее значение для аналитических измерений. Поэтому такое оборудование должно правильно использоваться и калиброваться с учетом внешних условий (разд. II). Правильное применение некоторой волюметрической (и связанной с измерением объема) стеклянной посуды зависит от специфических факторов, которые в свою очередь зависят от чистоты посуды И т.п. Требуя соблюдения строгих процедур для правильного применения, такое оборудование может требовать в зависимости от характера использования более частой калибровки. Так, например эксплуатационные свойства пикнометров, U-образных вискозиметров, пипеток и бюреток зависят от "смачиваемости" и поверхностного натяжения. Методы очистки должны выбираться так, чтобы не ухудшать эти свойства.
- 13.3.2 Необходимо обращать внимание на возможность загрязнения, протекающего либо от устройства самого оборудования, которое может быть не инертным, либо от загрязнения, вызванного предыдущим использованием. В случае волюметрической стеклянной посуды методы очистки, хранения, изолирования могут оказаться решающими, особенно для определения микропримесей, когда могут быть существенными выщелачивание и адсорбция.
- 13.3.3 Правильное использование с периодически проводимым техническим обслуживанием, очисткой и калибровкой не обязательно обеспечит удовлетворительную работу прибора. По возможности необходимо проводить повторные проверки работоспособности (например, контроль отклика, стабильности и линейности источников, сенсоров и детекторов, разделяющей способности хроматографических систем, разрешающей способности, настройка и правильность установки длины волны в спектрометрах и т.д.). См. Приложение В.

- 13.3.4 Частота таких контрольных проверок работоспособности приборов может быть оговорена в инструкции по эксплуатации или в методике. Если частота таких проверок не оговаривается, то она может быть определена опытным путем в зависимости от типа прибора и его предыдущего использования. Интервалы между последовательными проверками должны быть меньше, чем тот промежуток времени, по прошествии которого выходные параметры прибора выходят за допустимые пределы.
- 13.3.5 Часто бывает возможным осуществление контрольных испытаний (проверки пригодности системы) в рамках проведения испытаний по какой-либо методике (например, основанной на уровнях ожидаемого отклика детектора или сенсора на измерительные стандарты, выделение измерительных стандартов в разделяющих системах, спектральных характеристик измерительных стандартов и т.д.). Эти проверки должны быть с удовлетворительными результатами проведены перед использованием оборудования.

#### *13.4 Физические измерительные стандарты*

- 13.4.1 Там, где физические параметры являются решающими для правильного выполнения определенного испытания, лаборатория должна иметь *I* в своем распоряжении в качестве средства калибровки соответствующие физические измерительные стандарты.
- 13.4.2 В ряде случаев испытание и его параметры фактически задаются параметрами отдельных частей испытательного оборудования. В этих случаях необходим контроль для того чтобы подтвердить соответствие оборудования проводимым испытаниям. Например, значение температуры вспышки для определенного огнеопасного образца зависит от размеров и геометрии прибора, используемого при испытании.
- 13.4.3 Измерительные стандарты и все сопроводительные сертификаты следует хранить и использовать так, чтобы сохранить статус калибровки. Особое внимание должно быть уделено рекомендациям по хранению, данным в документации на измерительный стандарт.

*13.5 Компьютеры и процессоры для обработки данных.* Требования к компьютерам изложены в разделе 20.

#### 14. РЕАКТИВЫ

- 14.1 Качество реактивов и других используемых материалов должно соответствовать целям предполагаемого использования. Особое внимание нужно уделять выбору, покупке, приемке и хранению реактивов.
- 14.2 Степень чистоты любого используемого реактива (включая воду) должна быть указана в методике и в конкретном руководстве по правилам приготовления, хранения и использования реактивов. Руководство должно учитывать токсичность, воспламеняемость, устойчивость к нагреву, к воздействию воздуха и света, способность реагировать с другими химическими соединениями, с отдельными

видами тары, прочие опасности. Реактивы, изготовленные в лаборатории, должны снабжаться этикетками для возможности идентификации вещества, концентрации, растворителя (если это не вода), определения различных особых предосторожностей или опасностей, ограничений в использовании и даты приготовления или срока годности. Должна быть обеспечена возможность определения по этикетке или записям лица, ответственного за приготовление конкретного реактива.

14.3 Правильное размещение реактивов не влияет непосредственно на качество исследований пробы, но это вопрос связан с практикой хорошей работы лаборатории. Оно должно соответствовать национальным нормативным актам по охране окружающей среды, здоровья и безопасности.

14.4 Там, где качество реагента является решающим для испытания, качество новой партии реактивов должно быть проверено до их использования путем сравнения с предыдущей партией, если она не признана непригодной к использованию.

## 15. ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТЬ

15.1 Формальное определение прослеживаемости дано в 3.10 и Политика CITAC установлена в см. ссылку А6. Руководство по прослеживаемости химических измерений в настоящее время разрабатывается (ссылка А 7). Прослеживаемость подразумевает требования к выражению результатов измерений через установленные эталоны единицы, наиболее предпочтительные из которых - единицы международной системы единиц SI. Это достигается путем использования первичных эталонов (или других эталонов высокого класса), которые в свою очередь используются для оценки вторичных эталонов, используемых для калибровки эталонов низшего класса и измерительных систем. Прослеживаемость имеет установленный уровень неопределенности, когда каждое звено измерительной цепи добавляет свою неопределенность. Прослеживаемость важна, т.к. она обеспечивает взаимосвязь измерений, сделанных в разных лабораториях или выполненных в разное время. Возможен, как упоминалось, выбор прослеживаемости как по отношению к национальным, так и к международным эталонам.

15.2 Химические измерения постоянно выполняются путем пересчета значения по уравнению измерения, которое включает измеренные значения других параметров, таких как масса, объем, концентрация химического стандарта и т.д. Чтобы измерение было прослеживаемым, то все измерения, в которых параметры, связанные с уравнением измерения, используемые в расчете результата, также должны быть прослеживаемыми. Другие параметры, не представленные в измерительном уравнении, например pH, температура и т.п. также могут значительно влиять на результат. В подобном случае прослеживаемость измерений, используемая для контроля этих параметров, также должна быть установлена по соответствующим утвержденным измерительным стандартам.

15.3 Установление прослеживаемости таких физических параметров как масса, объем и т.д. достигается путем применения перекрестных стандартов с уровнем неопределенности, необходимым для химических измерений. для химиков проблема в основном заключается в оценке пригодности и калибровке (химических) методик. Оценка пригодности методики (валидация) подтверждает, что методика действительно позволяет измерять то, что необходимо измерить (напр., метилат ртути

в рыбе). Оценка пригодности (валидация) подтверждает, что используемое измерительное уравнение для расчета результата действительно верно. Калибровка обычно основана на использовании гравиметрически приготовленных растворов чистого образца сравнения. Здесь важными аспектами являются идентифицируемость и чистота, которые раньше вызывали большие трудности в органической химии, где часто требуются более высокие уровни элементов структуры и может возникнуть путаница с подобными компонентами. Неопределенность измерения частично зависит от уровня неопределенности чистоты используемого химического стандарта. Несмотря на это, только в случае некоторых органических материалов, где могут возникнуть проблемы с чистотой и стабильностью или если требуется высокая точность оценки основных компонентов, чистота материала может стать основной проблемой.

15.4 Для большинства анализов, где проводятся экстракция, вскрытие, дериватизация и омыление (сапонификация), основной проблемой является получить достоверную информацию о содержании аналита в первоначальном образце по сравнению с содержанием аналита в образце после окончания процесса измерения. Это смещение часто называется «степень извлечения» ("recovery") (R), это может быть смещение вниз - из-за потерь во время процесса или вверх - из-за наложений. Некоторые из этих эффектов очевидны в рамках повторяющейся неопределенности, но есть другие систематические эффекты, которые требуют отдельного подхода. Возможны следующие подходы для вычисления R:

- Использование известных первичных методик или сравнительных методик с малым смещением
- Сравнение со стандартными образцами с близкой матрицей
- Измерение проб с гравиметрическими добавками и фона
- Изучение промахов, загрязнений, помех и матричных эффектов

Установление прослеживаемости в этой части измерительного процесса требует измерения смещения по установленным методикам, например по параметрам матрицы образца сравнения. Необходимо отметить, что использование обогащенных проб необязательно позволяет измерить полный выход экстракции аналита из проб. На практике, такой проблемы практически не существует, когда образец жидкий И/ИЛИ полностью растворенный. Однако может возникнуть проблема с экстракцией твердых компонентов. Например, обогащенный аналит может быть доступен на поверхности, в то время как натуральный аналит может сильно адсорбироваться, а, следовательно, труднее экстрагироваться.

15.5 В принципе, большинство химических измерений может быть прослеживаемо относительно моля. Но, когда аналит определяется в функциональных терминах, например, жиры или протеины, основанных на определении азота, то спецификация измерения в молях не годится. В таких случаях параметры устанавливаются методикой. В таких случаях речь идет о прослеживаемости к эталону характеристик компонента, используемых в расчете результата, например, массы и объема, и оценивание происходит по стандартной методике и/или по образцам сравнения. Подобные методики называют эмпирическими. В других случаях ограничение при

достижении прослеживаемости к системе СИ исходит из сложности оценки отклонения и его неопределенности, например,  $R$  аналита в комплексных матрицах. Здесь задача определить измеряемую величину методикой и установить прослеживаемость, включая методики сравнения/образцы сравнения. Подобные измерения имеют более низкий уровень прослеживаемости, но одновременно и меньшую неопределенность измерения. С другой стороны, смещение может быть установлено и скорректировано, и неопределенность, связанная со смещением, также может быть оценена и включена в общую неопределенность. Это позволит утверждать о наличии прослеживаемости к единицам СИ.

## 16. НЕОПРЕДЕЛЕННОСТЬ ИЗМЕРЕНИЯ

16.10 определение неопределенности измерения дано в 3.11. Рекомендации по оценке неопределенности измерения даны в Руководстве ИСО (ссылка В7) и ее интерпретация для химических измерений с примерами описана в Руководстве СИТАС/ Eurachem (ссылка А2). Неопределенность измерения характеризует интервал числовых значений, в пределах которого, как можно утверждать, лежит истинное значение измеряемой величины с определенной доверительной вероятностью. Каждое измерение имеет некоторую неопределенность, связанную с ним и проистекающую из погрешностей, которые возникают на разных этапах пробоотбора и анализа, и из неполного знания факторов, влияющих на результат. для измерений, которые практически значимы, необходимо иметь. определенные значения их надежности и неопределенности. Расчет неопределенности, связанной с результатом измерения, позволяет потребителю судить о качестве этого результата.

16.2 ИСО/МЭК 17025:1999 требует от лабораторий оценки неопределенности измерений. Также существует требование к сообщению неопределенности в особых случаях, например, когда это важно для интерпретации результатов анализа. Постоянное указывание неопределенности в отчетах может стать хорошей практикой для лаборатории в будущем (Ссылка В 18).

16.3 Установление неопределенности представляет собой количественную оценку пределов, внутри которых, как полагают, может находиться истинное числовое значение измеряемой величины (например, концентрации аналита). Неопределенность может быть выражена в виде стандартного отклонения или как вычисленное кратное стандартного отклонения. При получении или вычислении неопределенности, относящейся к конкретному методу и аналиту, весьма важно обеспечить, чтобы оценка точно и недвусмысленно учитывала все возможные источники неопределенности. Например, повторяемость и воспроизводимость в общем неприемлемы как оценки полной неопределенности, ибо не учитывают никаких неопределенностей, связанных с систематическим эффектом, присущим методу.

16.4 Самые разнообразные факторы могут приводить к тому, что результат любого аналитического измерения отклоняется от истинного значения. Например, влияние температуры на волюметрическое оборудование, отражения и рассеяния света на спектроскопические приборы, колебания напряжения электрических источников питания, субъективная оценка аналитиком специфических методов, неполнота

извлечения при экстрагировании - все эти факторы потенциально влияют на результат. Насколько это реально возможно, такие погрешности должны быть минимизированы с помощью внешнего контроля или точно скорректированы, например, применением подходящего поправочного коэффициента. Однако точного отклонения результата единичного измерения от (неизвестного) истинного значения получить невозможно по причине как того, что различные факторы изменяются от опыта к опыту, так и того, что воздействие каждого фактора на результат никогда не известно в точности. Поэтому должен быть оценен вероятный интервал отклонения.

- 16.5 Первой задачей при оценке неопределенности измерения является установление возможных источников неопределенности и их возможный вклад в общую неопределенность. Отдельные вклады в общую неопределенность затем должны быть скомбинированы как показано в разделе 16.13 для общей оценки. В отчете должны содержаться все определенные источники неопределенности, вклад каждого из них и источник оценивание (например, повторные измерения, литературные ссылки, данные по стандартным образцам и т.п.)
- 16.6 При установлении источников неопределенности следует принимать во внимание всю последовательность событий, необходимую для достижения цели анализа. Как правило, эта последовательность включает пробоотбор и отбор субпробы, подготовку пробы, вскрытие, очистку, концентрирование или разбавление, калибровку приборов (в том числе приготовление стандартных веществ), инструментальное исследование, обработку первичных данных и запись конечных результатов.
- 16.7 Каждый из этапов будет иметь связанные с ним источники неопределенности. Компоненты неопределенности могут оцениваться по отдельности или по группам. Например, повторяемость измерений может служить оценкой общего вклада случайной составляющей по числу стадий процесса измерения. Подобно, оценка общего смещения и его неопределенности может быть сделана исходя из изучения матрицы стандартного образца и добавок.
- 16.8 Размер вкладов в неопределенность может быть оценен самыми различными способами. Значение компоненты погрешности, связанной со случайными изменениями влияющих факторов, может быть оценено путем измерения разброса результатов при достаточном числе определений, выполненных в представительном интервале условий определения (при такого рода исследованиях число измерений как правило не должно быть менее десяти). Компоненты неопределенности, проистекающие из неполноты знаний, например, смещения или потенциального смещения градуировочного графика, могут быть оценены на основе математической модели, суждения знающего профессионала, международного сравнения данных различных лабораторий, экспериментов на модельных системах и т.д. Все эти методы оценки отдельных компонентов неопределенности являются вполне эффективными.
- 16.9 Там, где вклады в погрешность определяются по группам, тем не менее важно фиксировать источники погрешности, которые, как можно полагать, входят в состав каждой группы, и измерять и регистрировать числовые значения отдельных компонентов погрешности, если это доступно, для проверки группового вклада.

16.10 Если используются сведения о межлабораторных испытаниях, то существенно важно учесть погрешности, проистекающие из обстоятельств, которые выпадают из поля зрения при таких исследованиях. Например, номинальные значения величин для стандартных веществ, как правило, задаются в виде интервала, и когда отдельные лаборатории используют одно стандартное вещество при совместном испытании, то погрешность значения величины для этого материала не включается в межлабораторную вариацию. Если при межлабораторных испытаниях используется ограниченный ассортимент стандартных веществ, как правило, тщательно гомогенизированных, тем не менее следует учитывать возможность неоднородности и различия матриц между аналитическими пробами и веществами, применяющимися при совместных проверочных испытаниях.

16.11 Обычно вклады в погрешность результатов анализа могут попадать в одну из четырех основных групп:

- вклады от краткосрочных случайных изменений, как правило, оцениваемой из опытов по повторяемости;
- вклады такие, как роль различных операторов, неопределенность калибровки, ошибки градуировки шкалы, влияние аппаратуры и условий в лаборатории, оцененные из опытов (испытаний) по межлабораторной воспроизводимости, взаимных сравнений внутрилабораторных исследований, результатов контроля профессиональных качеств или с помощью оценок профессионалов;
- вклады, выпадающие из поля зрения при межлабораторных испытаниях, как например, погрешности в значениях характеристик стандартного вещества;
- прочие источники погрешности, вроде изменения в операциях пробоотбора (негомогенности), влияние матрицы, а также погрешность, лежащая в основе принятых допущений (как-то: допущения в отношении полноты дериватизации).

16.12 Вклады в неопределенность для каждого источника обязательно должны быть выражены одним и тем же способом, в идеале - как стандартные отклонения или относительные стандартные отклонения. В некоторых случаях это повлечет за собой необходимость в определенных преобразованиях. Например, часто полагают, что диапазон значений характеристик стандартного вещества представляет собой закрытый интервал. Прямоугольное распределение шириной  $W$  имеет стандартное отклонение, равное  $W/(2\sqrt{3})$ . Доверительные интервалы можно преобразовать в значения стандартных отклонений путем деления этих интервалов на соответствующее значение числа Стьюдента  $t$  для больших (статистических) выборок, ( $t=1,96$  для 95%-ного доверительного интервала).

16.13 Если доступен перечень погрешностей, его отдельные составные части можно объединить. Когда частные источники погрешности независимы, полное выражение для суммарной погрешности следующее:

$$u = \sqrt{\sum \left( \frac{\partial R}{\partial x} \right)^2 u(x_i)^2}$$

Где  $\frac{\partial R}{\partial x}$  - частный дифференциал результата измерения R по каждому промежуточному значению (или иному "размеру влияния" вроде поправки  $X_i$ ),  $U(X_i)$  - компонент неопределенности, связанный с  $X_i$ .

16.14 Это выражение значительно упрощается в двух часто встречающихся случаях. Когда размеры влияния или промежуточные результаты складываются или вычитаются для получения результата, то неопределенность  $U$  равна корню квадратному из суммы квадратов отдельных компонентов погрешностей, выраженных в виде стандартных отклонений. Когда промежуточные результаты объединяются путем умножения или деления, то суммарное относительное стандартное отклонение вычисляется путем извлечения корня квадратного из суммы квадратов относительных стандартных отклонений каждого промежуточного результата, а объединенное стандартное отклонение  $U$  вычисляется по объединенному относительному стандартному отклонению.

16.15 Полная неопределенность должна выражаться как кратное вычисленного стандартного отклонения. Рекомендуемый множитель равен двум, то есть неопределенность равна  $2U$ . Когда все частные вклады имеют нормальное распределение ошибок, полученное таким образом значение будет соответствовать приблизительно 95% доверительного интервала.

16.16 Как правило, представляет опасность перенесение этого аргумента вывода на более высокие уровни значимости без знания соответствующих распределений случайных величин. В частности, обычно обнаруживают, что экспериментальные распределения погрешностей намного шире при 99% уровне доверительной вероятности, нежели можно было бы предсказать с помощью допущения о нормальности распределения.

16.17 Часто нет необходимости оценивать неопределенность для каждого испытания и каждого типа образца. Обычно достаточно оценить неопределенность только один раз для конкретной методики и использовать полученную информацию для оценки неопределенности измерения для всех испытаний, проводимых в рамках этой методики.

## 17. МЕТОДЫ (МЕТОДИКИ) КАЛИБРОВКИ И ИСПЫТАНИЙ

17.1 Именно лаборатория ответственна за то, чтобы используемые методы были пригодны для намеченного применения. Лаборатория вправе выбрать метод или самостоятельно, по согласованию с заказчиком, или в соответствии с установленными требованиями, или по указанию заказчика.

17.2 Многие стандарты качества рекомендуют использование стандартных или общепринятых методик испытания во всех случаях, когда это возможно. Это целесообразно в ситуациях, когда методика пригодна для широкого использования или указана в руководящих документах, иногда лаборатория может предложить свою собственную более подходящую методику. Самое главное требование - чтобы методика соответствовала поставленным целям, была оценена пригодность и

РУКОВОДСТВО ПО КАЧЕСТВУ В АНАЛИТИЧЕСКОЙ  
ХИМИИ СИТАС/Eurachem Guide

документирована, а также обеспечивала прослеживаемость результатов с  
определенной степенью неопределенности.

- 17.3 Стандартизованные и общепринятые методики не должны автоматически считаться пригодными для применения в лаборатории. Независимо от того, где и когда методика разработана и ранее применялась, лаборатория должна убедиться, что уровень оценки пригодности конкретной методики соответствует поставленной цели, и что лаборатория сама в состоянии получить установленные для этой методики характеристики.
- 17.4 Методики, разработанные самой лабораторией, до их применения должны быть компетентно оценены на пригодность, документированы и разрешены к применению. Везде, где возможно, должны использоваться образцы сравнения матрицы для определения любого смещения. Если же это невозможно, то результаты должны сравниваться с результатами, полученными при использовании иных методик исследования, в основе которых бы предпочтительно лежал другой принцип измерения. Измерение выхода (recovery) аналита с гравиметрическими добавками, измерения фона и изучение наложений и матричных эффектов также можно использовать для контроля смещения или несоответствующего выхода. Оценка неопределенности – это составная часть процесса валидации, и, в дополнении к вышеперечисленным факторам, также должна учитывать такие аспекты, как гомогенность и стабильность пробы. Рекомендации по валидации методик приведены в разделе 18.
- 17.5 Документирование методов должно предусматривать включение данных по оценке пригодности, ограничениям в применении, процедурам управления качеством, калибровке, управлению документацией. Лаборатория может счесть удобным принять единую форму документирования методов, как представлено в ИСО 78-2 (Ссылка С10), где предложена удобная модель. Рекомендации по документированию методов имеются и в других источниках, например, в документах национальных органов по стандартизации и аккредитации
- 17.6 Развитие методологии и технологии очевидно требует, периодического обновления методик анализа. Поэтому необходимо осуществлять управление процессом документирования. Каждый экземпляр документа должен содержать номер/дату выпуска, издателя и номер копии. Должна быть обеспечена возможность определить на основании записей, какая версия каждого документа является действующей в настоящее время и кем разрешена к применению.
- 17.7 Вышедшие из употребления методики должны быть изъяты из обращения, но сохранены для архивных целей и четко помечены как устаревшие. Различие между пересмотренным и устаревшим методиками не должно быть таким, чтобы новые и старые результаты нельзя было сравнить.
- 17.8 При пересмотре методики нужна ее последующая переоценка пригодности. Иногда пересмотр может носить незначительный характер – величина пробы, другие реактивы); в других случаях изменения могут быть существенны (например, в корне

различающиеся технология и методология). Уровень переоценка пригодности возрастает с увеличением степени изменений, внесенных в методику.

## 18. ВАЛИДАЦИЯ (ОЦЕНКА ПРИГОДНОСТИ) МЕТОДИК<sup>3</sup>

18.1 Для подтверждения того, что эксплуатационные характеристики метода поняты, и чтобы показать, что метод с научной точки зрения разумно выбран в условиях, в которых он должен применяться, должны проводиться проверки. Эти проверки общеизвестны как оценка пригодности. Аттестация метода устанавливает, с помощью систематических лабораторных исследований, что рабочие характеристики данного метода соответствуют техническим характеристикам, относящимся к намечаемому использованию аналитических результатов. К важным рабочим характеристикам относятся:

- избирательность и специфичность (описание измеряемой величины)
- диапазон рабочих измерений
- калибровка и прослеживаемость
- смещение \*
- линейность
- Предел определения/предел обнаружения
- Устойчивость
- Прецизионность

\* В некоторых областях химических измерений термин «recovery» используется для описания общей систематической погрешности (смещения), а в других областях он используется в отношении отдельных элементов общего смещения.

Все вышеперечисленные характеристики взаимосвязаны, многие из них вносят вклад в общую неопределенность измерения, и полученные данные могут быть использованы для оценки неопределенности измерения (см. Раздел 16 и ссылку С 13) во время оценки на пригодность.

Хороший подход к методике валидации изложен в Руководстве EURACHEM (ссылка А3). Необходимо отметить, что нет единогласного соглашения по интерпретации некоторых из вышеуказанных характеристик и подходов при их определении. В связи с этим, при регистрации данных валидации желательно также обозначить все условия их получения.

3 Англ. термин «validation» - валидация, аттестация, проверка достоверности, подтверждение правильности, приемочные испытания, ратификация.

*Валидация* - подтверждение на основе представления объективных свидетельств того, что требования, предназначенные для конкретного использования или применения, выполнены (ИСО 9000:2000 «Системы менеджмента качества. Основные положения и словарь») - *Прим. пер.*

- 18.2 Перечисленные характеристики (параметры) ДОЛЖНЫ быть ясно изложены в документации по методу, чтобы пользователь мог оценить пригодность данного метода для своих конкретных потребностей.
- 18.3 Стандартные методики разрабатываются и оцениваются на пригодность совместно группой экспертов (Ссылки C14-C19). Теоретически такая разработка должна включать учет всех существенных аспектов аттестации и связанной с ней неопределенности. Однако на пользователе лежит ответственность за обеспечение того, что аттестация, документально представленная по методике, достаточна полна для реализации его/ее потребностей. Даже если оценка на пригодность проведена полностью, пользователю все равно требуется удостовериться, что задокументированные характеристики (напр., правильность и прецизионность) могут быть получены в конкретно его лаборатории.
- 18.4 Неизбежны различные мнения о теории оценки параметров методики аттестации. В разных разделах настоящего Руководства присутствуют некоторые пояснения, но они скорее направляющие, нежели являющиеся установившейся точкой зрения.
- 18.5 *Избирательность (selectivity)* метода относится к возможности определить конкретный аналит в сложной смеси веществ без помех от других компонентов этой смеси. Метод, селективный в отношении определенного аналита или группы аналитов, называется специфичным. Применимость метода следует изучать с использованием различных проб, от чистых измерительных стандартов и до смесей со сложной матрицей. В каждом случае степень извлечения данного аналита (аналитов), интересующего исследователя, должна быть определена, а влияния предполагаемых мешающих факторов должным образом точно определены. Любое ограничение в применимости конкретной методики должно быть задокументировано в методе. Подобный подход позволит провести подробное описание измеряемой величины.
- 18.6 *Диапазон (Range)*: В случае количественного анализа рабочий диапазон для метода определяется с помощью анализа проб с различными концентрациями аналита с одновременным установлением интервала концентраций, для которого может быть достигнута приемлемая неопределенность. Рабочий диапазон в общем намного шире линейного диапазона, который определяется путем анализа набора проб с разными концентрациями аналита и вычислением по результатам анализа коэффициентов уравнения регрессии, обычно используя метод наименьших квадратов. Зависимость аналитического сигнала от концентрации аналита не должна быть совершенно линейной, чтобы считать метод эффективным. Для методик, обладающих хорошей линейностью, обычно достаточно построить калибровочный график, используя эталонные вещества при пяти различных уровнях концентрации и сделать холостой опыт. При недостаточной линейности потребуются больше эталонов. В случае качественного анализа обычно нужно - провести повторные анализы проб и стандартов в определенном интервале концентраций с целью определить, при каком (пороговом) значении концентрации можно надежно разграничить обнаружение и необнаружение (см. 18.8).

18.7 *Линейность (/linearity)* для количественных методов определяется путем анализа проб с концентрациями аналита, перекрывающими требующийся рабочий диапазон метода. По результатам строят методом наименьших квадратов линию регрессии для расчета концентрации аналита. Удобно, если метод линеен в конкретном диапазоне, но это не является обязательным требованием. Если для данной методики линейность недостижима, должен быть определен подходящий алгоритм расчетов.

18.8 Для методов качественного анализа очевидно существует пороговая концентрация, ниже которой однозначная идентификация становится ненадежной. Диапазон отклика должен проверяться путем испытаний серий проб и измерительных стандартов, состоящих из холостых проб, а также проб, имеющих некоторый диапазон концентрации аналита. На каждом концентрационном уровне следует повторять испытание приблизительно десять раз. Должна быть построена кривая отклика: зависимость процента положительных (или отрицательных) результатов от концентрации. Исходя из этого можно определить пороговую концентрацию, от которой результат анализа перестает быть надежным. В приведенном ниже примере положительная идентификация аналита со 100%-ной надежностью перестает иметь место при концентрации ниже 100 мкг/г.

Пример:

Концентрация (мкг/г)	Число параллельных измерений	Положительно/Отрицательно
200	10	10/0
100	10	10/0
75	10	5/5
50	10	1/9
25	10	0/10
0	10	0/10

18.9 *Предел обнаружения (/limit o/ detection)* аналита определяется путем проведения испытания по холостой аналитической пробе и представляет собой концентрацию аналита, отклик от которой равен среднему значению отклика в холостом определении плюс три значения стандартного отклонения. Эта величина, очевидно, различна для проб разных видов.

18.10 *Предел определения (limit o/ quantitation)* - это минимальная концентрация аналита, которая может быть определена с приемлемым уровнем неопределенности. Он должен быть установлен с помощью надлежащего измерительного стандарта или пробы. Таким образом, он представляет собой обычно низшую точку калибровочного графика (исключая значение холостого определения). Его не допускается определять экстраполяцией. В соответствии с различными соглашениями устанавливают предел определения на уровне 5, 6 или 10 значений стандартного отклонения от среднего значения для холостого опыта.

18.11 *Устойчивость (Ruggedness (robustness))*: Когда различные лаборатории используют один и тот же метод, они неизбежно вносят в методику небольшие изменения, которые могут или не могут существенно влиять на характеристики этого метода. Устойчивость метода испытывается путем преднамеренного внесения в метод небольших изменений и изучения вытекающих последствий. Может потребоваться учет большого числа факторов, но поскольку большинство из них обычно даёт пренебрежимо малое изменение, то, как правило, достаточно изменять только некоторые из них. Методика подробно описана в публикациях АОАС [библиография №7]. Устойчивость, как правило, вначале, до организации сотрудничества с другими лабораториями, оценивается лабораторией, создавшей метод.

18.12 *Смещение (bias) (иногда называемое степенью извлечения- recovery)* измерительной системы или метода - это систематическая погрешность этой измерительной системы. Детали, связанные с оценкой смещения, обсуждаются в Разделе 15.4

Дополнительно при оценке смещения важно оценить неопределенность измерения, связанную со смещением, и включить ее в общую (суммарную) неопределенность.

18.13 *Прецизионность (Precision)* методики представляет собой формулировку близости между собой взаимонезависимых результатов испытаний и обычно выражается в виде стандартного отклонения. Как правило, она зависит от концентрации аналита, и эта зависимость должна быть определена и задокументирована. Она может быть выражена различными способами в зависимости от способа вычисления. *Повторяемость (repeatability)* является одним из видов прецизионности, который относится к измерениям, проводимым в условиях повторяемости, т.е. по одной методике, на одном материале, одним оператором, в одной лаборатории, на протяжении небольшого временного интервала. Под *воспроизводимостью (reproducibility)* понимается прецизионность, относящаяся к измерениям, проводимым по одной методике, разными операторами в разных лабораториях, на разном оборудовании, в течение большого временного интервала. Прецизионность является компонентом неопределенности измерения (см. раздел 16).

18.14 Отметим, что приведенные формулировки точности касаются количественного анализа. Качественный анализ может быть рассмотрен несколько в ином аспекте. Качественный анализ фактически представляет собой измерение типа да/нет при заданном пороговом значении аналита. Для методов качественного анализа точность не может выражаться как стандартное отклонение или относительное стандартное отклонение, но может быть выражена как истинная или ложная положительная (и отрицательная) оценки. Эти оценки должны быть определены на целом ряде концентраций, ниже, выше и на пороговом уровне. Должны быть использованы сравнительные данные, полученные подтверждающим методом, если подходящий метод имеется в распоряжении лаборатории. Если такой метод недоступен, то можно применить метод добавки.

% ложных положительных случаев = числу ложных положительных случаев, умноженному на 100 и деленному на общее число отрицательных случаев

% ложных отрицательных случаев = числу ложных отрицательных случаев, умноженному на 100 и деленному на общее число положительных случаев

*18.15 Подтверждение (confirmation)* иногда путают с повторяемостью. В то время как повторяемость требует выполнения анализа несколько раз по одной и той же методике, подтверждение требует, чтобы анализ был выполнен более чем по одной методике. Подтверждение увеличивает уверенность в контролируемой методике и особенно полезно там, где используются дополнительные методики, работающие на существенно иных принципах. В ряде практических приложений, например, при анализе неизвестных органических соединений газохроматографическим методом, совершенно необходимо использование подтверждающих методик.

## 19. КАЛИБРОВКА <sup>4</sup>

19.1 Калибровка - это набор операций, направленных для установления при определенных условиях взаимосвязи между значением величины, воспроизводимой измерительным прибором или измерительной системой, или значением измеряемого объекта и соответствующим значением, воспроизводимым стандартом (ссылка VIM - B6). Обычно калибровку проводят следующим образом: объект с известными значениями измеряемых параметров (напр., измерительные стандарты или образцы сравнения) подвергают измерительному процессу и фиксируют отклик. Более детальная информация по ссылочным материалам дана в следующей главе.

19.2 Общая программа калибровки средств измерения в химической лаборатории должна быть составлена так, чтобы гарантировать прослеживаемость результатов к измерительным стандартам, предпочтительно к национальным или международным измерительным стандартам, таким как образцы сравнения. При необходимости должны использоваться стандартные образцы. Если такого рода калибрующее средство или сертифицированный стандартный образец не доступны, то образец с подходящими характеристиками и устойчивостью должен быть подобран или изготовлен в лаборатории и использован в качестве лабораторного стандартного образца. Требуемые характеристики (свойства или состав) этого образца должны быть установлены с помощью повторных испытаний, предпочтительно более чем одной лабораторией и с использованием широкого набора методов (см. Руководство ИСО 35, Ссылка С6)

19.3 Аналитические испытания можно подразделить на три обобщенных класса по типу требующейся калибровки:

<sup>4</sup> В англ. языке для градуировки и калибровки применяется термин «calibration». В настоящем руководстве термин переведен как «калибровка», хотя не следует забывать, что он может иметь значение «градуировка». - Прим. пер.

- 19.3.1 Некоторые аналитические испытания сильно зависят от измерения физических свойств, например, взвешивание в гравиметрии и измерение объема в титриметрии. Поскольку подобные измерения оказывают значительный результат на результат, то необходима соответствующая программа калибровки для этих характеристик. Калибровка для контроля чистоты и количественного содержания также должна быть проведена.
- 19.3.2 Когда испытание применяется для определения какого-либо эмпирического свойства пробы, как например температуры вспышки, то оборудование часто определено в национальных или международных стандартных методах и для целей калибровки необходимо применять стандартные образцы, по возможности соотнесенные с эталонами. Новое или недавно полученное оборудование должно лабораторией проверяться до его применения, чтобы обеспечить соответствие с точно определенными техническими требованиями к конструкции, техническим характеристикам и размеру.
- 19.3.3 Такая аппаратура, как хроматографы и спектрометры, которые требуют калибровки как составной части их нормального функционирования, должны проходить ее с использованием образцов сравнения известного состава (возможно растворы чистых веществ).
- 19.3.4 В некоторых случаях может быть осуществлена калибровка аналитического процесса в целом с помощью сравнения результата измерения, полученного на данной пробе, с результатом измерения подходящего стандартного вещества, которое было проведено через тот же самый аналитический процесс. Стандартным веществом может служить либо искусственная смесь, приготовленная в лаборатории из сертифицированных чистых веществ, либо приобретенное стандартное вещество с сертифицированной матрицей. Однако в подобных случаях необходимо близкое соответствие анализируемой пробы и матрицы образца сравнения по природе матрицы и по концентрации аналита.
- 19.4 Однако, во многих случаях калибровка осуществляется только на конечной стадии измерения. Например, калибровка газохроматографического метода проводится с помощью серии образцов сравнения, представляющих собой искусственно приготовленные растворы с разной концентрацией аналита. Такого рода калибровка не учитывает факторы вроде загрязнения или потерь, которые имеют место во время приготовления пробы и на этапах экстрагирования. Поэтому важно при валидации метода учитывать потенциальные проблемы загрязнения и потерь путем использования образцовых веществ по матрице, образцов с добавками во время всего измерительного процесса, а также проведение ежедневной процедуры калибровки и соответствующих проверок контроля качества. (см. также 15.4)
- 19.5 Индивидуальные программы калибровки должны быть установлены в зависимости от специфических требований к анализу. Притом может оказаться необходимой проверка калибровки прибора после какой-нибудь неполадки, отключения, (преднамеренного или случайного), с последующим техническим обслуживанием или

иными регламентными работами. Уровень и частота калибровки должны определяться предшествующим опытом и по меньшей мере соответствовать тем, какие рекомендует производитель. Руководящие указания по калибровке даны в приложении "В" и предусматривают обычные промежутки между калибровками для различных типов простых приборов, а также приводят перечень параметров, по которым может потребоваться калибровка применительно к более сложному аналитическому оборудованию. Частота необходимости калибровки зависит от стабильности измерительной системы, от уровня требуемой неопределенности и от критичного режима работы.

19.6 Процедуры для осуществления калибровок должны быть документированы либо в виде составной части определенных аналитических методов, либо как общее руководство по калибровке. Документация должна показывать, как проводить калибровку, сколь часто она необходима, действия, которые необходимо будет предпринять в случае неудачной попытки калибровки. Также должны быть указаны интервалы последующей оценки на пригодность стандартов (эталонов).

19.7 Калибровка волюметрических стеклянных изделий, как правило, проводится по конкретным растворителям при данной температуре. Калибровка редко остается надежной, если стеклянное изделие используется для работы с другими растворителями по причине разных значений плотности, характеристик смачивания, поверхностного натяжения и т.п. Это в особенности относится к волюметрическим изделиям из стекла, калиброванным на отмеривание определенного объема выливанием. Другое волюметрическое оборудование может подвергаться влиянию при использовании растворителей с высокими значениями коэффициентов температурного расширения. В таких случаях стеклянное изделие должно пройти перекалибровку с использованием подходящего растворителя и при надлежащей температуре. Альтернативно, в интересах максимальной правильности, измерения могут осуществляться не по объему, а по массе.

19.8 Рисунок 1 представляет собой аналитический процесс и показывает роль калибровки при аттестации методики и контроле качества.

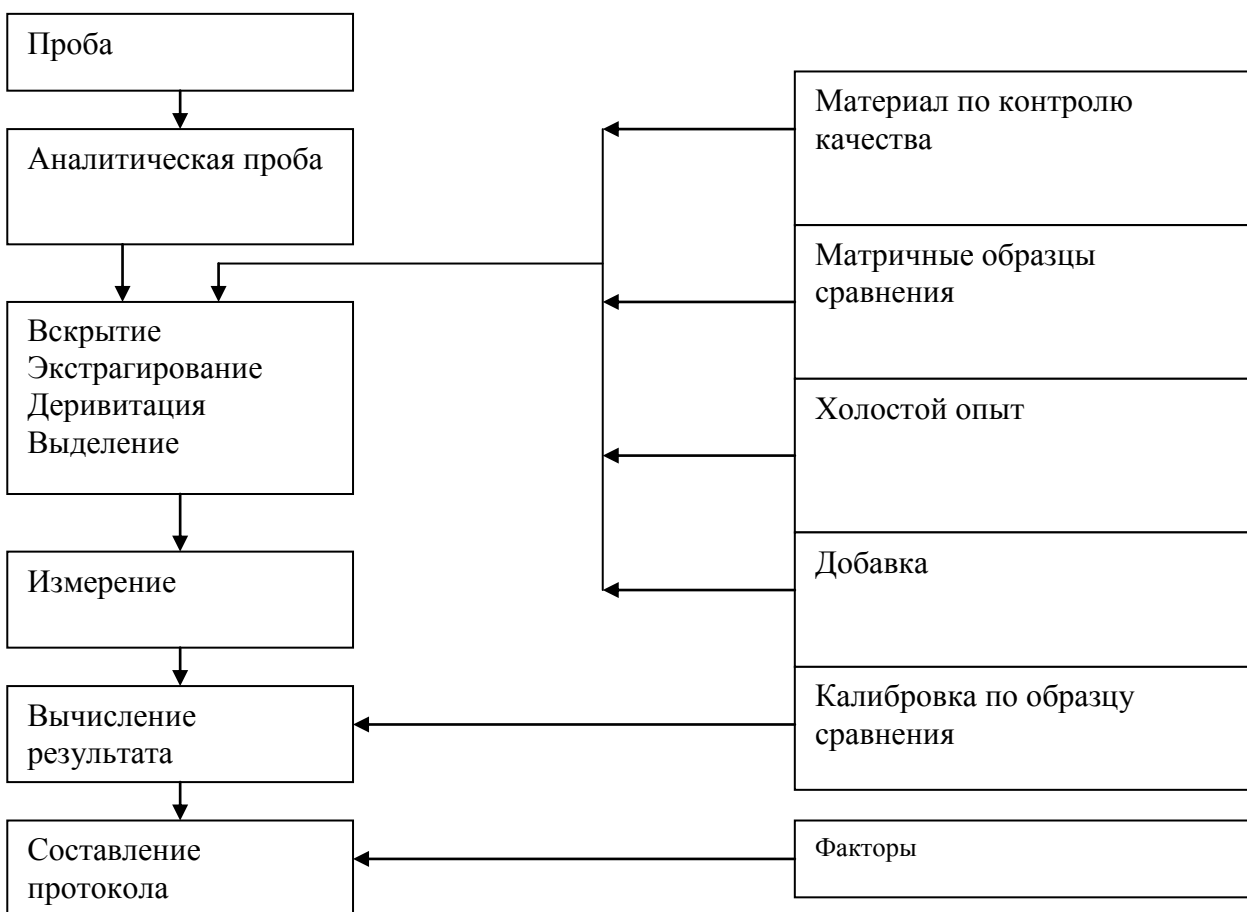


РИСУНОК 1

## 20. ОБРАЗЦЫ СРАВНЕНИЯ

20.1 Существует целая серия Руководств ИСО, посвященная образцам сравнения.

20.2 *Образцы сравнения и стандартные образцы (reference materials and certified reference materials)* определены в разделе 3. Они используются для калибровки, аттестации метода, подтверждения результатов измерений, оценивания неопределенности измерения и для подготовительных целей.

20.3 образцы сравнения могут быть представлены в разнообразных формах, включая образцы чистых веществ, образцы сравнения матрицы, растворы или смеси. Ниже приведены некоторые примеры образцов сравнения:

- . 95 % чистый хлорид натрия;
- . водный раствор, содержащий 1% (масс/объемн) сульфата меди (II) и 2% (масс/объемн) хлорида магния;
- . порошкообразный полимер с определенным соотношением фракций;
- . закристаллизованное твердое вещество с температурой плавления 150-151 С;
- . сухой порошок молока, содержащий известное количество витамина С

20.4 Для многих видов анализа калибровка может быть выполнена с использованием образцов сравнения, приготовленных в лаборатории из реактивов известной чистоты и состава. Ряд реактивов может быть приобретен с сертификатами производителя, в которых указывается чистота. С другой стороны, реактивы с установленной, но несертифицированной чистотой могут быть куплены у надежных поставщиков. Независимо от источника приобретения, пользователь должен удостовериться в том, что качество таких реактивов удовлетворительно. Иногда дополнительные испытания приходится проводить самой лаборатории. Обычно новая партия должна проверяться в сравнении со старой. В идеале все реактивы, используемые для изготовления образцов сравнения, должны приобретаться у производителей, которые придерживаются систем обеспечения качества. Однако система обеспечения качества не обеспечивает автоматически качество продуктов, выпускаемых производителем, и лаборатории обязаны принимать все разумные меры для подтверждения качества материалов. Важен контроль примесей, особенно при анализе следов, когда они могут вызвать наложения. Должно уделяться внимание к рекомендациям производителей по хранению и использованию реактивов. И, конечно, нельзя забывать, что не все поставщики предоставляют информацию о всех примесях.

20.5 Применение стандартных образцов позволяет обеспечить необходимую прослеживаемость измерений в аналитической химии и позволяет подтвердить правильность результатов, откалибровать оборудование и методы, проконтролировать качество работы лаборатории, аттестовать метод, а также делает возможным сравнение методов с использованием одних и тех же измерительных стандартов (эталонов). Применение образцов сравнения рекомендуется везде, где только возможно.

20.6 Неопределенность, связанная с чистотой образцов сравнения, также должна учитываться при рассмотрении неопределенностей, обусловленных другими аспектами метода. В идеале, неопределенность, связанная с образцом сравнения, используемого в целях калибровки, не должна составлять более одной трети от общей неопределенности измерения.

20.7 Состав стандартного образца должен быть по возможности близок к составу проб. Если имеет место влияние матрицы, то в идеале метод должен оцениваться на пригодность с использованием стандартных образцов с соответствующим образом подобранной матрицей и сертифицированных надежным способом. Если такое вещество недоступно, то возможно использование пробы с добавкой вещества образца сравнения.

20.8 Существенно важно, чтобы любой стандартный образец, используемый в работе, был изготовлен и аттестован по утвержденным правилам. Пользователи стандартных образцов должны отдавать себе отчет в том, что не все вещества могут быть утверждены в качестве стандартных образцов. Информация об испытаниях на однородность, на стабильность, подробности о методах, используемых при сертификации, а также значения неопределенности и разбросы числовых значений для определенных аналитов обычно предоставляется производителем и должны использоваться для оценки качества стандартных образцов. Они должны сопровождаться сертификатом, который включает оценку погрешности сертифицируемого числового значения (смотрите раздел 16). Руководство ИСО 34 (Ссылка C5) и Руководство ИЛАК (Ссылка B15) содержат критерии для производителей стандартных образцов. Эти руководства могут служить основой для будущей аккредитации или сертификации производства стандартных образцов.

20.9 Образцы сравнения и стандартные образцы должны быть четко маркированы, чтобы можно было однозначно соотнести их с сопровождающими сертификатами и другой документацией. Должна быть доступной информация, характеризующая срок хранения, условия хранения, применимость, ограничения в использовании. Образцы сравнения, изготовленные в лаборатории, например, в виде растворов, должны рассматриваться с точки зрения маркировки как реактивы (смотри раздел 14.2.).

20.10 Образцы сравнения и стандартные образцы подлежат такому обращению, чтобы они были гарантированы от загрязнения или потери идентификации. Методики обучения персонала должны отражать эти требования.

## 21. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА И ПРОВЕРКА КВАЛИФИКАЦИИ

21.1 Значение терминов "контроль качества" и "обеспечение качества" часто изменяется в зависимости от контекста. С практической точки зрения обеспечение качества относится ко всем тем мероприятиям, которые проводятся данной лабораторией для регулирования качества, тогда как контроль качества описывает отдельные мероприятия, которые имеют отношение к качеству отдельной пробы или совокупности проб.

21.2 Как часть своих систем обеспечения качества, и чтобы контролировать повседневно и от партии к партии правильность аналитической работы, лаборатории должны обеспечить надлежащий уровень внутрилабораторной проверки контроля качества, а также по возможности участвовать в подходящих программах проверки профессиональных качеств (внешний контроль качества). Уровень и вид контроля качества зависят от критичности, вида анализа, частоты исследований, размера партии, степени автоматизации, сложности и надежности испытания.

21.3 *Внутренний контроль качества (Internal quality control)*: Он может выражаться в различных формах, включая использование: холостых опытов, измерительных стандартов, добавок, шифрованных проб, повторного анализа проб и проб для

контроля качества. Рекомендуется использование контрольных карт, особенно для образцов для контроля качества. (Ссылки C20-22)

- 21.3.1 Уровень принятого контроля качества должен быть очевидно достаточным для обеспечения надежности результатов. Различные виды контроля качества можно использовать для контроля за разного рода изменениями в пределах данного процесса. Пробы для контроля качества, анализируемые через определенные промежутки времени в одной и той же партии проб, покажут дрейф в системе. Использование разнообразных вариантов холостого опыта покажет, каков вклад прибора в погрешность результата, параллельный анализ позволит провести проверку повторяемости, это можно делать и с использованием шифрованных проб.
- 21.3.2 Пробы для контроля качества являются типичными пробами, которые достаточно устойчивы и доступны в нужных количествах для того, чтобы иметься в распоряжении в целях их анализа в течение длительного периода времени. На протяжении этого периода могут быть прослежены и проконтролированы случайные изменения в правильности осуществления аналитического процесса с помощью наблюдения за определяемым значением при анализе пробы, служащей для контроля; обычно это делается с помощью внесения данных в контрольную карту. До тех пор, пока числовое значение, полученное при анализе пробы для контроля качества остается приемлемым, очевидно, что результаты исследования проб той же самой партии, к которой придана проба для контроля качества, могут рассматриваться как надежные. Приемлемость числовых значений величины, полученных на пробе для контроля качества, должна быть проверена по возможности вскоре после начала аналитического процесса. Тогда, в случае ошибок в работе, на анализ проб будет затрачено сравнительно мало усилий.
- 21.3.3 Именно аналитик несет ответственность за выбор, реализацию и подтверждение надлежащего уровня контроля качества, основанного на оценке риска, принимая в расчет надежность метода и критичность работы. Общепринято, что для массового анализа определен как приемлемый уровень внутрилабораторного контроля качества, составляющий 5%. То есть одна из каждых двадцати проанализированных проб должна быть пробой для контроля качества. Однако, для методов, устойчивых к разнообразным воздействиям и обладающих высокой пропускной способностью в отношении проб, может считаться удовлетворительным и более редкий контроль качества. Для более сложных методик обычным представляется 20%-ный уровень, а иногда может потребоваться даже 50%-ный. Для анализов, выполняемых редко, в каждом отдельном случае должна быть создана полная система аттестации. Таковая, как правило, предусматривает использование эталонных материалов, содержащих сертифицированную или известную концентрацию аналита, дополненное повторными анализами пробы и пробы с добавкой (проба, в которую преднамеренно введено известное количество аналита). Те же

самые анализы, проводимые более часто, должны быть подвергнуты процедурам систематического контроля качества, включающего в себя использование контрольных карт и контрольных проб.

21.4 *Внешний контроль качества, профессиональное тестирование (Proficiency Testing, External quality control)* Одним из лучших способов контроля аналитической лабораторией ее работы относительно и ее собственных требований и норм из других лабораторий является регулярное участие в программах контроля профессиональных качеств (профессиональном тестировании) (Ссылка С7). Такое испытание помогает выявить не только повторяемость и воспроизводимость рабочих характеристик (качества работы) между разными лабораториями, но и систематические погрешности, Т.е. смещение. Контроль профессиональных качеств и другие виды взаимного сравнения признаны как имеющие большое значение для контроля качества на национальном и международном уровнях.

21.5 Органы по аккредитации признают преимущество подобных схем как объективное свидетельство компетенции лаборатории и эффективности аналитического процесса как такового. Где возможно лаборатории должны выбирать схемы, действующие на основе хорошего международного опыта (Ссылка С7) и где очевидны свидетельства качества как для рассмотрения для аккредитации и подобных мероприятий (Ссылка В 16). Аккредитованные лаборатории в принципе должны участвовать в программах профессионального тестирования, при условии, что схема контроля соответствует, т.к. это является неотъемлемой частью протокола обеспечения качества. Важно отслеживать результаты профессионального тестирования с целью контроля процесса и, при необходимости, предпринимать корректирующие действия.

## 22. КОМПЬЮТЕРЫ И УПРАВЛЯЕМЫЕ ИМИ СИСТЕМЫ

22.1 В химических лабораториях компьютеры находят широкое и разнообразное применение, включая:

- контроль критических условий внешней среды;
- учет и управление материальными запасами;
- программы калибровки и технического обслуживания;
- контроль ассортимента реактивов и измерительных стандартов;
- планирование и выполнение статистических экспериментов;
- учет поступающих проб и контроль выполнения работ;
- составление контрольных карт;
- контроль методик испытаний;
- управление автоматическими приборами (аппаратурой);
- сбор, хранение, поиск и обработка данных, вручную или автоматизированным способом;
- сопоставление данных о пробе с библиотечными данными;
- создание отчетов по испытанию;
- работа с текстами;

- обмен информацией.

22.2 Интерфейсы и кабели обеспечивают физические связи между различными блоками компьютера или между разными компьютерами. Важно, чтобы интерфейсы и кабели выбирались в соответствии их назначению, ибо они могут существенно влиять на скорость и качество передачи данных.

22.3 Внешние условия химического испытания могут создавать исключительную опасность для работы компьютеров и хранения носителей информации. Соответствующие консультации обычно можно найти в инструкции по эксплуатации, но особая забота должна быть проявлена для того, чтобы избежать ущерба из-за химического, микробиологического или пылевого загрязнения, нагрева, сырости и магнитных полей.

22.4 Первоначальная аттестация должна строиться на проверке как можно большего числа аспектов работы компьютера.

Такого же рода проверки должны проводиться при изменении использования компьютера или же после операций по техническому обслуживанию, или после смены программного обеспечения. Когда компьютер используется для сбора и обработки данных, касающихся испытаний, для аттестации этой его функции обычно достаточно бывает считать, что компьютер работает правильно, если он выдает ожидаемые ответы при вводе известных параметров. Компьютерные программы, выполняющие вычисления, могут быть проверены путем сравнения с результатами, полученными вручную. Следует указать, что некоторые ошибки будут происходить только когда вводится особый набор параметров. При химическом анализе проверки функций сбора и обработки данных можно выполнить с использованием сертифицированного стандартного вещества для первоначальной аттестации, а также при помощи вторичных измерительных стандартов, например, материалов для управления качеством, применяемых для регулярно повторяющихся проверок. Должны учитываться особые рекомендации, сделанные производителем. Процедура аттестации, используемая для специфических систем, а также особые данные, записанные во время аттестации, должны быть задокументированы. Может оказаться сложным аттестовать компьютерные системы изолированно от аналитического прибора. Обычно сразу аттестуется система в целом путем использования химических измерительных стандартов или веществ, предназначенных для калибровки. как правило, такая аттестация считается приемлемой. Удобно проиллюстрировать аттестацию на примерах типичного применения:

22.4.1 *Пакеты программ по обработке текстов* широко используются в лабораториях для создания самых разных документов. Лаборатория должна гарантировать, что использование указанных пакетов программ достаточным образом контролируется для предотвращения выпуска несанкционированных отчетов или других документов. В наиболее простых случаях, когда компьютер работает просто как электронная пишущая машинка, аттестация проводится путем ручной проверки распечатки документа. Более сложные системы считывают и обрабатывают данные с автоматическим созданием отчетов в заданных форматах. Такие системы требуют дополнительных проверок.

**22.4.2 Приборы с микропроцессорным управлением,** как правило, снабжены стандартной программой самопроверки, которая приводится в действие, когда прибор включается, и включают опознавание и проверку всего периферийного оборудования. Часто программное обеспечение недоступно. В большинстве случаев аттестацию можно осуществить путем испытания различных режимов функционирования прибора, например, проверкой эталонных материалов, физических или химических стандартов и веществ для калибровки, предназначенных для управления качеством.

**22.4.3 Системы обработки данных, интегральные системы** До обработки, выходной сигнал от аналитического прибора обычно требует преобразования в цифровой код с использованием аналого-цифрового преобразователя. Затем преобразованные в цифровую форму данные преобразуются в опознаваемый сигнал (числа, пики, спектры, в соответствии с имеющейся системой) при помощи алгоритма программного обеспечения. Алгоритм предусматривает различные действия (например, решение, где пики начинаются и заканчиваются, или должно ли быть число округлено в меньшую либо в большую сторону) в соответствии с запрограммированными инструкциями. Алгоритм часто является источником ошибок и аттестация должна проверять логику, лежащую в основе решений, принятых при помощи алгоритма.

**22.4.4 Автоматизированные системы управления компьютером.** Они могут включать в себя один или более из ранее упомянутых примеров с приборами, работающими либо одновременно, либо с заданной временной последовательностью. Такие системы, как правило, могут быть аттестованы путем проверки на удовлетворительное функционирование (включая работу в экстремальных условиях) и путем установления надежности системы до того, как она будет переведена в автоматический режим. Аттестация должна затронуть как отдельные части, так и полную проверку диалога между отдельными частями и управляющим компьютером. Должна быть проведена оценка вероятных причин системных сбоев. Одним из важных моментов является то, что компьютер (интерфейс) и соединяющая кабельная сеть имели бы достаточные функциональные возможности для решения требующихся задач. Если какая-нибудь часть системы испытывает перегрузку, ее работа замедляется и возможно, что данные могут быть потеряны. Это обстоятельство может иметь опасные последствия там, где режим работы включает в себя программы, упорядоченные по времени. Там, где возможно, управляющее программное обеспечение должно быть приспособлено для распознавания и отображения на экране любых случаев неправильного функционирования и связанных с этим ошибок в данных. Использование образцов для контроля качества и стандартов, включенных в партии проб, обычно достаточно для ежедневного контроля правильности работы. Программы вычислений могут быть проверены испытанием на числовых значениях параметра, которые

заранее известны. Электронная передача данных должна проверяться для гарантии того, что во время передачи не происходит искажение данных. Все это может быть успешно выполнено на компьютере путем использования "проверочных файлов", но везде, где это осуществимо, передача данных должна быть продублирована с помощью распечатки этих данных

22.4.5 *Лабораторные системы управления информацией (LIMS).* Эти системы становятся все более и более общераспространенными в качестве средства управления деятельностью лаборатории. LIMS является компьютеризованной системой, программное обеспечение которой позволяет осуществлять электронную сортировку, упорядочение, подборку, объединение и сопоставление данных, вычисления и распределение данных, часто получаемых непосредственно от аналитических приборов. Эта система включает в себя такие функциональные возможности, как обработка текстов, базы данных, крупноформатные таблицы и обработку данных, и может выполнять множество различных действий, включающих: регистрацию и сопровождение проб в процессе анализа, назначение и распределение испытаний, формирование таблиц, обработку собранных данных, контроль качества, финансовый контроль и создание отчетов. Работа LIMS может быть ограничена нуждами самой лаборатории или может составлять часть большой системы компьютеров в масштабах всего предприятия. Информация может вводиться вручную или загружаться прямо из аналитических приборов или из других электронных устройств, например, устройства для считывания штрихового кода. Информация может быть выведена в электронном виде или в виде распечатки. Электронный вывод Информации может представлять собой необработанные или обработанные данные, записанные на других компьютерах, как внутри данной организации, так и дистанционно - С помощью передачи через модем или электронной почтой. Информация может быть также записана на дисковое запоминающее устройство. При передаче данных из одной системы в другую, существует опасность внесения ошибок из-за системной несовместимости или необходимости изменить формат информации. Хорошо выполненная система дает возможность достичь высших уровней гарантии качества, надежных от момента вводы пробы до подготовки итогового отчета. Специфические аттестационные требования предусматривают контроль доступа к различным функциям, а также аудит выполняемого процесса по отношению к изменениям в каталоге и к управлению файлами. Когда данные передаются электронными устройствами, может оказаться необходимым применение процедур проверок безопасности для защиты от порчи данных и несанкционированного доступа к ним.

## 23. ВНУТРЕННИЙ АУДИТ, ОЦЕНКА И АНАЛИЗ СО СТОРОНЫ РУКОВОДСТВА

23.1СМ. раздел 3.6 по терминологии.

- 23.2 Важным направлением в управлении качеством является периодическая перепроверка системы обеспечения качества, осуществляемая самой лабораторией. Как правило, все аспекты системы управления качеством должны проверяться по меньшей мере один раз в год. Система обеспечения качества' должна быть проверена двумя способами. Во-первых, она должна быть проверена с целью гарантии того, что она достаточно хорошо задокументирована, чтобы сделать возможным надлежащий и последовательный ввод в работу, и что персонал на самом деле придерживается описанной системы. эта проверка обычно известна как внутренний аудит в сравнении с внешней проверкой или оценкой, выполняемой органами по аккредитации или сертификации. Во-вторых, система должна пройти проверку для того, чтобы выяснить, соответствует ли она требованиям самой лаборатории, ее заказчиков, стандарту управления качеством. По прошествии некоторого периода времени потребности лаборатории и ее заказчиков могут измениться, и система обеспечения качества испытает необходимость в развитии для того, чтобы и дальше продолжать соответствовать намеченным целям. Этот второй вид проверки общеизвестен как анализ. Она проводится руководством лаборатории и привлекает информацию из целого ряда источников, в том числе результаты внутреннего аудита, внешней оценки, участие в программах проверки профессиональных качества исследования внутреннего контроля качества, рыночные тенденции, апелляции и положительные отзывы потребителя и т.д.
- 23.3 Программа аудита и анализа, как правило, координируется руководителем системы обеспечения качества в лаборатории, который несет ответственность за гарантию того, что аудиторы получают надлежащее обучение, руководство и полномочия, необходимые для их деятельности. Оценки должны производиться персоналом лаборатории, который не зависит от области деятельности, которую он проверяет. Это конечно не всегда возможно, если в лаборатории небольшая численность персонала.
- 23.4 Аудит может выполняться двумя основными путями. При горизонтальной оценке аудитор раздельно и детально проверяет отдельные аспекты системы обеспечения качества, например, калибровку или отчеты. При вертикальной оценке аудитор выбирает пробу и прослеживает ее движение от получения (приема) до утилизации, проверяя все аспекты системы обеспечения качества, относящиеся к ее испытанию.
- 23.5 Перечень процедур контроля, детализирующий аспекты химической лаборатории, которые должны быть проверены во время аудита качества, дан в Приложении "А" к настоящему Руководству.
- 23.6 Оценка управления должна проводиться через регулярные интервалы времени. Один раз в год обычно бывает достаточно, хотя для лабораторий с большими областями аккредитации может быть необходимым разбить оценку на несколько частей и проверку осуществлять поочередно в течение года. Аспекты, охватываемые ежегодной проверкой, включают систему качества и аспекты, влияющие на качество аналитических работ, внутренний аудит, корректирующие и предупреждающие действия, обратная связь с клиентами и апелляции.

## ССЫЛКИ И БИБЛИОГРАФИЯ

Этот раздел содержит полезные ссылки (Подразделы А, В, С - на них были ссылки по тексту, интернет-сайты (D) и Библиография (E)).

### A. CITAC and EURACHEM GUIDES

(можно посмотреть на CITAC [www.citac.ws](http://www.citac.ws) and EURACHEM [www.eurachem.org](http://www.eurachem.org))

1. Quality Assurance for Research and Development and Non-Routine Analysis: 1998 (CITAC/EURACHEM)
2. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement: 2000 (CITAC/EURACHEM) (см. Также веб-сайт - ссылка D 12)
3. The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics: 1998 (EURACHEM)
4. Harmonized Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement: 1998 (EURACHEM/IUPAC/ISO/AOACI)
5. Selection, Use & Interpretation of Proficiency Testing (PT) Schemes by Laboratories: 2000 (EURACHEM)
6. CITAC Policy Statement on Traceability in Chemical Measurement: 2000
7. CITAC/EURACHEM Guide on Traceability in Chemical Measurements: 2002 (under preparation)

### B. КЛЮЧЕВЫЕ ССЫЛКИ

1. ISO/IEC 17025: 1999 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
2. ISO 9000:2000 Quality Management Systems – Fundamentals & Vocabulary
3. OECD Principles of Good Laboratory Practice (1998)
4. ISO/IEC Guide 2:1996 Standardization and related activities – General vocabulary (currently under revision as ISO 17000)
5. ISO 9001 :2000 Quality Management Systems – Requirements
6. International vocabulary of basic and general terms in metrology (VIM) – 2nd edition 1993 ISO (ISO/BIPM/IEC/IFCC/IUPAC/IUPAP/OIML)
7. Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, ISO Geneva Switzerland, 1995.
8. Meeting the Measurement Uncertainty and Traceability Requirements of ISO/IEC 17025 in Chemical Analysis" - B King, Fresenius Journal, 2001

9. The selection and use of reference materials - A basic guide for laboratories and accreditation bodies - draft EEEIRM 2002 - prepared by B King 2000

10. Position of third party quality assessment of reference materials and their production EEEIRMI069 rev 1: Draft 2001

11. Draft ILAC Policy and Guidance on the Estimation of Uncertainty of Measurement in Testing Nov2001

12. ILAC O2:1994 Traceability of Measurements (under revision)

13. ILAC O8: 1996 Guidelines on Assessment and Reporting of Compliance with Specification

14. ILAC O9: 1996 Guidelines for the Selection and Use of Certified Reference Materials

15. ILAC O12: 2000 Guidelines for the Requirements for the Competency of Reference Material Producers

16. ILAC G 13: 2000 Guidelines for the Requirements for the Competency of Providers of Proficiency Testing Schemes

17. ILAC G 15: 2001 Guidance for Accreditation to ISO/IEC 17025

18. ILAC O17:2002 Guidance for Introducing the Concept of Uncertainty of Measurement in Testing in Association with the Application of the Standard ISO/IEC 17025

*Note: Other Guidelines produced by Regional Accreditation Bodies are also relevant here (see website addresses in Sec D, nos. 7, 8 & 9 below). In addition most national accreditation bodies issue guidance in support of their requirements (usually based on ISO standards).*

**c. ДРУГИЕ ССЫЛКИ (Стандарты и Руководства ИСО)**

1. ISO Guide 30: 1992 Terms and definitions used in connection with reference materials

2. ISO Guide 31:2000 Reference materials - Contents of certificates and labels

3. ISO Guide 32:1997 Calibration in analytical chemistry and use of certified reference materials

4. ISO Guide 33:2000 Uses of certified reference materials

5. ISO Guide 34:2000 General requirements for the competence of reference material producers

6. ISO Guide 35:1989 (under revision) Certification of reference materials -- General and statistical principles

7. ISO/IEC Guide 43:1997 Proficiency testing by interlaboratory comparisons - Part 1: Development and operation of proficiency testing schemes and Part 2: Selection and use of proficiency testing schemes by laboratory accreditation bodies

8. ISO/IEC Guide 58: 1993 Calibration and testing laboratory accreditation systems - general requirements for operation and recognition (to be replaced by General requirements for bodies providing assessment and accreditation ISO 17011)

9. ISO/IEC Guide 62:1996 General requirements for bodies operating assessment and certification/registration of quality systems

10. ISO 78-2: 1999 Chemistry -- Layouts for standards -- Part 2: Methods of chemical analysis
11. ISO/DIS 10576-1:2001 Statistical Methods - Guidelines for the evaluation with specified requirements Pt 1. General principles
12. ISO 3534 Statistics "Vocabulary and symbols -- Parts 1,2 and 3 (1999)
13. ISO/DIS 21748-2002 (under preparation) Guide to the use repeatability and reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation
14. ISO 5725-1: 1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results Part 1: General principles and definitions ISO 5725- 1: 1994/Cor 1: 1998
15. ISO 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results- Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
16. ISO 5725-3: 1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method
17. ISO 5725-4: 1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results Part 4: Basic methods for the determination of the trueness of a standard measurement method
18. ISO 5725-5:1998 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method
19. ISO 5725-6:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results Part 6: Use in practice of accuracy values
20. ISO 7870: 1993 Control charts - General guide and introduction
21. ISO 7966:1993 Acceptance control charts
22. ISO 8258:1991 Shewhart control charts.

о. ПОЛЕЗНЫЕ АЛРЕСА WEB-САЙТОВ

1. CITAC - [www.citac.\vs](http://www.citac.\vs)
2. EURACHEM - [WWW.eurachem.org](http://WWW.eurachem.org)
3. ISO - [www.iso.org/remco](http://www.iso.org/remco)
4. (ISO)REMCO - [www.iso.org/remco](http://www.iso.org/remco)
5. COMAR (Reference Material Data Base) - [www.comar.bam.de](http://www.comar.bam.de)
6. AOAC - [www.aoac.org](http://www.aoac.org)
7. ILAC - [www.ilac.org](http://www.ilac.org)
8. APLAC - [www.ianz.govt.nz/aplac](http://www.ianz.govt.nz/aplac)
9. EA - [www.european-accreditation.org](http://www.european-accreditation.org)
10. BIMP - [www.blmp.fr](http://www.blmp.fr)

11. OECD - [www.oecd.org](http://www.oecd.org)
12. [www.nmltraining.com](http://www.nmltraining.com) (web based training on measurement uncertainty and accreditation)
13. [www.measurementuncertainty.org](http://www.measurementuncertainty.org) (MU forum/search engine -linked to Ref A2)

## **E. БИБЛИОГРАФИЯ**

1. AOAC International - ISO 17025 and the Laboratory - An Introduction to Laboratory Accreditation: 2000
2. AOAC International - Quality Assurance Principles for Analytical Laboratories - 3rd Edition 2000 - F M Garfield, E Klesten, J Husch ISBN-0-935584-70-6
3. Crosby, Neil T; Patel, Indu, General principles of good sampling practice, Cambridge: Royal Society of Chemistry, 1995
4. Enell, J. W., "Which Sampling Plan Should I Choose?", Journal of Quality Technology 1984, 16(3), 168-171.
5. Garfield, F. M., "Sampling in the Analytical Scheme." J. - Assoc. Off. Anal. Chem. 1989, 72(3), 405-411.
6. Oy, Piene, Sampling for analytical purposes, Chichester: Wiley, 1998.
7. Horwitz, W., "Nomenclature for sampling in Analytical Chemistry", IUPAC, Pure Appl. Chem. 1990, 62(6), 1193-1208.
8. Horwitz, W., "Problems of Sampling and Analytical Methods", J. - Assoc. Off. Anal. Chem. 1976, 59(6), 1197-1203.
9. Horwitz, W., "Design, conduct and interpretation of method performance studies", IUPAC Protocol, 1994.
10. Kateman, O., Buydens, L., Quality Control in Analytical Chemistry, 2nd ed. New York: Wiley, 1993.
11. Keith, L. H., Environmental Sampling and Analysis., A Practical Guide, Lewis Publishers, Chelsea, MI, 1991.
12. Keith, L. H., Principles of Environmental Sampling, ACS, Washington DC, 1988.
13. Keith, Lawrence H (Ed), Principles of environmental sampling. 2nd ed, Washington, D.C. American Chemical Society c 1996
14. Kratochvil, B., Wallace, D., and Taylor, J. K., "Sampling for Chemical Analysis", Anal. Chem. 1984, 56(5), 113R-129R.

15. Miller, J.C.; Miller, J.N. Statistics for analytical, 4th ed Ellis Horwood 1998
16. Prichard, E, Analytical Measurement Terminology – (UK's Valid Analytical Measurement Program. LGC Ltd) ISBN 0-85404-443-4. 2000
17. Prichard, E., Quality in the Analytical Chemistry Laboratory, ACOL, Wiley 1997.
18. Stoeppler, Marcus (Ed), Sampling and sample preparation: practical guide for analytical chemists Berlin: Springer Verlag, 1997.
19. Taylor, B. N., Kuyatt, C. E., Guidelines for evaluating and expressing uncertainty in NIST measurement results, NIST technical note 1297, 1994, National Institute of Standards and Technology.
20. Taylor, J. K., "Quality Assurance of Chemical Measurements", Lewis Publishers, Michigan, 1987.
21. UK DTI V AM Programme General Guidelines for use with a Protocol for QA of Trace Analysis 1998 .
22. Youden, W. J., and Steiner, E. H., Statistical manual of the Association of Official Analytical Chemists. Statistical techniques for collaborative tests. Planning and analysis of results of collaborative tests. Washington DC: AOAC, 1975.

## **АКРОНИМЫ**

Некоторые распространенные акронимы:

AUAC – Association of Official Analytical Chemists  
(USA)

APLAC - Asia-Pacific Laboratory Accreditation Cooperation

HIPM – International Bureau of Weights and Measures CCQM –

Consultative Committee for Amount of Substance

CITAC – Cooperation on International Traceability in Analytical  
Chemistry

EA -European Co-operation for Accreditation

IEC - International Electro Technical Commission

ILAC- International Laboratory Accreditation Cooperation

ISO – International Organization for Standardization

ISO/REMCO – International Organization for Standardization, Committee on Reference  
Materials

IUPAC – International Union of Pure and Applied Chemistry JCTLM – Joint  
Committee on Traceability in Laboratory Medicine

OECD - Organization for Economic Cooperation and Development

OIML - International Organization on Legal Metrology

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

### *Аудит качества – Области особого значения для химической лаборатории*

#### 1. Персонал

- 1. Персонал имеет подходящее сочетание образования, квалификации, опыта и обучен практической работе.
- 11. Проводится надлежащее обучение служебного персонала на рабочих местах по установленным критериям, которые должны быть объективными. Записи об обучении сохраняются.
- 111. Испытания выполняются только уполномоченными аналитиками.
- IV. Служебный персонал проводит анализы под наблюдением аудитора.

#### 2. Окружающая среда

- 1. Условия лаборатории позволяют проводить соответствующие работы.
- 11. Технические системы лаборатории адекватны выполняемым работам.
- III. Работы, проводящиеся в лаборатории, адекватно разделены.
- IV. Выделенные лабораторные зоны содержатся в достаточной чистоте и порядке, необходимые для работы.
- V. Получение проб, подготовка, очистка и измерения проводятся в разделенных зонах, для обеспечения надлежащего качества выполняемых работ.
- VI. В лаборатории соблюдаются требования по безопасному проведению работ в соответствии с требованиями стандарта по управлению качеством.

#### 3. Оборудование

- 1. Оборудование используется по назначению.
- 11. Проводится надлежащее техническое обслуживание основных приборов и сохраняются записи о техобслуживании.
- III. Общедоступны соответствующие инструкции по эксплуатации оборудования.
- IV. Оборудование, которое должно калиброваться, например весы, термометры, стеклянная посуда, хронометры, пипетки и т.д., калибруются (с подходящим уровнем прослеживаемости) и имеются соответствующие сертификаты калибровки или другие записи, демонстрирующие соотнесение с национальными эталонами.
- V. Калиброванное оборудование соответствующим образом маркировано либо идентифицировано так, что пользователю ясен статус калибровки.
- VI. Процедуры калибровки и контрольных проверок документированы и доступны для пользователя.
- VI1. Процедуры калибровки и контрольных проверок выполняются с приемлемыми интервалами и показывают постоянную пригодность оборудования. По мере необходимости проводятся корректирующие действия.
- VIII. Записи о калибровке, контрольных проверках и корректирующих действиях сохраняются.

#### 4. Методы и процедуры

- 1. Внутрифирменные методы полностью документированы, соответствующим образом аттестованы и утверждены для применения.
- II. Изменения в методиках санкционированы соответствующим образом.
- III. Копии опубликованных и официальных методик имеются в распоряжении лаборатории.
- IV. В распоряжении аналитика имеется новейшая версия методики.
- V. Анализы проводятся (должны проводиться) в соответствии с методиками.
- VI. Методики имеют приемлемый уровень калибровки и контроля качества.
- VII. Установлена неопределенность.

#### 5. Химические и физические измерительные стандарты, стандартные образцы и реактивы

- 1. Измерительные стандарты, требуемые для проведения испытаний, доступны для лаборатории.

- II. Измерительные стандарты являются сертифицированными либо "наилучшими" из имеющихся в распоряжении.
- III. Приготовление измерительных стандартов и реактивов документируется.
- IV. Измерительные стандарты, образцы сравнения и реактивы маркируются должным образом и хранятся согласно правилам.
- V. Новые партии измерительных стандартов, образцов сравнения и реактивов перед применением сравниваются со старыми.
- VI. В испытаниях используются материалы необходимой категории.
- VII. Там, где измерительные стандарты или образцы сравнения сертифицированы копии сертификатов должны быть доступны для проверки.

#### 6. Контроль качества

- 1. Для каждого испытания существует соответствующий уровень контроля качества.
- II. Там, где используются контрольные карты, работа протекает в рамках приемлемых критериев.
- III. Контрольные пробы испытываются по конкретным методикам с требуемой частотой, а также ведутся оперативные записи о результатах либо действиях, предпринятых в тех случаях, когда результаты выходят за рамки допустимого интервала значений.
- IV. Результаты случайного повторного анализа проб согласовываются в приемлемой степени с первоначальным анализом.
- v. Работа по программам профессионального обучения И/ИЛИ по лабораторному сравнению ведутся удовлетворительно и не выявляют каких-либо проблем или потенциальной возможности их возникновения.
- VI. Существует эффективная система проведения проверки профессиональных качеств в ежедневном контроле качества.

#### 7. Перемещение проб

- I. Существует эффективная документированная система для получения и идентификации проб согласно требованиям анализа, а также для демонстрации хода анализа и превращений, претерпеваемых пробой.
- II. Проба этикируется и хранится соответствующим образом.

#### 8. Ведение записей

- I. Блокноты (рабочие таблицы) или другие носители содержат дату испытания, информацию об аналитике, аналите, подробные данные о пробе, данные наблюдений за испытаниями и контроле качества, все приписательные вычисления, любые относящиеся к испытанию показания прибора, а также данные калибровки.
- II. Блокноты (рабочие таблицы) заполняются чернилами, ошибки вычеркиваются, а не стираются, записи подписываются аналитиками.
- III. Там, где исправляется ошибка, изменение вносится за подписью лица, делающего исправление.
- IV. У лаборатории имеются методики проверки вычислений и переноса данных, и они используются.

#### 9. Отчеты об испытаниях

- I. Отчет соответствует требованиям стандартов управления качеством и отражает выполнение всех условий, установленных методикой испытаний.

#### 9. Разное

- I. Для работы с запросами и жалобами, а также при системных сбоях разработаны и применяются документированные процедуры.
- II. Существуют адекватные свидетельства корректирующих (в случае сбоя системы) и предупреждающих действий. Эффективность оценивается в обоих случаях.
- III. Лабораторное Руководство по качеству отвечает реалиям сегодняшнего дня и доступно для всего, имеющего к этому вопросу отношение, служебного персонала.
- IV. Для работы по субподряду существуют документированные процедуры.
- V. Вертикальные аудиторские проверки на случайных пробах (т.е. проверки, проводимые на пробе, исследующие все процедуры, связанные с ее испытанием, начиная с получения пробы вплоть до выпуска отчета) не выявляют каких-либо проблем.

## ПРИЛОЖЕНИЕ В

### *Калибровочные интервалы и контроль технических характеристик*

В 1. Руководства даны в таблице Приложения В-1 по калибровке оборудования общего использования в аналитических лабораториях и от которых может зависеть калибровка других приборов. Более развернутые советы доступны в литературе (см. библиографию №32), а также в руководствах пользователя оборудования.

Таблица приложения В-1

	Тип прибора	Частота проверки	Проверяемые параметры
a	Весы	Зависит от использования	Линейность, нулевая точка, правильность (с использованием калиброванных весов)
b	Волюметрическая стеклянная посуда	Зависит от использования	Точность, прецизионность (пипетки/бюретки)
c	Ареометры (рабочие)	1 раз в год	Калибровка по одной точке с использованием эталонного ареометра
d	Ареометры (эталонные)	1 раз в 5 лет	Калибровка по одной точке с использованием эталона с известным значением
e	Барометры*	1 раз в 5 лет	Проверка в точке
f	Хронометры (см. ссылку)	1 раз в 2 года или реже, в зависимости от использования	Правильность
g	Термометры (эталонные)	1 раз в 5 лет/ 1 раз в год	Критические точки шкалы, фиксированные точки, в т.ч. точка замерзания
h	Термометры	Ежегодно в зависимости от использования	Проверка специфических точек по эталонному термометру

*Замечание:* Приборы, обозначенные\* обычно калибруют в аккредитованной калибровочной лаборатории.

Национальные радиосигналы времени или телефонные сигналы времени, представляют собой ПОДХОДЯЩИЙ соотнесенный стандарт для точного определения, как абсолютного времени, так и разницы во времени. Хронометры с кварцевым электронным механизмом характеризуются большой ТОЧНОСТЬЮ и стабильностью по сравнению с обычными механическими хронометрами и нуждаются в калибровке менее часто.

В2. В зависимости от метода может возникнуть необходимость в проверке следующих показаний перечисленных ниже приборов:

#### *В2.1 Хроматографы (обычные)*

1. Общие системные проверки, точность повторных вводов пробы, переходящий остаток.
- II. Работа колонки (пропускная способность, разложение, удерживающая способность).
- III. Работа детектора (выходной сигнал, отклик, шум, дрейф, избирательность, отклонение).
- IV. Теплоснабжение и поддержание термостатичности системы (правильность, прецизионность, стабильность, характеристики линейного изменения сигнала).
- V. Автоматический пробоотборник (правильность и точность временных программ).

#### *В2.2 Жидкостная и ионная хроматография:*

1. Состав подвижной фазы.
11. Система подачи подвижной фазы (точность, правильность, независимость от импульса).

#### *В2.3 Электродные измерительные системы, включая удельную электропроводность, pH и ионно избирательные.*

1. Дрейф электрода либо ослабленный ОТКЛИК.

11. Проверка реперной точки и градиента с использованием стандартных растворов.

*82.4 Устройства нагрева (охлаждения), в том числе установки для сублимационной сушки, морозильные аппараты, печи, воздушные автоклавы, инкубаторы, аппаратура температур кипения и плавления, масляные ванны, сушильные шкафы, паровые автоклавы и водяные бани.*

1. Периодическая калибровка температурно-чувствительных систем с использованием подходящего стандартного термометра или термодатчика.

11. Температурная стабильность, воспроизводимость.

III. Скорости и циклы нагрева/охлаждения.

1У. Способность достигать и поддерживать давление или разрежение.

*82.5 Спектрометры и спектрофотометры, в том числе атомно -абсорбционные, флуориметрические, с индуктивно-связанной плазмой, оптико-эмиссионные, инфракрасные, люминесцентные, массовые, ЯМР, рентгенфлуоресцентные, ультрафиолетовые, видимые.*

1. Правильность, точность, стабильность выбранных длин волн.

11. Стабильность источника.

III. Работа детектора (разрешающая способность, избирательность, стабильность, линейность, правильность, точность.

1У. Отношение сигнал-шум.

V. Калибровка детектора (масса, ppm, длина волны, частота, спектральная поглощающая способность, коэффициент пропускания, ширина полосы пропускания, интенсивность и т.д.).

VI. Внутренние терморегуляторы и индикаторы, где возможно их применение.

*82.6 Микроскопы.*

1. Разрешающая сила

11. Калибровка окулярной сетки (для измерений длины).

*82.7. Автоматические пробоотборники*

1. Правильность и точность таймера

11. Правильность и точность дозирующей системы.

## ПРИЛОЖЕНИЕ С

Сравнение ИСО/МЭК 17025:1999 и ИСО/МЭК Руководства 25:1990 (Эта таблица воспроизведена из ILAC G15:2001, Ouidelines for Accreditation to ISO/IEC 17025)

Содержание ИСО/МЭК 17025	ИСО/МЭК 17025 разделы	ИСО/МЭК Руководство 25
Область распространения	1.1	1.1
	1.2	-
	1.3	-
	1.4	1.3
	1.5	7.6
	1.6	Intro
Нормативные ссылки	2	2
Термины и определения	3	3
Требования к управлению		
Организация	4.1.1	4.1
	4.1.2	1.2
	4.1.3	4.1
	4.1.4	-
	4.1.5 a	4.2 a
	4.1.5 b	4.2 b
	4.1.5 c	4.2 i
	4.1.5 d	4.2 c
	4.1.5 e	5.2 b , 5.2 c
	4.1.5 f	4.2d
	4.1.5 g	4.2 e
	4.1.5 h	4.2 f
	4.1.5 i	4.2 g
	4.1.5 j	4.2 h
Система качества	4.2.1	5.1
	4.2.2	5.1, 5.2 a
	4.2.2 a	5.2 a
	4.2.2 b	5.2 a
	4.2.2 c	5.1
	4.2.2 d	5.2
	4.2.2 e	5.2 m
	4.2.3	5.2 e
	4.2.4	5.2d
Управление документацией	4.3.1	5.2d
	4.3.2.1	5.1, 5.2 d
	4.3.2.2 a	5.2 d
	4.3.2.2 b	5.2 d
	4.3.2.2 c	5.2 d
	4.3.2.2 d	5.2d
	4.3.2.3	5.2d
	4.3.3.1	5.2d
	4.3.3.2	5.2 d
	4.3.3.3	5.2 d
	4.3.3.4	5.2d
Анализ запросов, заявок на подряд и контрактов	4.4.1	5.2 i
	4.4.1 a	5.2 i
	4.4.1 b	5.2 i
	4.4.1 c	5.2 i
	4.4.2	5.2 i

РУКОВОДСТВО ПО КАЧЕСТВУ В АНАЛИТИЧЕСКОЙ  
ХИМИИ СИТАС/Eurachem **Guide**

	4.4.3	5.2 i)
	4.4.4	5.2 i)
	4.4.5	5.2 i)
Заюпочение субподрядов на проведение испытаний и калибровок	4.5.1	14.1
	4.5.2	14.1
	4.5.3	-
	4.5.4	14.2
Приобретение услуг и запасов	4.6.1	10.8, 15.2
	4.6.2	15.1
	4.6.3	-
Об ание клиентов	4.6.4	15.3
ПретензлПл	4.7	-
	4.8	16.1
Управление несоответствующей работой	4.9.1	5.20
	4.9.1 (a)	5.20
	4.9.1 (ь)	5.20
	4.9.1 (c)	5.20
	4.9.1 (d)	5.2 о ,13.6
	4.9.1 (e)	5.20)
	4.9.2	16.2
Корректирующие действия	4.10.1	5.20)
	4.10.2	5.20)
	4.10.3	5.20)
	4.10.4	5.20)
	4.10.5	16.2
ПредУIQ>еждающие действия	4.11.1	-
	4.11.2	-
Управление регистрацией данных	4.12.1	12.1
	4.122	12.2
	4.12.1.3	12.2
	4.12.1.4	10.7 е)
	4.12.2.1	12.1
	4.12.2.2	-
	4.12.2.3	-
ВНУfДевиные проверки	4.13.1	5.3
	4.13.2	5.3
	4.13.3	5.5
	4.13.4	-
Анализ со стороны руководства	4.14.1	5.4
	4.14.2	5.3
Технические требования		
Общие положения	5.1.1	-
	5.1.2	-
Персона	5.2.1	6.1
л	5.2.2	6.2

	5.2.3	-
	5.2.4	5.2 e)
	5.2.5	6.3
Помещения и условия окружающей среды	5.3.1	7.1,7.2
	5.3.2	7.3
	5.3.3	7.4
	5.3.4	7.5
	5.3.5	7.6
Методы испытания и калибровок, а также оценка 8РШ'одности методов	5.4.1	10.2, 10.1, 10.5

РУКОВОДСТВО ПО КАЧЕСТВУ В АНАЛИТИЧЕСКОЙ  
ХИМИИ **CIT ACIEurachem Guide**

	5.4.2	10.3
	5.4.3	-
	5.4.4	10.4
	5.4.5.1	•
	5.4.5.2	10.4
	5.4.5.3	-
	5.4.6.1	10.2
	5.4.6.2	10.2
	5.4.6.3	•
	5.4.7.1	10.6
	5.4.7.2	10.7
	5.4.7.2 (a)	10.7б)
	5.4.7.2 (б)	10.7е)
	5.4.7.2 (с)	10.7д)
Оборудование	5.5.1	8.1