Контроль качества результатов измерений

Кострова Светлана Николаевна,
ведущий инженер-химик, менеджер по качеству
в лаборатории «Экоаналит» ИБ Коми НЦ УрО РАН

11.03.2012

Метрология относится к такой сфере деятельности, основные положения которой должны быть закреплены законом, принимаемым в соответствии с законодательством страны.

Законодательство в области метрологии должно содействовать
экономическому и социальному развитию страны
путем **защиты от отрицательных последствий недостоверных результатов измерений**.

Деятельность по **обеспечению единства измерений** в РФ осуществляется в соответствии с:

- Конституцией РФ (ст. 71р);
- Федеральным законом РФ от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений»;
- Постановлением Правительства РФ от 12.02.1994 №100 «Об организации работ по стандартизации, обеспечению единства измерений, сертификации продукции и услуг»;
- ГОСТ Р 8.000-2000 «Государственная система обеспечения единства измерений. Основные положения».

Eurochem– европейская сеть лабораторий аналитической химии

CITAK– международное сотрудничество в области прослеживаемости измерений в аналитической химии

Кроме того, существует целая сеть международных организаций, задача которых – создать систему для обеспечения международной прослеживаемости измерений и продвижения практического опыта высококачественной работы.

В этой системе определено большое количество необходимых условий, гарантирующих сравнимость **результатов измерений, полученных в разных странах в разное время.**

Однако проблема качества не решается проведением одних лишь организационных мероприятий. И аналитик, и руководитель должны понимать, что важным фактором, влияющим на качество результатов, являются **профессиональные навыки и компетентность сотрудников лаборатории**.

Поэтому аналитикам необходима помощь для того, чтобы они могли изучать надлежащую лабораторную практику и исполнять свою повседневную работу профессионально и компетентно, соблюдая современные требования.

Ссылки на нормативные документы:

ГОСТ Р ИСО 5725-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений.

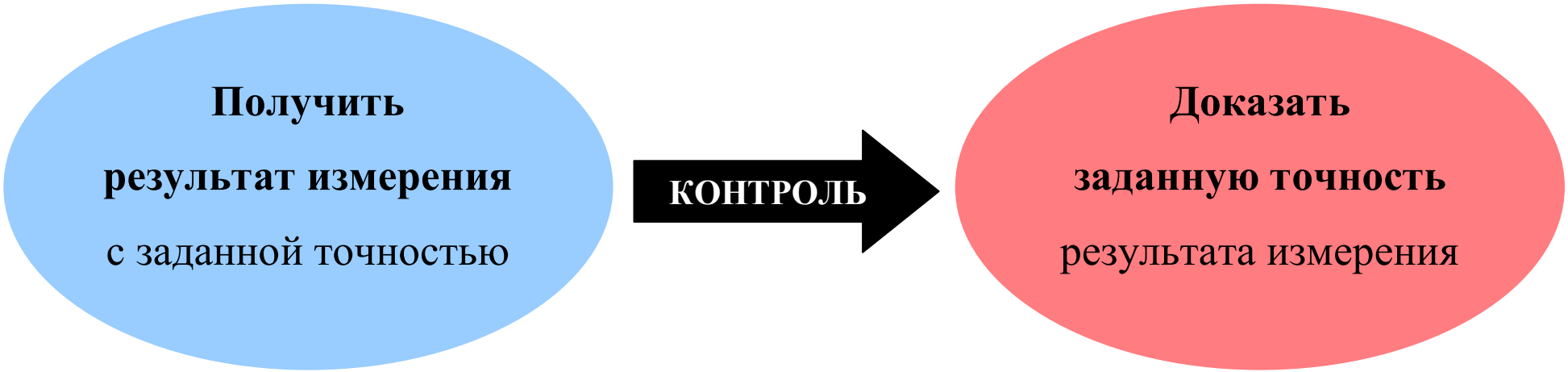
РМГ 76-2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

МР 18.1.04-2003 Система контроля качества результатов анализа проб объектов окружающей среды (ЦИКВ, г. Санкт-Петербург).

А.Н. Смагунова Алгоритмы оперативного и статистического контроля качества работы аналитической лаборатории: методическое руководство. / А.Н. Смагунова, Е.И. Шмелева, В.А. Швецов – Новосибирск: Наука, 2008. – 60 с.

Э. Причард, В. Барвик Контроль качества в аналитической химии. / Пер. с англ. под ред. И.В. Болдырева – СПб.: ЦОП «Профессия», 2011. – 320 с., ил.

Задачи исследователя:



Что означает – контроль результата анализа?

- Для осуществления контроля **проводят** соответствующее контрольное измерение.
- Алгоритм контроля состоит в **сравнении** результата контрольного измерения с нормативом контроля (допустимым расхождением).
- Нормативы контроля **рассчитывают** с помощью характеристик погрешности методики измерения.
- Для аттестованных методик эти характеристики уже **установлены**.
- Для неаттестованных методик эти характеристики обязательно необходимо **оценить** (задать).
- Если результат контрольного измерения не превышает или равен нормативу контроля, результат контроля считают **удовлетворительным**.
- **Выводы о качестве результатов измерений, получаемых в лаборатории, делают на основе выводов о качестве результатов контрольных измерений.**

КОНТРОЛЬ И УПРАВЛЕНИЕ КАЧЕСТВОМ АНАЛИЗА
Внутренний контроль
Контроль наличия в лаборатории условий для проведения анализа
Проверка соблюдения требований методики анализа
Оперативный контроль процедуры анализа
Контроль стабильности результатов анализа
Корректи-рующие мероприятия
Внешний контроль
Контроль со стороны руководства
Межлабора-торные сравнительные испытания

Контроль наличия в лаборатории условий для проведения анализа

К факторам контроля относятся:

- сроки поверки (калибровки) средств измерений;
- сроки аттестации испытательного оборудования;
- условия хранения и сроки годности экземпляров стандартных образцов;
- условия хранения и сроки хранения реактивов, материалов, растворов, образцов проб;
- стабильность градуировочной характеристики;
- качество реактивов с истекшим сроком хранения;
- условия и правила отбора проб и их доставки;
- качество дистиллированной воды (воды для лабораторного анализа);
- «чистота» помещения для анализа;
- температура, влажность помещения, его стерильность (важно для микробиологических исследований) **и т.п.**

Проверка соблюдения требований методики анализа

К факторам контроля относятся:

- область применения методики анализа;
- используемые средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы;
- диапазон измерений;
- процедура выполнения анализа (порядок действий);
- порядок вычислений и оформлений результатов измерений;
- периодичность и виды контрольных процедур **и т.п.**

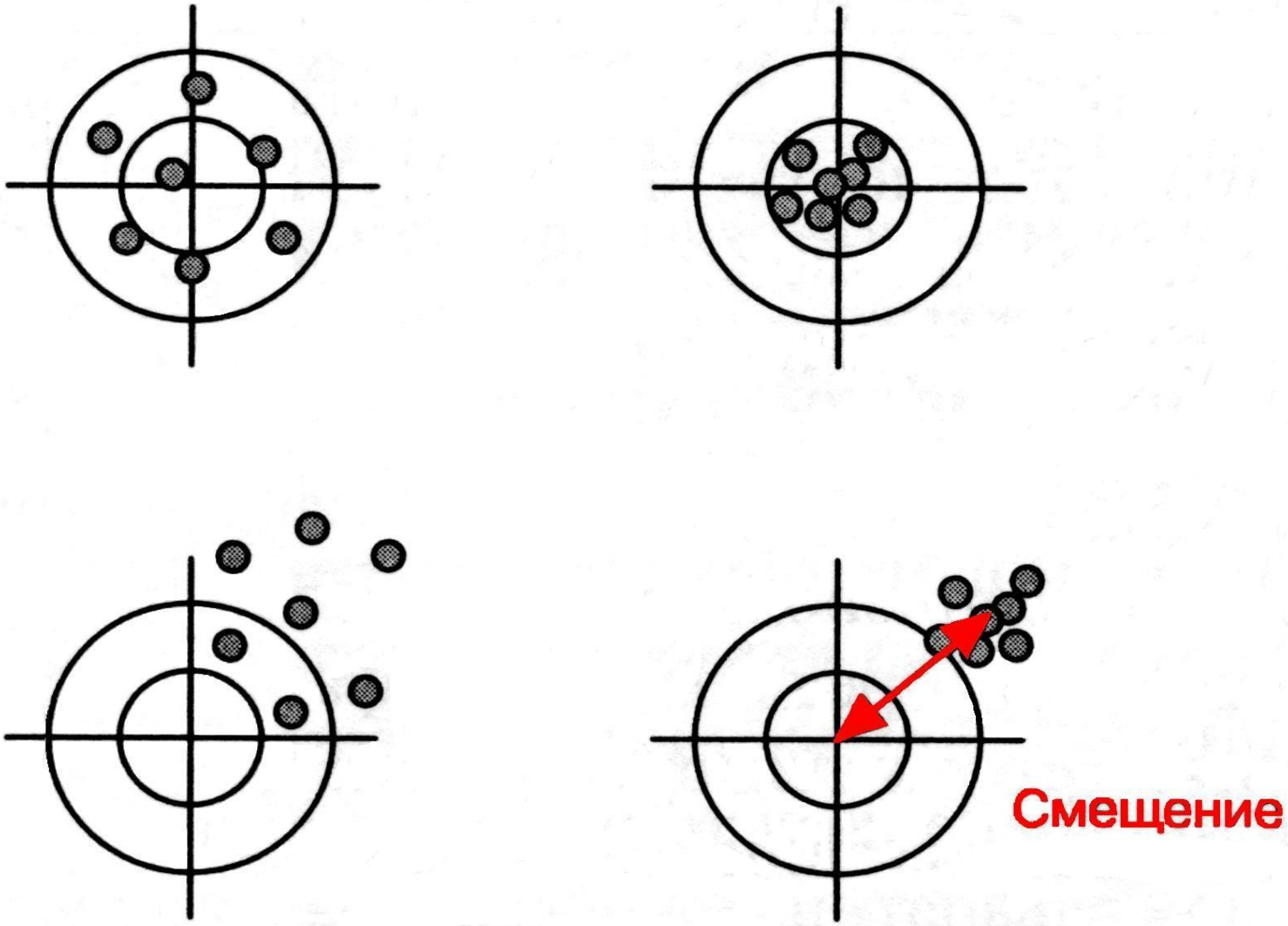
Оперативный контроль процедуры анализа:

- оперативный контроль **повторяемости**;
- оперативный контроль **внутрилабораторной воспроизводимости**;
- оперативный контроль **точности**
  - с применением образцов для контроля (ОК),
  - методом добавок,
  - методом разбавления,
  - методом добавок совместно с методом разбавления,
  - с применением контрольной (другой) методики анализа.

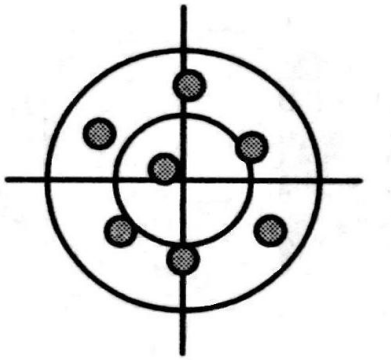
Оперативный контроль процедуры анализа осуществляет исполнитель анализа с целью:

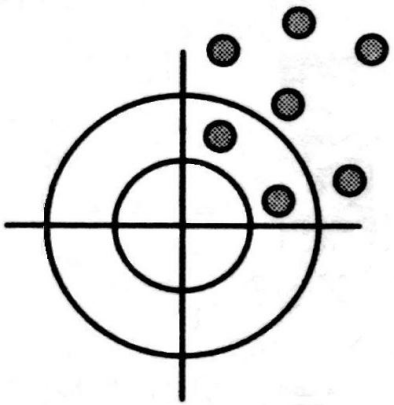
- проверить готовность лаборатории к проведению анализа рабочих проб;
- оперативно оценить качество результатов анализа каждой серии рабочих проб, полученных совместно с результатами контрольных измерений.

Оперативный – «здесь и сейчас».


Смещение

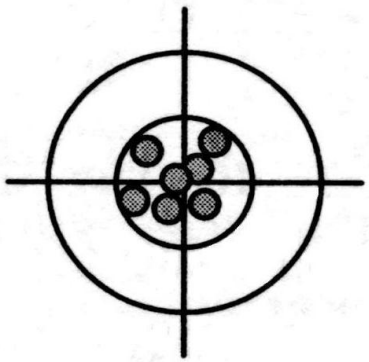
Повторяемость и внутрилабораторная воспроизводимость – прецизионность

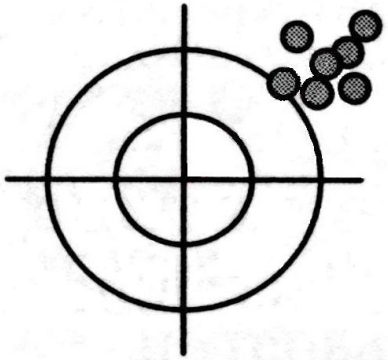




низкая прецизионность

(соответствует **большому значению** стандартного отклонения)

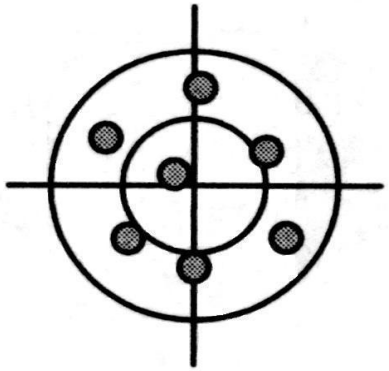


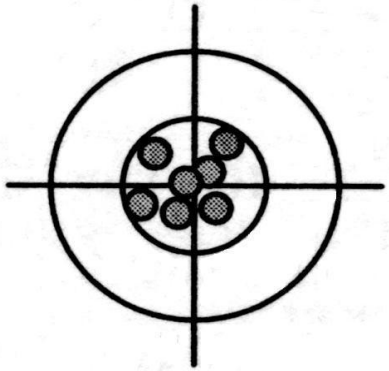


высокая прецизионность

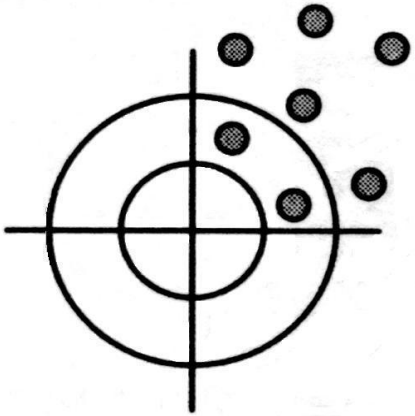
(соответствует **маленькому значению** стандартного отклонения)

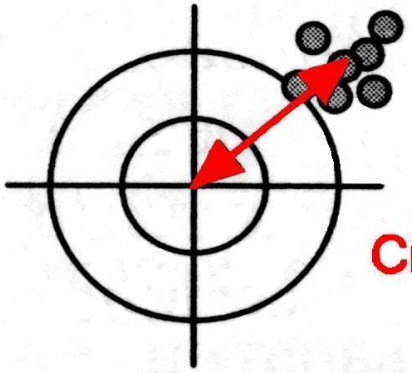
Смещение – основная составляющая **правильности**





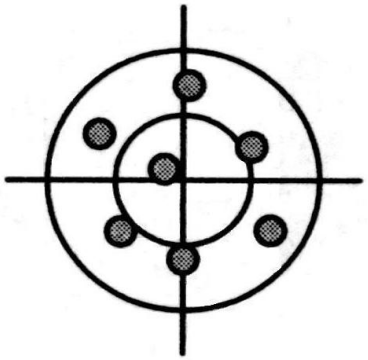
высокая правильность
(соответствует **маленькому** смещению)

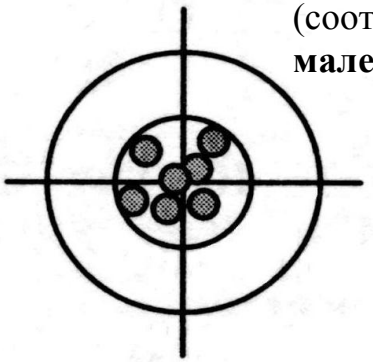




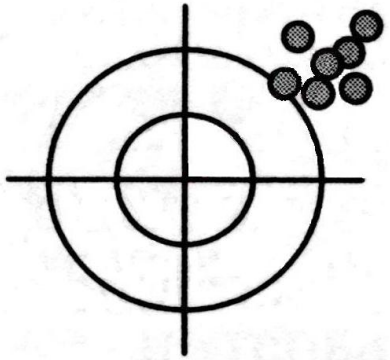
низкая правильность
(соответствует **большому** смещению)

Сочетание **прецизионности** и **правильности** – **точность**





высокая точность
(соответствует
маленькому значению погрешности)



низкая точность
(соответствует
большому значению погрешности)

Оперативный контроль повторяемости и внутрилабораторной воспроизводимости для аттестованных методик

1) **Средство контроля** – «рабочие» образцы (пробы).

2) **Контрольная процедура** – получают ***N*** результатов анализа $\boldsymbol{x_n}$ для одного и того же образца:

- в условиях повторяемости (т.е. практически одновременно) – контроль повторяемости;
- в условиях внутрилабораторной воспроизводимости (т.е. меняя какие-либо факторы) – контроль внутрилабораторной воспроизводимости.

3) **Результат контрольной процедуры $\boldsymbol{K_к}$**:

$$К_к = \boldsymbol{x_{max} - x_{min}}$$ (в абсолютных единицах);

$$К_к = \frac{x_{max} - x_{min}}{\overline{x}} 100$$ (в относительных единицах);

Оперативный контроль повторяемости и внутрилабораторной воспроизводимости для аттестованных методик

4) **Норматив контроля *К*** (для P = 0,95):

- контроль повторяемости (для $N = 2$)

$$К = 2,77\sigma_r, \qquad \sigma_r = \frac{\sigma_R}{\sqrt{2}}$$

- контроль внутрилабораторной воспроизводимости (для $N = 2$)

$$К = 2,77\sigma_R$$

5) **Оценка результата контроля** – сравнение $К_к$ и $К$:

$$К_К \leq К$$

– удовлетворительная повторяемость или внутрилабораторная воспроизводимость контрольных измерений, а также результатов анализа «рабочих» образцов (проб) в партии.
При превышении норматива контроля эксперимент повторяют с использованием другой реальной пробы.
При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

6) **Периодичность контроля** – зависит от общего количества измерений за отчетный период.

Как правило (в лаборатории «Экоаналит»), **1** контрольное измерение на **10** «рабочих» проб.

Оперативный контроль повторяемости и внутрилабораторной воспроизводимости для неаттестованных методик

1) **Средство контроля** – «рабочие» образцы (пробы).

2) **Контрольная процедура** – получают ***N*** результатов анализа $\boldsymbol{x_n}$ для одного и того же образца:

- в условиях повторяемости (т.е. практически одновременно) – контроль повторяемости;
- в условиях внутрилабораторной воспроизводимости (т.е. меняя какие-либо факторы) – контроль внутрилабораторной воспроизводимости.

3) **Результат контрольной процедуры $\boldsymbol{K_к}$**:

$$К_к = \boldsymbol{x_{max} - x_{min}}$$ (в абсолютных единицах);

$$К_к = \frac{x_{max} - x_{min}}{\bar{x}} 100$$ (в относительных единицах);

Оперативный контроль повторяемости и внутрилабораторной воспроизводимости для неаттестованных методик

4) **Норматив контроля *К*** (для $P = 0{,}95$):

- контроль повторяемости

$$К = \frac{\bar{x}\delta_{оц}\theta}{2 \cdot 100\sqrt{N}},$$

где $\delta_{оц}$ – оцененная (заданная) относительная погрешность неаттестованной методики, %;
θ – критерий Пирсона, зависит от числа измерений N и доверительной вероятности P:
для $N = 2$ $\theta = 2{,}77$;
$N = 3$ $\theta = 3{,}31$;
$N = 4$ $\theta = 3{,}63$;
$N = 5$ $\theta = 3{,}86$.

- контроль внутрилабораторной воспроизводимости

$$К = \frac{\bar{x}\delta_{оц}\theta}{2 \cdot 100},$$

5) **Оценка результата контроля** – сравнение $K_к$ и K.

6) **Периодичность контроля** – для каждого результата анализа.

Оперативный контроль точности

1) **Средство контроля**:

- **образцы для контроля (ОК)**;
- **«рабочие» образцы с известной добавкой определяемого компонента**;
- «рабочие» образцы, разбавленные в определенном соотношении;
- «рабочие» образцы, разбавленные в определенном соотношении с известной добавкой;
- контрольная (другая) методика анализа.

2) **Контрольная процедура** – получают результат анализа $\boldsymbol{X}$ ($\boldsymbol{X_Д}$) для контрольного измерения.

3) **Результат контрольной процедуры $\boldsymbol{К_к}$**:

- с использованием образцов для контроля с аттестованным значением $\boldsymbol{C}$ определяемого компонента

$$К_к = |X - C| \qquad \text{(в абсолютных единицах);}$$

$$К_к = \frac{|X-C|}{C}100 \qquad \text{(в относительных единицах);}$$

- с использованием «рабочих» образцов с известной добавкой $\boldsymbol{C_Д}$ определяемого компонента

$$К_к = |X_Д - X - C_Д| \qquad \text{(в абсолютных единицах);}$$

$$К_к = \frac{|X_Д-X-C_Д|}{X}100 \qquad \text{(в относительных единицах).}$$

Оперативный контроль точности

4) **Норматив контроля *К*** (для P = 0,95):

- с применением образцов для контроля (ОК)

$$К = \Delta \qquad \text{(в абсолютных единицах);}$$

$$К = \frac{\delta С}{100} \qquad \text{(в относительных единицах)}$$

- методом добавок

$$К = \sqrt{\Delta_{X_Д}^2 + \Delta_X^2 + \Delta_{C_Д}^2} \qquad \text{(в абсолютных единицах);}$$

как правило, $\Delta_{C_Д}$ незначима в сравнении с $\Delta_{X_Д}$ и Δ_X, поэтому этой составляющей пренебрегают.

5) **Оценка результата контроля** – сравнение $K_к$ и K.

6) **Периодичность контроля** – **не менее 1 контрольного измерения** для каждой партии «рабочих» проб.

Алгоритм проведения оперативного контроля точности с использованием метода добавок

1) Анализируют исходный «рабочий» образец объемом V_0. Получают результат анализа X'.
   Этот результат необходим только для определения значения добавки. В расчетах он не используется.
2) Определяют значение добавки $C_Д$ исходя из ориентировочного соотношения $0{,}8C_Д \le X' \le 1{,}2C_Д$.
   Выбирают соответствующий раствор с известной концентрацией определяемого компонента (аттестованную смесь) в качестве добавки.
   Погрешность внесения добавки должна быть незначима!!!

   Компромисс между концентрацией аттестованной смеси C_0 и объемом вносимой добавки $V_Д$.

Например, для соотношения $V_Д = \frac{V_0}{10}$ подбирают аттестованную смесь с концентрацией $C_0 = 10C_Д$.

3) Для проведения контрольного измерения анализируют **два раствора в условиях повторяемости**:
   - исходный «рабочий» образец (повторно!) объемом V_0; получают результат анализа X_0;
   - «рабочий» образец с введенной добавкой $C_Д$ (объемом $V_Д$) – объем $V_0 + V_Д$;

     получают результат анализа $X_Д$.
4) Рассчитывают значение добавки $C_Д = \frac{V_Д C_0}{V_0 + V_Д}$.

   Кроме этого, учитывают незначительное разбавление исходного «рабочего» образца введением добавки (иногда этим пренебрегают): $X = \frac{X_0 V_0}{V_0 + V_Д}$.
5) Рассчитывают результат контрольной процедуры $K_к$ и сравнивают с нормативом контроля K:

$$К_к = |Х_Д - Х - С_Д|$$

Пример проведения оперативного контроля точности с использованием метода добавок – определение Cd (II) в растениях по методике ICP-Forests методом ААС-ЭТА

Шифр образца	Массовая концентрация кадмия (II) в растворе, мкг/дм^3						Результат контроля
	Результат анализа образца X_0	Результат анализа (с учетом разбавления добавкой) X	Добавка $C_Д$	Результат анализа образца с добавкой $X_Д$	Результат контрольной процедуры $K_к$	Норматив контроля K	
КОР-1, R = 10	0,278	0,253	0,182	0,455	0,020	0,091	удовл.
КОР-2, R = 5	0,518	0,470	0,454	0,810	0,114	0,169	удовл.
41’, R = 5	0,205	0,187	0,182	0,373	0,004	0,067	удовл.
43’, R = 5	0,188	0,171	0,182	0,336	0,017	0,062	удовл.
6’, R = 5	0,279	0,253	0,182	0,454	0,019	0,091	удовл.

Контроль стабильности результатов анализа

- **Подтверждение** лабораторией компетентности в обеспечении качества выдаваемых результатов анализа.
- **Оценка** деятельности лаборатории в целом.

Достоверность выводов о качестве результатов анализа зависит от:

– реализуемой формы контроля стабильности результатов измерений,

– используемого числа контрольных процедур,

– частоты их применения.

При реализации контроля стабильности результатов анализа используют результаты контрольных измерений, полученные при оперативном контроле процедуры анализа.

Основной инструмент для контроля стабильности результатов измерений в лаборатории в течение отчетного периода (неделя, месяц, квартал, год) – **контрольные карты.**

Существует множество типов контрольных карт. Наиболее используемые – контрольные карты Шухарта.

Контроль стабильности результатов анализа – контрольные карты Шухарта

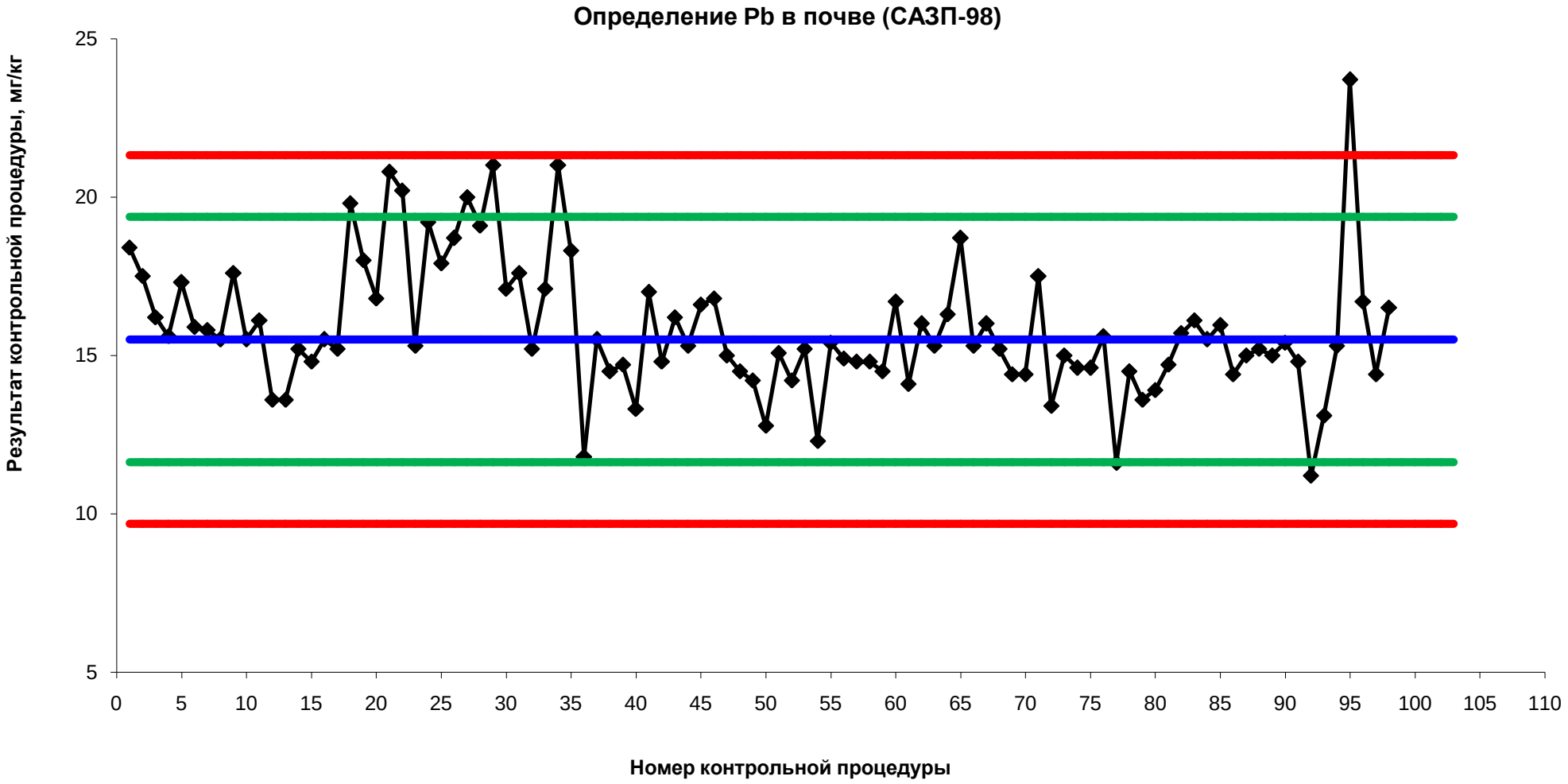
Контрольные карты представляют собой графики:

- по горизонтальной оси – **номер** измерения;
- по вертикальной оси – **результат** контрольной процедуры;
- горизонтальные прямые – различные **пределы** (границы регулирования).

Важнейший способ использования карт – их **визуальное рассмотрение**. Глазом часто удается выявить закономерные изменения аналитического процесса, которые с трудом обнаруживаются при статистическом анализе, что позволяет своевременно выявлять ситуации выхода процесса измерений из статистически контролируемого состояния.

Для каждого типа карт существуют определенные правила, которые указывают, при каких условиях следует вмешаться в аналитический процесс, чтобы обеспечить качество результатов анализа.

Пример контрольной карты Шухарта



Корректирующие мероприятия

Корректирующие мероприятия проводят в случае выявленных лабораторией несоответствий и отрицательных результатов:

- несоответствий установленным требованиям **условий и процедур выполнения** аналитических работ;
- несоответствий установленным правилам и нормативам **процедур и результатов контроля качества;**
- отрицательных результатов **внутренних проверок** (аудита);
- отрицательных результатов **участия в МСИ;**
- отрицательных результатов **внешнего надзора и инспекционного контроля;**
- **рекламаций** со стороны Заказчика.

Если устранение несоответствий требует значительных временных и (или) материальных затрат, лаборатория составляет план проведения корректирующих мероприятий.

Контроль со стороны руководства

- **Внутренний аудит** – заведующий лабораторией и менеджер по качеству.
- **Внешний аудит** – орган по аккредитации; организация, уполномоченная на проведение контроля.
- **Инспекционный контроль** – в течение всего срока действия аттестата аккредитации лаборатории:

  – комиссия для проведения инспекционной проверки деятельности лаборатории;

  – контрольные («шифрованные») образцы.

Межлабораторные сравнительные испытания (МСИ)

- Один из основных методов внешнего контроля качества работы лаборатории.
- Цель – **проверка лаборатории на качество проведения испытаний и оценка ее компетентности**.

Участие в этих программах **обязательно**, поскольку постановка вопроса о компетентности лаборатории неправомерна, если она не **способна гарантировать и подтверждать** качество получаемых результатов.

По итогам испытаний каждая лаборатория-участница сравнительных испытаний
получает квалификационный отчет,
в котором указаны все удовлетворительные и неудовлетворительные результаты.

При наличии неудовлетворительных результатов лаборатория должна пройти процедуру переквалификации, повторно проанализировав «неудавшиеся» показатели.

Участие в МСИ – один из путей получения контрольных образцов!!!

Примеры участия лаборатории «Экоаналит» в МСИ в 2009 – 2011 годах

6th FSCC Interlaboratory Comparison 2009

Requalification Report

Contact person	Svetlana Kostrova
Institute	Institute of Biology Komi SC UD RAS
Laboratory	«ECOANALYT» Ecoanalytical laboratory
Town	Syktyvkar
Country	Russia
LabID	A39

Анализ почвы

Parameter	M/O	Interlaboratory comparison: Total reported samples	Nº	Passed (Y/N)	% results within tol. limits	Requalification: New data	Passed	% results within tol. limits	Remarks
Particle size clay	M			N			N		Mandatory parameter not analysed. Our laboratory does not have the required equipment
Particle size sand	M			N			N		Mandatory parameter not analysed. Our laboratory does not have the required equipment
Particle size silt	M			N			N		Mandatory parameter not analysed. Our laboratory does not have the required equipment
pHCaCl2	M	5		Y	100	0	Y	100	
pHH2O	O	5		Y	100	0	Y	100	
CaCO3	M			N			N		Mandatory parameter not analysed. No experience with this method
OC	M	5		Y	100	0	Y	100	
Total N	M	5		Y	100	0	Y	100	
Exchangeable Acidity	M	5		Y	100	0	Y	100	
Exchangeable Al	M	4		Y	75	0	Y	75	
Exchangeable Ca	M	5		Y	100	0	Y	100	
Exchangeable Fe	M	5		Y	100	0	Y	100	
Exchangeable K	M	5		Y	100	0	Y	100	
Exchangeable Mg	M	5		Y	100	0	Y	100	
Exchangeable Mn	M	4		Y	100	0	Y	75	
Exchangeable Na	M	5		Y	60	0	Y	60	
Free H	M	5		Y	80	0	Y	80	
Extractable Al	O	5		Y	100	0	Y	100	
Extractable Ca	M/O	5		Y	100	0	Y	100	
Extractable Cd	M	5		Y	80	0	Y	80	
Extractable Cr	O	5		Y	100	0	Y	100	
Extractable Cu	M	5		Y	60	0	Y	60	
Extractable Fe	O	5		Y	80	0	Y	80	
Extractable Hg	O	5		Y	100	0	Y	100	
Extractable K	M/O	5		Y	100	0	Y	100	
Extractable Mg	M/O	5		Y	100	0	Y	100	
Extractable Mn	M/O	5		Y	100	0	Y	100	
Extractable Na	O	5		Y	100	0	Y	100	
Extractable Ni	O	5		Y	100	0	Y	100	
Extractable P	M/O	5		Y	100	0	Y	100	
Extractable Pb	M	5		Y	100	0	Y	100	
Extractable S	O	5		Y	60	0	Y	60	
Extractable Zn	M	5		Y	80	0	Y	80	
Total Al	O	5		Y	80	0	Y	80	Tolerable limit of higher range widened to 10%
Total Ca	O	5		Y	100	0	Y	100	
Total Fe	O	5		N	40	0	Y	80	Tolerable limit of higher range widened to 10%
Total K	O	5		Y	60	0	Y	60	Tolerable limit of higher range widened to 10%
Total Mg	O	5		Y	80	0	Y	100	Tolerable limit of higher range widened to 10%
Total Mn	O	5		Y	80	0	Y	100	Tolerable limit of higher range widened to 10%
Total Na	O	5		N	40	0	Y	60	Tolerable limit of higher range widened to 10%
Reactive Al	M	5		Y	100	0	Y	100	
Reactive Fe	M	5		Y	100	0	Y	100	

Notes

For CaCO3 only the results on sample C have been considered for qualification/requalification

M/O:

M: Mandatory for all samples; O: Optional for all samples; M/O: Mandatory for organic and optional for mineral samples

Passed:

Y: 90% or more of the results per parameter are within the tolerable limits; N: less than 90% of the results per parameter are within the tolerable limits

Nathalie Cools, FSCC

Geraardsbergen, December, 2009

Re-Qualification Report

Combined FutMon/ICP-Forest Water Ring Test 2011

Laboratory
Svetlana Kostrova

Institut of Biology Komi Scientific Center Ural
Branch Russian Academy of Sciences
«ECOANALYT» Ecoanalytical laboratory
Kommunisticheskaya, 28
167982 - Syktyvkar
Russia

kostrova@ib.komisc.ru

Associated Beneficiary
Natalia Lukina

Centre for Forest Ecology and Productivity RAS

Russia

lukina@cepl.rssi.ru

Labcode: A39

Parameter	analysed	passed	not passed	Percentage of correct results before requalification	Percentage of correct results after requalification	passed after requalification
NH_4	yes	X		60%	60%	X
Ca	yes	X		100%	100%	X
Cl	yes	X		60%	60%	X
Conductivity	yes	X		80%	80%	X
Mg	yes	X		100%	100%	X
$N\text{-}NO_3$	yes	X		80%	80%	X
pH	yes		X	20%	20%	
K	yes	X		100%	100%	X
Na	yes	X		100%	100%	X
$S\text{-}SO_4$	yes	X		100%	100%	X
Total N	yes	X		100%	100%	X
Alkalinity	yes		X	0%	100%	X
DOC	yes	X		100%	100%	X

passed: 50% of the results per element or more are within the tolerable limits or below acceptable DL
not passed: less than 50% of the results per element are within the tolerable limits or below acceptable DL
acceptable QL: quantitation limits not higher that the maximum agreed at the meeting of the Heads of the laboratories, in Arcachon (France), June 16-17th 2011.

14/10/2011

Aldo Marchetto
Leader of FutMon Action C1-Water

LIFE07 ENV/D/000218

Анализ воды, 2011 г.

Qualification Report

14th Needle/Leaf Interlaboratory Comparison Test 2011/2012

Svetlana Kostrova
Institute of Biology Komi SC UD RAS
«ECOANALYT» Ecoanalytical laboratory
Kommunisticheskaya st., 28
167982-Syktyvkar
Russia
Laborcode: A39

Parameter	analysed	passed	Percentage of correct results	Remarks	Requalification passed
N	yes	yes	75		
S	yes	yes	100		
P	yes	yes	100		
Ca	yes	yes	100		
Mg	yes	yes	100		
K	yes	yes	100		
C	yes	yes	100		
Zn	yes	yes	100		
Mn	yes	yes	100		
Fe	yes	yes	100		
Cu	yes	yes	100		
Pb	yes	yes	100		
Cd	yes	yes	75		
B	yes	yes	100		

passed: 50% of the results per element or more are within the tolerable limits
not passed: less than 50% of the results per element are within the tolerable limits

04.01.2012

Alfred Fürst
Forest Foliar Co-ordinating Centre
Seckendorff-Gudent Weg 8, A-1131 Vienna/Austria

Анализ растений,

2011/2012 годы

Анализ сухого остатка воды, 2011 г. (инспекционный контроль)

Федеральное государственное унитарное предприятие
"Уральский научно-исследовательский институт метрологии" (ФГУП "УНИИМ")
Координатор проведения межлабораторных сравнительных испытаний
(Свидетельство Ростехрегулирования № К01.01 от 28 июля 2008 г.)

620000,
г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4
Тел.: (343) 217-48-62;
Факс: (343) 350-21-17
E-mail: MSI@uniim.ru
Сайт: www.proftestlab.ru

Проверка квалификации лабораторий по определению минерального состава воды природной ПКЛ МСВ - 2011/1
Заключение о качестве результатов измерений

Экоаналитическая лаборатория "ЭКОАНАЛИТ" Институт биологии КомиНЦ УРО РАН
ул. Коммунистическая, д. 28, ГСП-2, г. Сыктывкар, РК, Россия, 167982
Аттестат аккредитации: № РОСС RU.0001.511257
Кодовый номер лаборатории: ХПК-2.35
Образец для контроля: ОК МСВ ХПК-2 (ГСО 9511-2009, партия № 2)

Контролируемый показатель	Массовая концентрация					
	нитрат-ион, мг/дм³	хлорид-ион, мг/дм³	фосфат-ион, мг/дм³	фторид-ион, мг/дм³	ХПК, мгO₂/дм³	железо общее, мг/дм³
Аттестованное значение ОК (С)	5,0	20,0	3,5	1,00	20,0	0,10
Методика измерений	РД 52.24.380-2006	РД 52.24.402-2005	РД 52.24.382-2005	-	ПНД Ф 14.1:2:4.190-03	ПНД Ф 14.1:2:4.135-98
Результат измерений (Х)	5,5	20	3,5	-	20	0,103
Погрешность методики измерений ($\Delta_{мвн}$)	1,6	3,4	0,36	-	6	0,024
Число E_n	0,3	0	0	-	0	0,1
Качество результатов измерений	Удовл.	Удовл.	Удовл.	-	Удовл.	Удовл.

Качество результата измерений оценено в соответствии с ИСО 17043:2010 путем сравнения числа En с контрольным нормативом.
Число En рассчитывают по формуле $E_n = \frac{|X - C|}{\sqrt{\Delta_{мвн}^2 + \Delta_{ок}^2}}$, где Δок - погрешность аттестованного значения ОК.

При $E_n \le 1$ качество результатов измерений признают удовлетворительным;
при $1 < E_n \le 1,5$ качество результатов измерений признают сомнительным;
при $E_n > 1,5$ качество результатов измерений признают неудовлетворительным.

Зам. директора ФГУП "УНИИМ" С.В. Медведевских
Руководитель программы проверки Л.И. Горяева

Федеральное государственное унитарное предприятие
научно-исследовательский институт метрологии" (ФГУП "УНИИМ")
Провайдер проверок квалификации лабораторий (Свидетельство Ростандарта № К01.01 от 25 июня 2011 г.)

620000, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4
Тел.: (343) 217-48-62;
Факс: (343) 350-21-17

Проверка квалификации лабораторий по определению минерального состава воды природной ПКЛ МСВ - 2011/2
Заключение о качестве результатов измерений

Экоаналитическая лаборатория "ЭКОАНАЛИТ" УРАН Институт биологии КНЦ УрО РАН
ул. Коммунистическая, д. 28, г. Сыктывкар, РК, Россия, 167982
Аттестат аккредитации: № РОСС RU.0001.511257
Кодовый номер лаборатории: СВ-1.14
Образец для контроля: ОК СВ-1/11

Контролируемый показатель	Массовая концентрация, мг/дм³							
	нитрат-ион	сульфат-ион	хлорид-ион	фосфат-ион	фторид-ион	железо общее	марганец	медь
Аттестованное значение ОК (С)	20,0	117,6	25,0	0,020	0,250	0,060	0,0060	0,30
Методика измерений	РД 52.24.380-2006	РД 52.24.405-2005	РД 52.24.402-2005	РД 52. 24.382-2006	ПНД Ф 14.1:2.179-02	ПНД Ф 14.1:2:4.135-98	ПНД Ф 14.1:2:4.135-98	ПНД Ф 14.1:2:4.135-98
Результат измерений (Х)	19,8	112	23,8	0,020	0,185	0,041	0,0050	0,220
Погрешность методики измерений ($\Delta_{мвн}$)	4,8	15	4,3	0,004	0,07	0,015	0,0020	0,078
Число E_n	0,0	0,4	0,3	0,0	0,9	1,3	0,5	1,0
Качество результатов измерений	Удовл.	Удовл.	Удовл.	Удовл.	Удовл.	Сомнит.	Удовл.	Удовл.

Качество результата измерений оценено в соответствии с ИСО 17043:2010 путем сравнения числа E_n с контрольным нормативом.
Число E_n рассчитывают по формуле $E_n = \frac{|X - C|}{\sqrt{\Delta_{мвн}^2 + \Delta_{ок}^2}}$, где Δок - погрешность аттестованного значения ОК.

При $E_n \le 1$ качество результатов измерений признают удовлетворительным;
при $1 < E_n \le 1,5$ качество результатов измерений признают сомнительным;
при $E_n > 1,5$ качество результатов измерений признают неудовлетворительным.

И.о. директора ФГУП "УНИИМ" С.В. Медведевских
Руководитель программы проверки Л.И. Горяева

Федеральное государственное унитарное предприятие
научно-исследовательский институт метрологии" (ФГУП "УНИИМ")
Провайдер проверок квалификации лабораторий (Свидетельство Ростандарта № К01.01 от 25 июня 2011 г.)

620000, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4
Тел.: (343) 217-48-62;
Факс: (343) 350-21-17

Проверка квалификации лабораторий по определению минерального состава воды природной ПКЛ МСВ - 2011/3
Заключение о качестве результатов измерений

Экоаналитическая лаборатория "ЭКОАНАЛИТ" УРАН Институт биологии КНЦ УрО РАН
ул. Коммунистическая, д. 28, г. Сыктывкар, РК, Россия, 167982
Аттестат аккредитации: № РОСС RU.0001.511257
Кодовый номер лаборатории: СВ-2.15
Образец для контроля: ОК СВ-2/11

Контролируемый показатель	Массовая концентрация, мг/дм³							
	нитрат-ион	сульфат-ион	хлорид-ион	фосфат-ион	фторид-ион	железо общее	марганец	хром
Аттестованное значение ОК (С)	25,0	82,7	50,0	0,030	0,300	0,075	0,0075	1,00
Методика измерений	РД 52.24.380-2006	РД 52.24.405-2005	РД 52.24.402-2005	РД 52. 24.382-2006	ПНД Ф 14.1:2.179-02	ПНД Ф 14.1:2:4.135-98	ПНД Ф 14.1:2:4.135-98	ПНД Ф 14.1:2:4.135-98
Результат измерений (Х)	24,6	80,2	49,9	0,032	0,25	0,070	0,0052	1,00
Погрешность методики измерений ($\Delta_{мвн}$)	6,0	11	8,5	0,005	0,1	0,018	0,0024	0,15
Число E_n	0,1	0,2	0,0	0,4	0,6	0,3	1,0	0,0
Качество результатов измерений	Удовл.	Удовл.	Удовл.	Удовл.	Удовл.	Удовл.	Удовл.	Удовл.

Качество результата измерений оценено в соответствии с ИСО 17043:2010 путем сравнения числа E_n с контрольным нормативом.
Число E_n рассчитывают по формуле $E_n = \frac{|X - C|}{\sqrt{\Delta_{мвн}^2 + \Delta_{ок}^2}}$, где Δок - погрешность аттестованного значения ОК.

При $E_n \le 1$ качество результатов измерений признают удовлетворительным;
при $1 < E_n \le 1,5$ качество результатов измерений признают сомнительным;
при $E_n > 1,5$ качество результатов измерений признают неудовлетворительным.

И.о. директора ФГУП "УНИИМ" С.В. Медведевских
Руководитель программы проверки Л.И. Горяева

Федеральное государственное унитарное предприятие
научно-исследовательский институт метрологии" (ФГУП "УНИИМ")
Провайдер проверок квалификации лабораторий (Свидетельство Ростандарта № К01.01 от 25 июня 2011 г.)

620000, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4
Тел.: (343) 217-48-62;
Факс: (343) 350-21-17

Проверка квалификации лабораторий по определению минерального состава воды природной ПКЛ МСВ - 2011/4
Заключение о качестве результатов измерений

Экоаналитическая лаборатория "ЭКОАНАЛИТ" УРАН Институт биологии КНЦ УрО РАН
ул. Коммунистическая, д. 28, г. Сыктывкар, РК, Россия, 167982
Аттестат аккредитации: № РОСС RU.0001.511257
Кодовый номер лаборатории: СВ-3.13
Образец для контроля: ОК СВ-3/11

Контролируемый показатель	Массовая концентрация, мг/дм³							
	нитрат-ион	сульфат-ион	хлорид-ион	фосфат-ион	фторид-ион	железо общее	марганец	кадмий
Аттестованное значение ОК (С)	30,0	50,8	75,0	0,040	0,450	0,090	0,0090	0,150
Методика измерений	РД 52.24.380-2006	РД 52.24.405-2005	РД 52.24.402-2005	РД 52.24.382-2006	ПНД Ф 14.1:2.179-02	ПНД Ф 14.1:2:4.135-98	ПНД Ф 14.1:2:4.135-98	ПНД Ф 14.1:2:4.135-98
Результат измерений (Х)	28,1	50,0	78	0,038	0,42	0,079	0,0064	0,150
Погрешность методики измерений ($\Delta_{мвн}$)	7,2	7,1	9,1	0,006	0,11	0,022	0,0029	0,04
Число E_n	0,3	0,1	0,3	0,3	0,3	0,5	0,9	0,0
Качество результатов измерений	Удовл.	Удовл.	Удовл.	Удовл.	Удовл.	Удовл.	Удовл.	Удовл.

Качество результата измерений оценено в соответствии с ИСО 17043:2010 путем сравнения числа E_n с контрольным нормативом.
Число E_n рассчитывают по формуле $E_n = \frac{|X - C|}{\sqrt{\Delta_{мвн}^2 + \Delta_{ок}^2}}$, где Δок - погрешность аттестованного значения ОК.

При $E_n \le 1$ качество результатов измерений признают удовлетворительным;
при $1 < E_n \le 1,5$ качество результатов измерений признают сомнительным;
при $E_n > 1,5$ качество результатов измерений признают неудовлетворительным.

И.о. директора ФГУП "УНИИМ" С.В. Медведевских
Руководитель программы проверки Л.И. Горяева

Анализ почвы, 2011 г. (инспекционный контроль)

Федеральное государственное унитарное предприятие
"Уральский научно-исследовательский институт метрологии" (ФГУП "УНИИМ")
Провайдер проверок квалификации лабораторий (Свидетельство Ростандарта № К01.01 от 25 июня 2011 г.)

620000,
г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4
Тел.: (343) 217-48-62; Факс: (343) 350-21-17

Проверка квалификации лабораторий
по определению кислоторастворимых форм металлов в почве
ПКЛ ТЭП К - 2011/1
Заключение о качестве результатов измерений

Экоаналитическая лаборатория "ЭКОАНАЛИТ" УРАН Институт биологии КНЦ УрО РАН
ул. Коммунистическая, д. 28, г. Сыктывкар, РК, Россия, 167982
Аттестат аккредитации: РОСС.RU.0001.511257
Кодовый номер лаборатории: ТЭП-К-5.7
Образец для контроля: ОК ТЭП К-5 (ГСО 9231-2008, партия № 5)

Контролируемый показатель	Массовая доля, мг/кг							
	цинк	медь	свинец	никель	кадмий	кобальт	марганец	хром
Аттестованное значение ОК (С)	**97**	**128**	**47,5**	**37,3**	**1,80**	**20,0**	**1575**	**42,0**
Методика измерений	ПНД Ф 16.1:2.3:3.11-98	ПНД Ф 16.1:2.3:3.11-98	ПНД Ф 16.1:2.3:3.11-98	ПНД Ф 16.1:2.3:3.11-98	ПНД Ф 16.1:2.3:3.11-98	-	ПНД Ф 16.1:2.3:3.11-98	ПНД Ф 16.1:2.3:3.11-98
Результат измерений (Х)	96	121	44	39	1,8	-	1510	**44**
Погрешность методики измерений ($\Delta_{мви}$)	20	26	12	13	0,9	-	480	9
Число E_n	0,0	0,3	0,3	0,1	0,0	-	0,1	0,2
Качество результатов измерений	Удовл.	Удовл.	Удовл.	Удовл.	Удовл.	-	Удовл.	Удовл.

Качество результата измерений оценено в соответствии с ИСО 17043:2010 путем сравнения числа E_n с контролным нормативом.
Число E_n рассчитывают по формуле $E_n = \frac{|X - C|}{\sqrt{\Delta_{мви}^2 + \Delta_{ок}^2}}$, где Δок - погрешность аттестованного значения ОК.

При $E_n \le 1$ качество результатов измерений признают удовлетворительным;
при $1 < E_n \le 1,5$ качество результатов измерений признают сомнительным;
при $E_n > 1,5$ качество результатов измерений признают неудовлетворительным.

И.о. директора ФГУП "УНИИМ" С.В. Медведевских

Руководитель программы проверки Л.И. Горяева