

Анализ вещества

АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ — НЕОТЪЕМЛЕМАЯ ЧАСТЬ ДИАГНОСТИКИ МАТЕРИАЛОВ¹

© Ю. А. Карпов, В. Б. Барановская²

Статья поступила 14 октября 2016 г.

Аналитический контроль — прикладной сегмент аналитической химии, включающий отбор представительной пробы, определение химического состава (элементного, фазового, молекулярного, изотопного и др.), оценку метрологических характеристик полученных результатов, заключение о соответствии объектов исследования установленным требованиям. Эти основные составляющие аналитического контроля охарактеризованы в статье наряду с такими важными его аспектами, как унификация и стандартизация, а также аккредитация аналитических лабораторий. Особое внимание уделено методике как главной составляющей аналитического контроля, ее метрологическим характеристикам и метрологическому обеспечению анализа.

Ключевые слова: аналитический контроль; метрология химического анализа; аттестация методик анализа; аккредитация.

Рождение журнала «Заводская лаборатория» неразрывно связано с историей страны. После Октябрьской революции, Гражданской войны, разрушения всего и вся начался период возрождения — такая последовательность событий нередко имела место в истории земной цивилизации. Руководство Советского Союза в качестве главного приоритета такого возрождения выбрало индустриализацию. Данное решение было не таким уж очевидным — в стране были голод и разруха, поэтому первоочередными представлялись социальные задачи. Но самый простой и очевидный путь не всегда бывает самым эффективным. Поэтому Советский Союз, еще совсем молодое государство, выбрал в качестве главного направления развития страны создание отечественной горно-рудной, металлургической, химической промышленности, машиностроения, авиационной промышленности и др., хотя это потребовало максимальной концентрации сил и средств на новых направлениях.

Индустриализация подразумевает решение целого комплекса глобальных задач, таких как создание сети отраслевых научно-исследовательских институтов, разрабатывающих отечественные технологии; создание высших учебных заведений для подготовки инженеров; строительство новых заводов-гигантов; создание широкой инфраструктуры.

Именно в атмосфере индустриализации и появился новый журнал «Заводская лаборатория», главной целью которого было обеспечение конкурентного качества отечественной промышленной продукции, в первую очередь — материалов различного назначения. Важнейшим направлением работ по обеспечению высокого качества стала диагностика материалов.

Все многочисленные показатели качества материалов можно условно разделить на три группы: химический состав, строение (структура) и свойства. Методы определения этих показателей явились основой содержания нового журнала. Поскольку из данной триады диагностических показателей первичным является состав (от него прежде всего зависят строение и свойства), то ядром журнала стал аналитический отдел, а преобладающую роль в развитии «Заводской лаборатории» играли специалисты по аналитической химии — ведущие аналитики страны. В 30–40-е годы прошлого века журнал «Заводская лаборатория» был единственным журналом по аналитической химии в стране и третьим в мире. Журнал «Заводская лаборатория» не стал простым пособием для производственных лабораторий по применению рутинных методов анализа, он был предназначен в первую очередь для высококвалифицированных специалистов и новаторов, в нем пропагандировалась идея, что заводская (аналитическая) лаборатория — флагман всего передового на каждом предприятии. Неслучайно самые перспективные методы анализа — спектральные, рентгеновские, хроматографические и другие — впервые были предложены аналитикам на страницах журнала «Заводская лаборатория». То же можно сказать

¹ Статья подготовлена при поддержке Российского научного фонда в рамках Соглашения 16-13-10417.

² Институт общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН, Москва, Россия; Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия; e-mail: karpov-yury@yandex.ru

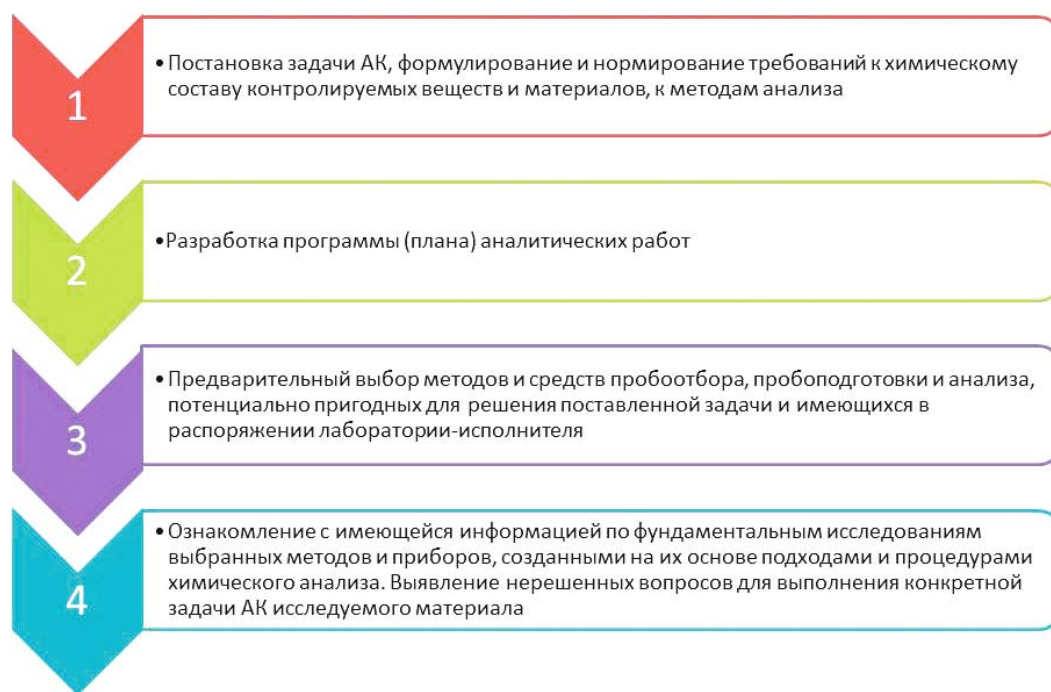


Рис. 1. Схема жизненного цикла исследований и разработок процесса аналитического контроля (АК)

и о применении методов математической статистики при анализе вещества.

В настоящей статье мы сфокусируем внимание читателя на важнейшем направлении диагностики материалов — аналитическом контроле и на фундаментальной составляющей этого понятия — методике аналитического контроля.

Три основных сегмента можно выделить в многообразной науке — аналитической химии — при рассмотрении ее развития от теории к практике: фундаментальная наука, химический анализ и аналитический контроль.

На стадии фундаментальных исследований создают и развивают новые методы анализа, приборы для их реализации, исследуют природу аналитических сигналов, возможности и ограничения методов, теорию и методологию аналитической химии.

Второй сегмент — химический анализ — это определение состава (элементного, фазового, молекулярного, изотопного и др.) пробы на основании проведенных фундаментальных исследований. Химический анализ — нестереотипная процедура, это, скорее, использование высококвалифицированным специалистом результатов фундаментальных исследований для анализа проб веществ и материалов инновационного цикла, т.е. не имеющих формулированных требований по содержанию искомых компонентов и метрологическим характеристикам анализа. Иными словами, это в большей степени искусство, чем ремесло.

И, наконец, третий, самый крупный по количеству специалистов и затрачиваемым средствам, — это прикладной сегмент аналитической химии, называемый аналитическим контролем. Аналитический кон-

троль — это определение состава веществ и материалов по документированной в установленном порядке процедуре с последующим оцениванием соответствия объекта установленным требованиям.

В статье охарактеризованы основные особенности аналитического контроля — отбор представительной пробы, методика анализа как главная составляющая аналитического контроля, метрологические характеристики и метрологическое обеспечение, унификация и стандартизация, аккредитация аналитических лабораторий, заключения о соответствии объектов исследования установленным требованиям.

Аналитический контроль — неотъемлемая часть важнейших видов производства — химии, металлургии, геологии, сельского хозяйства, пищевой промышленности, машиностроения, электроники, а также таких направлений человеческой деятельности, как медицина, экология, производство лекарств и др.

Прикладную направленность аналитической химии подчеркивал еще академик Н. С. Курнаков: «Аналитическая химия четко реагирует на запросы производства и черпает для себя в этом силы и импульсы для дальнейшего развития». В наше время это утверждение еще более актуально.

Но прикладная аналитическая химия имеет целый ряд особенностей, которые требуют наряду с фундаментальными исследованиями разработки целого ряда обязательных процедур, обеспечивающих достоверность, стабильность и надежность аналитического контроля. Объем и сложность данных исследований нередко превышают таковые при создании средств аналитического контроля и проведении фундаментальных исследований. Такая ситуация в какой-то сте-

пени аналогична производству компьютеров и программного обеспечения, без которого применение компьютера для решения реальных задач невозможно.

На рис. 1 представлена схема исследований и работ жизненного цикла процесса аналитического контроля от постановки задачи до ее решения. Итак, первый этап — это постановка задачи аналитического контроля.

Как правило, об этом этапе мы меньше всего знаем — ведь задачу ставит не исполнитель, а заказчик. Для этого, в принципе, он должен провести серьезное исследование, от содержания и качества которого зависят труд аналитиков и стоимость работы. Поэтому необходимо детально охарактеризовать объект исследования, установить перечень определяемых компонентов, указать требования к точности и чувствительности их определения, экспрессности анализа, квалификации оператора, технике безопасности, доступности оборудования и стоимости анализа. При этом все перечисленные требования должны быть обоснованы, они не могут быть недостаточными, но не должны быть и избыточными — это может значительно усложнить и удлинить аналитическую разработку. Конечные технические требования заказчику работы необходимо обсудить совместно с аналитиками. Такое обсуждение позволит сделать постановку задачи корректной, а ее выполнение — рациональным.

Таким образом, на основании первого этапа работы аналитическая лаборатория получает в виде задания описание исследуемого материала, данные о его химическом составе, перечень определяемых компонентов и примесей, требования к методам анализа и их метрологическим характеристикам.

На основании такого технического задания разрабатывают план или программу необходимых аналитических работ. И, как говорил Аристотель, «Успех любого дела зависит от соблюдения двух условий: правильного установления конечной цели и отыскания соответствующих путей и средств, ведущих к цели».

Реализация плана аналитического контроля начинается с процедуры пробоотбора. Отбор проб практически всегда предшествует химическому анализу. Мы отбираем небольшое количество материала (образец, проба), чтобы определить состав более крупного (иногда — намного более крупного) объекта. Хотя этот образец должен быть представительным, т.е. иметь точно такой же состав, что и исходный материал, но всегда существуют отличия. Это несоответствие приводит к появлению неопределенности (или погрешности) за счет пробоотбора.

Но мы можем и должны стремиться, чтобы вклад неопределенности за счет пробоотбора не искажал значимо конечный результат анализа, поэтому процедура пробоотбора должна быть детально описана и метрологически оценена. До недавнего времени неопределенность отбора проб часто игнорировали.

Это связано, прежде всего, с тем, что отбор пробы проводят не аналитики, а специальные структуры, участвующие в технологическом процессе, которые не соблюдают требования по метрологии, предъявляемые к процедуре анализа. Кроме того, есть и методические трудности: неопределенность пробоотбора может быть оценена лишь косвенным путем — с помощью оценки суммарной неопределенности аналитического контроля и собственно аналитической стадии.

В этом случае $S_{\text{пр}}^2 = S_{\Sigma}^2 - S_{\text{ан}}^2$, где $S_{\text{пр}}^2$ — неопределенность результата аналитического контроля, обусловленная стадией пробоотбора; S_{Σ}^2 — суммарная неопределенность результата аналитического контроля; $S_{\text{ан}}^2$ — неопределенность результата аналитического контроля, обусловленная стадией анализа.

Хотя методические подходы к оценке неопределенности пробоотбора описаны в литературе (например, [1–3]), метрологически обоснованных методик пробоотбора очень мало. В России такие методики разработаны для анализа драгоценных металлов, в меньшей степени — для геохимических объектов и материалов горно-рудного производства. Работы в данном направлении остаются весьма актуальными.

Следующий этап жизненного цикла аналитического контроля — предварительный выбор потенциально пригодных для достижения поставленной цели методов и средств анализа, способов пробоподготовки, которые может использовать, приобрести или развить в ходе выполнения данной разработки аналитическая лаборатория исполнителя. На основании сделанного выбора обобщают нормативные документы, документацию к приборам, фундаментальную, метрологическую информацию о потенциальных методах пробоподготовки, гармонизированных с выбранными аналитическими методами, а также о рациональных условиях анализа (аналитических линиях, наложениях, помехах), потенциальных возможностях выбранных методов, их недостатках и ограничениях применительно к объекту исследований. Рассматривают также информацию об опыте применения выбранных методов и приборов, в том числе для исследуемого объекта.

Выводом из этой обобщенной информации является постановка конкретной творческой и технической задачи — требования к разработке методик анализа объекта исследований, достижению метрологических, технических, экономических и других требуемых параметров (рис. 2).

В конечном итоге главная задача прикладного аналитика — это создание новой или правильное применение известной методики анализа.

Требования к содержанию аналитической методики формализованные и очень высокие, так как предполагается, что выполнение методики в полном объеме обеспечивает получение результата с требуемой

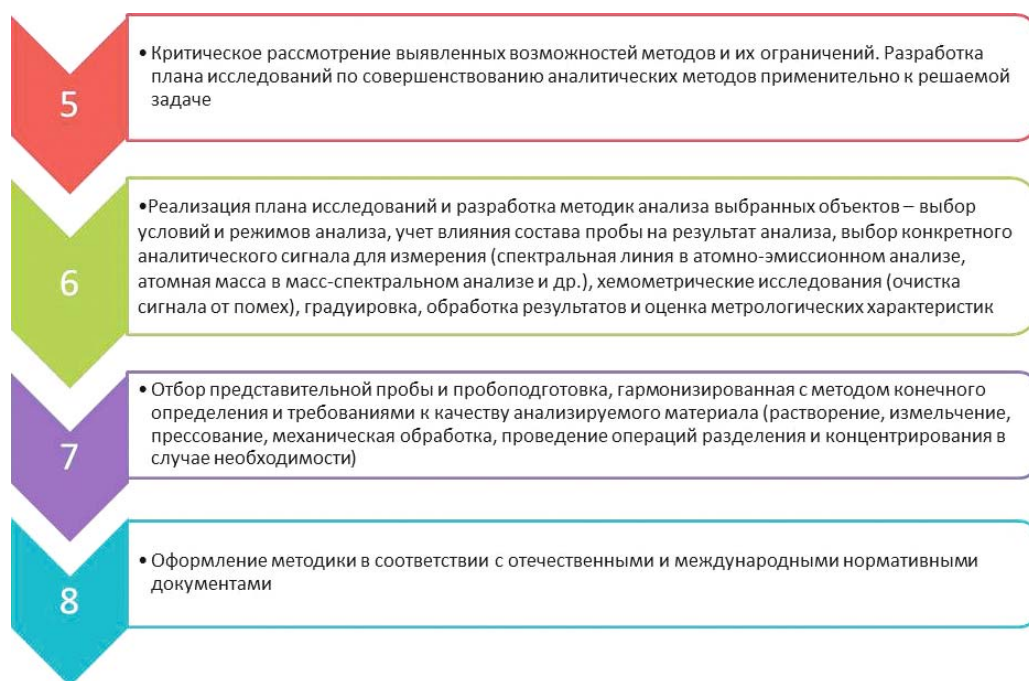


Рис. 2. Схема жизненного цикла исследований и разработок процесса АК

-описание объекта анализа
-показатели качества, подлежащие определению
-информация о пробпоотборе
-принцип метода анализа
-оборудование и приборы
-материалы и реактивы
-стандартные образцы
-требования к персоналу
-детальное описание процедуры анализа, включая пробпоподготовку, разделение и концентрирование
-метрологические характеристики — точность (правильность и прецизионность), пределы определения
-обработка результатов анализа
-форма представления результатов (протокол и сертификат химического состава)
-критерии для принятия или непринятия результата

Рис. 3. Минимальная информация, которую должна содержать методика

точностью (рис. 3). Существуют отечественные и международные стандарты, регламентирующие минимальную информацию, которую должна содержать методика.

Наиболее важной и сложной в этом перечне является оценка метрологических характеристик методики анализа, требующая специальных экспериментальных исследований и учета индивидуальных особенностей объекта анализа. Существует два основных подхода к метрологической оценке методик анализа: с исполь-

зованием понятия погрешности (традиционный подход) и понятия неопределенности (современный подход). Математический аппарат, применяемый в обоих подходах, по-существу, одинаков — различие носит, скорее, методологический, понятийный характер. Рассмотрим сначала традиционный подход, базирующийся на понятии «погрешности», а потом — особенности метрологических оценок, связанных с понятием «неопределенности». Любая экспериментально полученная величина не может быть абсолютно точ-

ной. Поскольку измерение (а химический анализ есть вид измерений) — это всегда эксперимент, то результат анализа не может быть абсолютно точным, он огромен погрешностью. Погрешности принято делить на случайные и систематические. Оценку случайных погрешностей проводят с помощью методов математической статистики, которые применительно к аналитической химии впервые были изложены во всемирно известной монографии В. В. Налимова «Применение математической статистики при анализе вещества» [4].

В соответствии с современной метрологической терминологией случайные погрешности описываются следующими понятиями.

Прецизионность — общее понятие, отражающее близость результатов измерения друг к другу.

Повторяемость отражает изменчивость результатов в условиях, когда измерения проводит один аналитик с использованием одного и того же оборудования через короткие промежутки времени и является составной частью понятия прецизионности.

Воспроизводимость — максимальная вариация результатов при проведении экспериментов в разных лабораториях, разными аналитиками и с применением разных приборов. Воспроизводимость также является составной частью понятия «прецизионность».

Промежуточная прецизионность — вариация результатов, когда измерения проводят в одной лаборатории, но в условиях более изменчивых, чем условия повторяемости.

Математический формализм при оценке прецизионности достаточно традиционен — чаще всего используют модель нормального распределения и его параметр — среднее квадратическое отклонение, умноженное на различные коэффициенты в зависимости от требуемой доверительной вероятности. По данной проблеме есть монографии и учебники. Одной из последних является монография В. И. Дворкина «Метрология и обеспечение качества химического анализа» [5].

Другим, более сложным для оценки параметром погрешности является правильность анализа (смещение) — степень близости полученного результата измерения к принятому опорному значению.

Основные способы оценки правильности:

сравнение со стандартным образцом;

сравнение с результатами других методов и лабораторий (межметодный и межлабораторный эксперимент);

метод «введено – найдено».

Обобщенная характеристика измерения, включающая совместную оценку прецизионности и правильности, называется *точностью*.

Следует отметить, что в отличие от оценки прецизионности процедура подтверждения правильности специфична для каждого вида анализа и каждого объекта исследований, т.е. не является строго

формализованной и требует индивидуального и творческого подхода.

Это положение относится к выбору и изготовлению образцов сравнения, оценке их адекватности исследуемому веществу, выбору методов, лабораторий и процедур для межлабораторных сравнительных испытаний, обработке полученных результатов. Подтверждение правильности анализа является одним из важных направлений прикладной аналитической химии.

В минимальный набор требуемых метрологических характеристик входят также предел обнаружения и предел определения, метрологическая прослеживаемость и неопределенность.

Предел обнаружения — это минимальное содержание искомого компонента, которое можно обнаружить исследуемым методом, т.е. отличить полезный сигнал от фона:

$$C_{об} = kS_{x,0}, \quad (1)$$

где $S_{x,0}$ — стандартное отклонение поправки холостого опыта; k — константа, отражающая заданную доверительную вероятность.

Оценка предела обнаружения по 3S-критерию означает, что в 99 случаях из 100 измеренный аналитический сигнал действительно соответствует искомому компоненту, а не является ложным, источник которого — фон.

В количественном анализе вместо предела обнаружения часто используют понятие предела определения $C_{оп}$, который соответствует минимальному содержанию искомого компонента (примеси), определяемого с относительным стандартным отклонением, не превышающим 33 % отн. Предел определения находят по той же формуле, что и $C_{об}$, но вместо холостого опыта проводят многократный анализ высокочистого, но не содержащего аналит образца, и полученное стандартное отклонение $S_{вчв}$ используют вместо $S_{x,0}$ в формуле (1).

Следует отметить, что оценку пределов обнаружения и определения не следует проводить автоматически, так как в этом случае необходимы дополнительные исследования в первую очередь для корректного проведения холостого опыта (например, учета поверхностных загрязнений образца и содержания внесенных извне загрязнений), а также выбора опорного высокочистого вещества, которое должно содержать минимальное количество искомого компонента.

Следующая характеристика, которая должна быть отражена в методике, — это метрологическая прослеживаемость.

Метрологическая прослеживаемость — свойство результата измерения, соотносящее этот результат с принятым метрологическим репером через неразрывную цепь калибровок или сличений, каждое из которых вносит вклад в установленную неопределенность измерения (рис. 4).

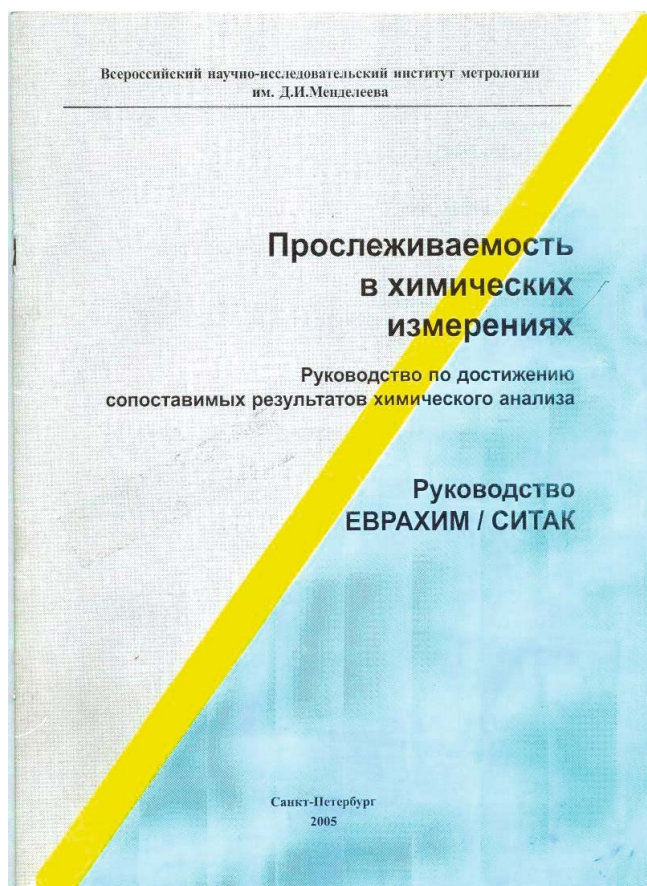


Рис. 4. Руководство по обеспечению прослеживаемости результатов химического анализа Еврахим/СИТАК

В международной системе СИ принято семь основных физических величин — длина (метр), масса (килограмм), время (секунда), сила тока (ампер), температура (кельвин), сила света (кандела) и количество вещества (моль). Все единицы измерения этих величин имеют свои реальные эталоны, за исключением моля, который является базовой единицей для химического анализа. Поэтому аналитикам приходится для обеспечения прослеживаемости использовать компромиссные подходы — другие единицы (чаще всего, массу), высокочистые вещества в качестве индивидуальных молей, высокоточные абсолютные методы анализа, межлабораторные сравнительные испытания. Обеспечение прослеживаемости требует проведения специальных исследовательских работ, без которых методика анализа является незавершенной.

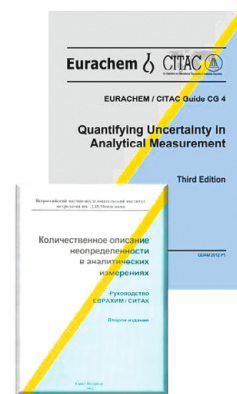
Есть еще ряд метрологических характеристик методик анализа — селективность, робастность и др., которые необходимо принимать во внимание, однако в этой работе мы остановимся только на понятии неопределенности.

Неопределенность — это параметр, связанный с результатом измерения и характеризующий рассеяние значений, которые могут быть приписаны измеряемой величине. Как уже было сказано, понятие неопределенности появилось как альтернатива понятию по-

Неопределенность

Неопределенность измерения определяют как *«неотрицательный параметр, характеризующий рассеяние значений величины, приписываемых измеряемой величине на основании используемой информации» (VIM 2.26).*

ГОСТ Р 54500.1-2011/Руководство ИСО/МЭК 98-1:2009 Неопределенность измерения.
Часть 1. Введение в руководство по неопределенности измерения



“S. L. R. Ellison and A. Williams (Eds.), Eurachem/CITAC guide: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, Third edition, (2012) ISBN 978 0 948926-30-3. Available from www.eurachem.org”

Рис. 5. Понятие «неопределенность измерения» и Руководство Еврахим/СИТАК по количественному описанию неопределенности в аналитических измерениях

грешности. Обоснование появления нового понятия носило, скорее, философский, может быть, даже схоластический характер, нежели научно-технический, поскольку математический аппарат остался прежним. Сторонники нового подхода аргументировали его появление тем, что в нем нет понятия истинного содержания, которого никто не знает, а есть доверительный интервал содержания и опорное значение. В новом подходе основное внимание уделяется источникам неопределенности, которые объединяют под названием «бюджет неопределенности». По всем этим вопросам можно дискутировать, но ясно одно — новый подход принят научным сообществом и его нужно использовать, поэтому в настоящее время применяют одновременно оба понятия — погрешности и неопределенности (рис. 5).

Когда в наших руках находится методика анализа, в которой изложена вся требуемая информация, для практического применения методика еще должна пройти процедуру аттестации [6] или валидации [7] (рис. 6).

Валидация — это подтверждение путем исследования и предоставления объективных доказательств того, что конкретные требования к целевому использованию методики выполняются. Валидацию (аттестацию) методики осуществляют на основе результатов метрологической экспертизы отчета о разработке методики, включающего материалы теоретического и экспериментального исследования методики.

Актуальная информация по валидации и неопределенности аналитических измерений приведена в недавно вышедшем сборнике издательства «Профессия» [8].

Подводя итог обсуждению метрологического аспекта при разработке и применении методики анализа, отметим, что наряду с выполнением формализованных процедур по оценке метрологических характеристик необходимо обеспечить индивидуальный

подход к их определению, учитывающий специфику объекта исследования и предъявляемые к нему требования. В первую очередь это касается корректного выбора стандартных образцов, процедуры проведения холостого опыта, пробоподготовки, учета мешающих факторов.

С учетом перечисленных требований к методике анализа при ее оформлении необходимо соблюдать общепринятые правила, которые изложены в отечественных и международных стандартах. В России таким основополагающим стандартом является ГОСТ Р 8.563 «Методики измерений» [6].

В случае применения методики для контроля качества конкретных видов продукции ее обычно оформляют в виде стандарта. Общий подход к стандартизации при производстве веществ и материалов состоит в том, что стандарты делятся на два класса — стандарты технических условий или требований и стандарты на методы испытаний (в нашем случае — анализа). Стандарты могут быть разного уровня — международные, международно-корпоративные, межгосударственные, национальные, стандарты организаций, технические условия. Стандарты на методы анализа — один из самых многочисленных видов стандартов: только российские фонды содержат более 50 тысяч таких документов.

Работы в области прикладной аналитической химии выполняют обычно в специализированных аналитических лабораториях, которых в нашей стране насчитывается более 25 тысяч. Важнейшим видом отечественной продукции являются вещества и материалы. Это энергетические ресурсы — нефть, нефтепродукты, газ, уголь. Это металлы (черные, цветные, редкие, драгоценные), их соединения и сплавы, полупроводники и другие функциональные материалы, это минеральное и возвратное сырье и многое другое. Реальное использование всех веществ и материалов возможно только при достижении определенного уровня их качества и экономичности. Качество такого необъятного разнообразия объектов оценивается в первую очередь по таким параметрам, как состав, строение и свойства, причем химический состав (элементный, вещественный, молекулярный, изотопный) является первичным — от него зависят строение и свойства.

Определяющая химический состав аналитическая лаборатория — это сложная, многообразная структура, включающая специализированные рабочие помещения, измерительное, испытательное и вспомогательное оборудование, научно-технический и вспомогательный персонал, реактивы и стандартные образцы, необходимую инфраструктуру. Использование высоких и дорогостоящих технологий в аналитической лаборатории обусловлено современными требованиями к составу веществ и материалов, содержание отдельных компонентов в которых может изменяться от 100 до 10^{-10} %.

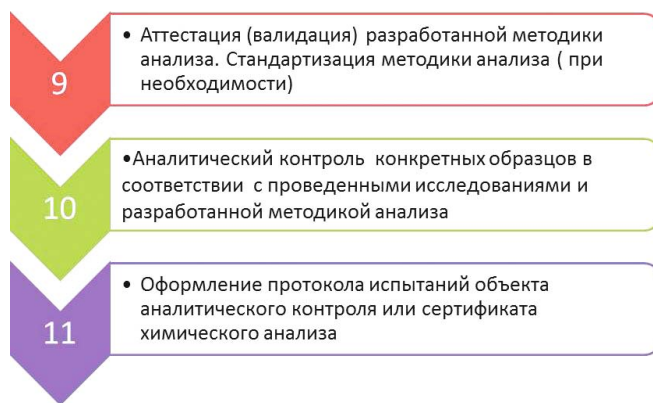


Рис. 6. Схема жизненного цикла исследований и разработок процесса АК

С учетом сложности процедуры анализа и зависимости стоимости веществ и материалов от их химического состава можно себе представить величину экономического ущерба от ошибки аналитика и получения недостоверного результата анализа. А, например, только в Российской Федерации ежегодное количество анализов превышает один миллиард.

Поэтому международное сообщество пришло к выводу, что в целях сведения аналитических ошибок к минимуму необходимо оценивать компетентность испытательных лабораторий, для чего в большинстве стран мира в конце прошлого века была разработана и введена в действие процедура аккредитации лабораторий.

Оставляя в стороне историю развития аккредитации, охарактеризуем ее современное состояние в России. В настоящее время в стране действуют две системы аккредитации — национальная и международная.

Национальная система аккредитации базируется на сравнительно недавно принятом Федеральном законе «Об аккредитации в национальной системе аккредитации» от 28 декабря 2013 г. № 412-ФЗ и подзаконных актах к этому закону. Национальным органом по аккредитации определена Федеральная служба по аккредитации «Росаккредитация», которая стала правопреемником предыдущего национального органа по аккредитации — Росстандарта.

Наиболее авторитетной и общепризнанной международной организацией в области аккредитации является ИЛАК — International Laboratory Accreditation Cooperation (ILAC). Вхождение в ИЛАК подтверждается подписанием фундаментального документа «Многостороннее соглашение о признании эквивалентности аккредитации в различных странах». Целью ИЛАК провозглашена «гармонизация в международном масштабе критериев и практики аккредитации». В настоящее время Соглашением охвачено более 90 органов по аккредитации из 80 стран, включая практически все развитые страны мира (США, страны Европейского союза, Китай, Японию, Индию, Россию, Бразилию, Канаду, Австралию и др.).



Рис. 7. Многостороннее соглашение о признании эквивалентности аккредитации (MRA)

Россия в соглашении представлена Ассоциацией аналитических центров «Аналитика», входящей в систему лабораторий, объединяемых Научным советом по аналитической химии РАН (рис. 7).

В настоящее время в России функционирует всего более 6 тысяч аккредитованных аналитических лабораторий.

На основании изложенного можно констатировать следующее. Прикладной сегмент аналитической химии — аналитический контроль — объединяет огромное количество аналитических лабораторий, деятельность которых опирается на достижения фундаментальной аналитической химии, объединяет прикладные научные исследования по созданию методик анализа широкого круга веществ и материалов с улучшенными метрологическими характеристиками, обеспечивает достоверность аналитической информации и рациональную организацию аналитических ра-

бот, стимулирует стандартизацию и валидацию методик, создание и развитие их метрологического обеспечения, национальную и международную аккредитацию аналитических лабораторий.

Однако решение всех перечисленных задач все же не дает однозначной гарантии успеха, так как по справедливому мнению Норберта Винера «В любой самой совершенной системе есть одно слабое звено — человек».

Так что основная задача остается постоянной на все времена — это подбор, обучение и постоянное совершенствование кадров аналитиков — главного звена любого сегмента аналитической химии.

ЛИТЕРАТУРА

1. Карпов Ю. А., Савостин А. П. Методы пробоотбора и пробоподготовки. — М.: Бином. Лаборатория знаний, 2003. — 243 с.
2. Ramsey M. H., Thompson M. Uncertainty from sampling, in the context of fitness for purpose / Accreditation and Quality Assurance. 2007. Vol. 12. P. 503 – 513.
3. Каплан Б. Я., Филимонов Л. Н., Майоров И. А. Метрология аналитического контроля производства в цветной металлургии. — М.: Металлургия, 1989. — 200 с.
4. Налимов В. В. Применение математической статистики при анализе вещества. — М.: Физматгиз, 1960. — 430 с.
5. Дворкин В. И. Метрология и обеспечение качества химического анализа. — М.: Издательство МИТХТ, 2014. — 424 с.
6. ГОСТ Р 8.563–2009 ГСИ. Методики (методы) измерений. — М.: Стандартинформ, 2010.
7. Magnusson B. and Örnemark U. (Eds.). Eurachem Guide: The Fitness for Purpose of Analytical Methods — A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. 2nd Edition, 2014.
8. Валидация аналитических методик. Неопределенность в аналитических измерениях: руководства для лабораторий / Под ред. Г. Р. Нежиховского, Р. Л. Кадиса / Пер. с англ. — СПб.: ЦОП «Профессия», 2016. — 320 с.

REFERENCES

1. Karpov Yu. A., Savostin A. P. Metody probootbora i probopodgotovki. — Moscow: Binom. Laboratoriya znaniy, 2003. — 243 p. [in Russian].
2. Ramsey M. H., Thompson M. Uncertainty from sampling, in the context of fitness for purpose / Accreditation and Quality Assurance. 2007. Vol. 12. P. 503 – 513.
3. Kaplan B. Ya., Filimonov L. N., Mayorov I. A. Metrologiya analiticheskogo kontrolya proizvodstva v tsvetnoi metallurgii. — Moscow: Metallurgiya, 1989. — 200 p. [in Russian].
4. Nalimov V. V. Primenenie matematicheskoi statistiki pri analize veshchestva. — Moscow: Fizmatgiz, 1960. — 430 p. [in Russian].
5. Dvorkin V. I. Metrologiya i obespechenie kachestva khimicheskogo analiza. — Moscow: Izd. MITKhT, 2014. — 424 p. [in Russian].
6. RF State Standard GOST R 8.563–2009 GSI. Metodiki (metody) izmerenii. — Moscow: Standartinform, 2010 [in Russian].
7. Magnusson B. and Örnemark U. (Eds.). Eurachem Guide: The Fitness for Purpose of Analytical Methods — A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. 2nd Edition, 2014.
8. Ellison S. L. R. and Williams A. (eds.). Eurachem/CITAC Guide: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. 3rd Edition, 2012.