

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ ДО ПРАКТИЧНИХ ЗАНЯТЬ З ДИСЦИПЛІНИ

«Контроль якості вимірювань в аналітичній хімії»

для аспірантів денної та заочної форм навчання
спеціальності 102 – Хімія

ВСТУП

Метою навчальної дисципліни «Контроль якості вимірювань в аналітичній хімії» є вдосконалення теоретичних і практичних знань аспірантів спеціальності «102 Хімія» з аналітичного контролю у хімічному виробництві, а саме знань про загальні принципи забезпечення і контролю якості хімічного аналізу, етапи проведення аналітичного контролю та основи його метрологічного забезпечення.

Для досягнення поставленої мети аспіранту необхідно ознайомитись з загальними вимогами до аналітичної служби підприємств, розуміти методології пробопідготовки, як першого етапу аналітичного контролю, та раціонального вибору методу аналізу, опанувати методи метрологічного забезпечення аналітичного контролю, ознайомитись з процедурою бенчмаркінгу аналітичної лабораторії, документообороту і управління документами з питань аналітичного контролю, опанувати методологію менеджменту якості аналітичних лабораторій.

Програма навчальної дисципліни

Модуль 1 – Контроль якості вимірювань в аналітичній хімії (240 год.).

Змістовий модуль 1 – Аналітична служба і методи аналізу речовини (120 год.).

Тема 1.1 – Аналітична служба із забезпечення якості і контролю якості. (Загальна схема аналітичного контролю виробництва. Поняття про сертифіковані методики виконання вимірювань. Загальні принципи забезпечення якості і контролю якості хімічної продукції. Міжнародні стандарти та їх основні положення).

Тема 1.2 – Пробопідготовка, вибір методу аналізу та проведення вимірювань. (Види проб та плани відбору проб. Кількість проб та їх розмір. Невизначеність відбору проби. Відбір субпроби (частини проби). Транспортування та термін зберігання проб).

Тема 1.3 – Методологія раціонального вибору методу аналізу. (Фактори, які визначають вибір методу аналізу: межа визначення, прецизійність, ступінь вилучення аналіту, точність, час аналізу, розмір проби, необхідне обладнання, вартість аналізу, безпека аналізу, вибірковість. Валідація методик виконання вимірювань. Статистичні критерії валідації).

Тема 1.4 – Проведення вимірювань у аналітичному контролі виробництва. (Належна лабораторна практика. Забезпечення метрологічної простежуваності: зразки порівняння, хімічні стандарти. Вимоги до контролю

якості вимірювань, до лабораторного середовища, до обладнання та хімічного посуду тощо).

Змістовий модуль 2 – Метрологічне забезпечення та менеджмент якості аналітичного контролю (120 год.).

Тема 2.1 – Метрологічне забезпечення аналітичного контролю. (Поняття сукупностей і вибірок даних, розподілення даних, основні розрахунки метрологічних показників. Похибки і невизначеності вимірювань. Випадкова похибка: чисельні характеристики відтворюваності. Систематична похибка: загальні підходи до оцінки).

Тема 2.2 – Порівняння результатів аналізів. Спеціальні прийоми перевірки і підвищення правильності. (Порівняння середнього і константи: простий тест Стьюдента. Порівняння двох середніх. Модифікований і наближений простий тест Стьюдента. Порівняння відтворюваних двох серій даних. Тест Фішера. Виявлення промахів. Q-тест. Закон поширення невизначеностей. Поняття контрольних карт: карти Шухарта, змінного середнього, кумулятивних сум та розмаху).

Тема 2.3 – Бенчмаркінг аналітичної лабораторії. (Програми перевірки кваліфікації персоналу. Використання статистичних методів у програмах перевірки кваліфікації. Опорні значення, цільовий діапазон, оцінки та їх інтерпретація).

Тема 2.4 – Менеджмент якості для аналітичних лабораторій. (Документація аналітичного контролю. Основні і допоміжні документи. Управління, ідентифікація і контроль документами та записами. Стандарти якості, що доступні для лабораторій. Внутрішній аудит якості).

Теми практичних (семінарських) занять та питання до них

№ з/п	Назва теми	Кількість годин
1	Аналітична служба із забезпечення якості і контролю якості.	6
2	Пробопідготовка, вибір методу аналізу та проведення вимірювань.	6
3	Методологія раціонального вибору методу аналізу.	6
4	Проведення вимірювань у аналітичному контролі виробництва.	6
5	Метрологічне забезпечення аналітичного контролю.	6
6	Порівняння результатів аналізів. Спеціальні прийоми перевірки і підвищення правильності.	6
7	Бенчмаркінг аналітичної лабораторії.	6
8	Менеджмент якості для аналітичних лабораторій.	6

Тема 1.1. Аналітична служба із забезпечення якості і контролю якості. Загальна схема аналітичного контролю виробництва

1. Аналітична служба і методи аналізу речовини.

2. Поняття про сертифіковані методики виконання вимірювань.
3. Загальна схема аналітичного контролю виробництва.
4. Принципи забезпечення якості і контролю якості хімічної продукції.

Проблемно-пошукові питання:

1. Хімічні величини, способи їх вираження і вимірювання.
2. Аналітичний сигнал. Градувальна функція.
3. Абсолютні і відносні методи аналізу.
4. Градування.
5. Зразки порівняння і стандартні зразки.
6. Спосіб зовнішніх стандартів.
7. Поняття про сертифіковані методики виконання вимірювань.
8. Загальна схема аналітичного контролю виробництва.
9. Завдання і планування аналізу.
10. Загальні принципи забезпечення якості і контролю якості хімічної продукції.
11. Поняття процедури забезпечення якості.
12. Хімічні реактиви та витратні матеріали.
13. Клас чистоти реактивів, маркіровка, приготування, маніпуляції, зберігання реактивів та утилізація відходів.

Тема 1.2. Пробопідготовка, як перший етап аналітичного контролю.

1. Пробопідготовка як перший етап аналітичного контролю.
2. Нормативні та юридичні вимоги до пробопідготовки.

Проблемно-пошукові питання:

1. Види проб для аналізу.
2. Плани відбору проб.
3. Нормативні та юридичні вимоги до пробопідготовки.
4. Кількість проб та їх розмір.
5. Невизначеність відбору проби. Відбір субпроби (частини проби).
6. Транспортування та термін зберігання проб.
7. Операції подрібнення аналізованих матеріалів та переведення їх в розчин.

Тема 1.3. Методологія раціонального вибору методу аналізу. Система менеджменту якості, забезпечення якості та контролю якості.

1. Методологія раціонального вибору методу аналізу.
2. Фактори, які визначають вибір методу аналізу.
3. Система менеджменту якості, забезпечення якості та контролю якості.
4. Міжнародні стандарти та їх основні положення.

Проблемно-пошукові питання:

1. Методологія раціонального вибору методу аналізу.
2. Фактори, які визначають вибір методу аналізу.
3. Межа визначення.
4. Прецизійність аналізу.
5. Ступінь вилучення аноліту.
6. Точність аналізу.
7. Час аналізу.
8. Розмір проби.
9. Необхідне обладнання.
10. Вартість аналізу.
11. Безпека аналізу.
12. Вибірковість аналізу.
13. Система менеджменту якості, забезпечення якості та контролю якості.
14. Міжнародні стандарти та їх основні положення.
15. Забезпечення метрологічної простежуваності: зразки порівняння, хімічні стандарти.
16. Валідація методик вимірювань.
17. Статистичні критерії валідації.
18. Критерії проведення процедури валідації.

Тема 1.4. Проведення вимірювань у аналітичному контролі виробництва. Належна лабораторна практика.

1. Причини неправильності аналітичних вимірювань.
2. Модернізація і розробка нової методики виконання вимірювань.

Проблемно-пошукові питання:

1. Причини неправильності аналітичних вимірювань.
2. Модернізація і розробка нової методики виконання вимірювань.
3. Принципи належної лабораторної практики.
4. Вимоги до контролю якості вимірювань.
5. Вимоги до лабораторного середовища.
6. Вимоги до обладнання та хімічного посуду.

Тема 2.1. Метрологічне забезпечення аналітичного контролю.

1. Основи статистики. Випадкова похибка: чисельні характеристики відтворюваності.
2. Систематична похибка: загальні підходи до оцінки.

Проблемно-пошукові питання:

1. Поняття сукупностей і вибірок даних, розподілення даних, основні розрахунки метрологічних показників.
2. Похибки і невизначеності вимірювань.
3. Випадкова похибка: чисельні характеристики відтворюваності.
4. Умови аналізу і відтворюваність результатів.

5. Випадкова похибка: інтервальна оцінка.
6. Систематична похибка: загальні підходи до оцінки.

Тема 2.2. Порівняння результатів аналізів. Значуще і незначне розходження випадкових величин.

1. Порівняння середнього і константи. Порівняння двох середніх.
2. Порівняння відтворюваних двох серій даних.

Проблемно-пошукові питання:

1. Правила округлення чисел.
2. Значуще і незначне розходження випадкових величин.
3. Порівняння середнього і константи: простий тест Стьюдента.
4. Порівняння двох середніх. Модифікований і наближений простий тест Стьюдента.
5. Порівняння відтворюваних двох серій даних. Тест Фішера.
6. Виявлення промахів. Q-тест.
7. Спеціальні прийоми перевірки і підвищення правильності.

Тема 2.3. Оцінка невизначеності результатів вимірювань. Закон поширення невизначеностей.

1. Оцінка невизначеності результатів непрямих вимірювань.
2. Закон поширення невизначеностей та його застосування.

Проблемно-пошукові питання:

1. Чутливість, селективність і їх характеристики.
2. Закон поширення невизначеностей.
3. Поняття контрольних карт.
4. Карті Шухарта.
5. Карті змінного середнього.
6. Карті кумулятивних сум.
7. Карті розмаху.

Тема 2.4. Менеджмент якості для аналітичних лабораторій.

Система менеджменту.

1. Бенчмаркінг аналітичної лабораторії.
2. Документація аналітичного контролю. Управління документами.
3. Менеджмент якості для аналітичних лабораторій.

Проблемно-пошукові питання:

1. Програми перевірки кваліфікації персоналу.
2. Використання статистичних методів у програмах перевірки кваліфікації.
3. Опорні значення, цільовий діапазон, оцінки та їх інтерпретація.
4. Документація аналітичного контролю. Управління документами. Основні і допоміжні документи. Управління, ідентифікація і контроль

документами та записами. Звіти про результати, їх зберігання та архівування.

5. Поняття компетентності і повноваження персоналу висловлювати думки і тлумачити результати аналізу.
6. Менеджмент якості для аналітичних лабораторій. Система менеджменту.
7. Стандарти якості, що доступні для лабораторій. Вимоги належної лабораторної практики.
8. Внутрішній аудит якості. Організація менеджменту.

РЕКОМЕНДОВАНІ ДЖЕРЕЛА ІНФОРМАЦІЇ

Основна література:

1. Основы аналитической химии. В 2 кн. / Под ред. Ю.А.Золотова. 3-е изд. М.: Высшая школа, 2004. Кн. 1. 359 с. Кн. 2. 503 с.
2. Основы аналитической химии. Задачи и вопросы / Под ред. акад. Ю.А. Золотова. – М.: Высш. шк., 2002. – 412 с.
3. Васильев В.П. Аналитическая химия. – М.: Высш. шк., 1989. – Кн.1. – 320 с. – Кн.2. – 384 с.
4. Тулюпа Ф.М., Панченко І.С. Аналітична хімія. – Дніпропетровськ: ВПК УДХТУ, 2002. – 657 с.
5. Чарыков А.К. Математическая обработка результатов химического анализа. Методы обнаружения и оценки ошибок. Л.: Химия, 1984. 168 с.
6. Дворкин В.И. Метрология и обеспечение качества количественного химического анализа. М.: Химия, 2001. 261 с.
7. Настанова Eurachem/EUROLAB/CITAC/Nordtest/AMC "Непевність виміру, пов'язана з відбиранням проби. Настанова з методів та підходів": за ред. М. Ремзі та С. Еллісона: переклад першого видання 2007 р. – К.: ТОВ "Юрка Любченка", 2015. – 156 с.
8. Физико-химические методы анализа. Практическое руководство / Под ред. В.Б. Алесковского. – Л.: Химия, 1988. – 375 с.
9. Практикум по физико-химическим методам анализа / Под ред. О.М. Петрухина. – М.: Химия, 1987. – 248 с.
10. ГОСТ 8.010-99 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения (Державна система забезпечення єдності вимірювань. Методики виконання вимірювань. Основні положення) [Електронний ресурс] // ГП «Укрметртестстандарт». – Режим доступу URL: <http://www.ukrcsm.kiev.ua>.

Додаткова література:

1. Дерффель К. Статистика в аналитической химии. М.: Мир, 1994. 267 с.
2. Налимов В.В.. Применение математической статистики при анализе вещества. М.: Физматгиз, 1960. 431 с.
3. Румшинский Л.З. Математическая обработка результатов эксперимента. Справочное руководство. М.: Наука, 1971. 192 с.
4. Спиридонов В.П., Лопаткин А.А. Математическая обработка физико-химических данных. М.: МГУ, 1970. 220 с.
5. Рекомендации и номенклатурные правила ИЮПАК по аналитической химии / Под ред. В.М.Иванова. М.: Бинوم, 2004. 160 с.
6. Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях. Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК. 2-е изд. / Под ред. Л.А.Конопелько. СПб.: ВНИИМ им. Д.И.Менделеева, 2003. 142 с.

7. Валидация аналитических методик. Руководство для лабораторий по валидации методик и сопутствующим вопросам. Неопределенность в аналитических измерениях. Руководство по количественному описанию неопределенности в аналитических измерениях. / пер с англ. под ред. Г.Р. Нежиховского, Р.Л. Кадиса – 2016. – с.320.
8. ИСО/МЭК 17025:2005 – Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий, Женева: Международная Организация по Стандартизации; 2005 г.
9. ИСО 8258. Контрольный карты Шухарта. Женева: Международная Организация по Стандартизации; 1991 г..
10. ИСО 7870-1. Контрольные карты – Часть 1: Общее руководство. Женева: Международная Организация по Стандартизации; 2007г.
11. ИСО 7873. Контрольные карты для среднего арифметического значений с предупредительными линиями. Женева: Международная Организация по Стандартизации; 1993 г.
12. Миллер Я.Н., Миллер Я.К. Статистика и хемометрика для аналитической химии. 6-ое издание. Харлоу: Prentice Hall, 2010 г.