

## **ПРИЛОЖЕНИЕ Б (справочное). Алгоритмы проведения внутреннего оперативного контроля качества результатов определений в соответствии с [48]**

### **ПРИЛОЖЕНИЕ Б (справочное)**

Б.1 Оперативный контроль качества результатов определений проводят один раз в течение периода времени, в котором условия проведения определений принимают стабильными. Объем проб для проведения ВОК качества результатов определений - средств контроля также зависит от установленных планов статистического контроля (см., например, в [48]).

Б.2 Алгоритм проведения оперативного контроля точности

Б.2.1 При оперативном контроле точности средством контроля является специально выбранная рабочая проба из числа проанализированных ранее с добавкой стандартного образца или аттестованной смеси. Рекомендуется, чтобы интервал содержания компонента в рабочей пробе находился в области наиболее типичных (средних) для рабочих проб значений. Содержание введенной добавки должно быть сравнимо по величине со средним содержанием измеряемого компонента в рабочих пробах и соответствовать диапазону определяемых содержаний по применяемой методике. Добавку в пробу вводят до проведения подготовки пробы к анализу в соответствии с методикой.

В случае, когда в качестве средства контроля технически трудно использовать рабочие пробы с добавками, то в качестве средства контроля используют растворы стандартных образцов или аттестованные смеси.

Б.2.2 Решение об удовлетворительной точности результатов определений и об их продолжении принимают при условии:

$$|Y - X - C| \leq K, \quad (\text{Б.1})$$

где  $Y$  - содержание определяемого компонента в пробе с добавкой;

$X$  - содержание определяемого компонента в пробе без добавки;

$C$  - содержание определяемого компонента в введенной добавке, рассчитанное исходя из аттестованного значения его содержания в стандартном образце или аттестованной смеси;

$K$  - норматив оперативного контроля точности.

$$K = 0,84 \sqrt{(\Delta_k)^2 + (\Delta_p)^2}, \quad (\text{Б.2})$$

где  $\Delta_k$  - характеристика погрешности, соответствующая содержанию компонента в пробе с добавкой;

$\Delta_p$  - характеристика погрешности, соответствующая содержанию компонента в пробе без добавки.

Б.2.3 Если в лаборатории определяют состав чистых природных и питьевых вод и при этом известно, что в рабочей пробе содержание контролируемого компонента пренебрежимо мало, тогда решение об удовлетворительной точности результатов определений принимают при условии

$$|X - C| \leq K, \text{ при этом } K = 0,84\Delta, \quad (\text{Б.3})$$

где  $\Delta$  - характеристика погрешности, соответствующая содержанию компонента в стандартном образце или в аттестованной смеси.

Такое же условие применяют при использовании в качестве средства контроля растворов стандартных образцов или аттестованных смесей.

Б.2.4 При превышении норматива ВОК точности определение повторяют. При повторном превышении указанного норматива определение приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

### Б.3 Алгоритм проведения внутреннего оперативного контроля сходимости

Б.3.1 Оперативный контроль сходимости проводят, если методика предусматривает проведение параллельных определений.

Б.3.2 ВОК сходимости результатов анализа проводят при получении каждого результата, предусматривающего проведение параллельных определений.

Б.3.3 ВОК сходимости проводят путем сравнения расхождения результатов параллельных определений, полученных при анализе пробы с нормативом ВОК сходимости, приведенным в аттестованной методике.

Сходимость результатов параллельных определений признают удовлетворительной, если

$$d_k = X_{\max, n} - X_{\min, n} \leq d, \quad (\text{Б.4})$$

где  $X_{\max, n}$  - максимальный результат из  $n$  параллельных определений;

$X_{\min, n}$  - минимальный результат из  $n$  параллельных определений;

$d$  - норматив ВОК сходимости, приведенный в методике анализа.

Если норматив ВОК сходимости в методике отсутствует, то его рассчитывают по формуле

$$d = Q(P, n) \sigma_{cx}(\Delta), \quad (\text{Б.5})$$

где  $Q(P, n) = 2,77$  при  $n = 2$ ,  $P = 0,95$ ;

$Q(P, n) = 3,31$  при  $n = 3$ ,  $P = 0,95$ ;

$Q(P, n) = 3,63$  при  $n = 4$ ,  $P = 0,95$ ;

$Q(P, n) = 3,86$  при  $n = 5$ ,  $P = 0,95$ ;

$\sigma_{сх}(\overset{\circ}{\Delta})$  - показатель сходимости (характеристика составляющей случайной составляющей погрешности, соответствующая содержанию показателя в пробе).

Б.3.4 Если  $d_x \leq d$ , то сходимость результатов параллельных определений признают удовлетворительной, и по ним может быть вычислен результат определения содержания компонента в рабочей пробе или при контрольном определении.

Б.3.5 При превышении норматива ВОК сходимости определение повторяют. При повторном превышении указанного норматива определение приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Б.4 Алгоритм проведения внутреннего оперативного контроля воспроизводимости

Б.4.1 Оперативный контроль воспроизводимости проводят с использованием рабочей пробы, которую делят на две части и выдают двум аналитикам или одному и тому же аналитику, но через определенный промежуток времени, в течение которого условия проведения определения остаются стабильными и соответствующими условиям проведения первого контрольного определения.

При проведении определения одним и тем же аналитиком должны оставаться неизменными условия проведения анализа и состав контролируемой пробы, которая выдается обязательно "шифрованной".

Результаты признают удовлетворительными, если выполняется условие

$$D_x = |X_1 - X_2| \leq D, \quad (\text{Б.6})$$

где  $D$  - норматив внутреннего оперативного контроля воспроизводимости;

$X_1$  - результат первого количественного определения показателя;

$X_2$  - результат повторного количественного определения показателя;

$D_x$  - результат, полученный при контрольном определении.

Б.4.2 Если норматив внутреннего оперативного контроля воспроизводимости в методике отсутствует, то его рассчитывают по формуле

$$D = Q(P, m)\sigma(\overset{\circ}{\Delta}) \text{ или } D = Q'(P, m)\sigma(\overset{\circ}{\Delta}), \quad (\text{Б.7})$$

где  $\sigma(\overset{\circ}{\Delta})$  - показатель воспроизводимости (характеристика случайной составляющей погрешности, соответствующая содержанию компонента  $\bar{X}_{cp}$  в пробе):

$$\bar{X}_{cp} = \frac{\bar{X}_1 + \bar{X}_2}{2}, \quad (\text{Б.8})$$

$$Q(P, m) = 2,77 \text{ при } m = 2, P = 0,95;$$

$$Q'(P, m) = 2,8 \text{ при } m = 2, P = 0,95.$$