



ВАЛИДАЦИЯ
АНАЛИТИЧЕСКИХ МЕТОДИК
НЕОПРЕДЕЛЕННОСТЬ
В АНАЛИТИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЯХ

Руководства для лабораторий

Eurachem 



Валидация аналитических методик

*Перевод с английского языка 2-го издания
под редакцией Г. Р. Нежиховского*

Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях

*Перевод с английского языка 3-го издания
под редакцией Р. Л. Кадиса*

Руководства для лабораторий

издательство
ПРОФЕССИЯ

Санкт-Петербург

2016

 ЦЕНТР
ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫХ
ПРОГРАММ
ПРОФЕССИЯ

УДК 543.6
ББК 24.4

В15 **Валидация аналитических методик** : пер. с англ. яз. 2-го изд. под ред. Г. Р. Нежиховского. **Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях** : пер. с англ. яз. 3-го изд. под ред. Р. Л. Кадиса. **Руководства для лабораторий**. — СПб. : ЦОП «Профессия», 2016. — 312 с., ил.

ISBN 978-5-91884-075-7

Сборник включает руководство ЕВРАХИМ «Валидация аналитических методик» и руководство ЕВРАХИМ/СИТАК «Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях».

Издание предназначено для химиков-аналитиков, сотрудников лабораторий, специалистов в области аккредитации и надзора, осуществляющих свою деятельность в области испытаний и измерений в соответствии со стандартами ИСО 17025 и GLP.

УДК 543.6

ББК 24.4

Руководства издаются с официального разрешения EURACHEM.

Все права защищены. Никакая часть данной книги не может быть воспроизведена в какой бы то ни было форме без письменного разрешения владельцев авторских прав.

Информация, содержащаяся в данной книге, получена из источников, рассматриваемых издательством как надежные. Тем не менее, имея в виду возможные человеческие или технические ошибки, издательство не может гарантировать абсолютную точность и полноту приводимых сведений и не несет ответственности за возможные ошибки, связанные с использованием книги.

ISBN 978-5-91884-075-7

© EURACHEM, 2014

© EURACHEM/СИТАС, 2012

© ЦОП «Профессия», 2016

© Перевод, оформление: ЦОП «Профессия», 2016

Оглавление

Предисловие к книге.....	11
--------------------------	----

ВАЛИДАЦИЯ АНАЛИТИЧЕСКИХ МЕТОДИК

Предисловие к русскому изданию	15
--------------------------------------	----

Предисловие ко второму изданию	17
--------------------------------------	----

Предисловие к первому изданию	19
-------------------------------------	----

Сокращения и обозначения	20
--------------------------------	----

Глава 1. Введение	23
--------------------------------	-----------

1.1. Обоснования и сфера применения данного Руководства	23
---	----

1.2. Указания по применению данного Руководства	24
---	----

Глава 2. Что такое валидация методики?	27
---	-----------

2.1. Определения	27
------------------------	----

2.2. Различие между валидацией и верификацией	27
---	----

Глава 3. Для чего нужна валидация методики?	29
--	-----------

3.1. Важность аналитического измерения	29
--	----

3.2. Профессиональная ответственность химиков-аналитиков	29
--	----

3.3. Разработка методики.....	30
-------------------------------	----

Глава 4. Валидация или верификация методики?	32
---	-----------

4.1. Валидация методики.....	32
------------------------------	----

4.2. Верификация методики.....	32
--------------------------------	----

Глава 5. Как проводится валидация	34
--	-----------

5.1. Кто выполняет валидацию методики?	34
--	----

5.2. Объем валидационного исследования	35
--	----

5.3. План валидации и отчет.....	36
----------------------------------	----

5.4. Инструменты валидации.....	37
---------------------------------	----

5.5. Требования к валидации.....	40
----------------------------------	----

5.6. Процесс валидации методики	40
---------------------------------------	----

Глава 6. Рабочие характеристики методики	44
6.1. Селективность	44
6.2. Предел обнаружения и предел количественного определения	47
6.3. Рабочий диапазон	55
6.4. Аналитическая чувствительность	59
6.5. Правильность	60
6.6. Прецизионность	66
6.7. Неопределенность измерения	70
6.8. Устойчивость	71
Глава 7. Применение валидированных методик	74
Глава 8. Использование валидационных данных при контроле качества	76
8.1. Введение	76
8.2. Внутренний контроль качества	76
8.3. Внешний контроль качества	78
Глава 9. Документирование валидированных методик	80
9.1. От проекта к итоговой версии	80
9.2. Рекомендации	80
Глава 10. Значение валидационных данных, полученных для расчета результатов и отчетности	83
Приложение А. Шаблон документированной методики	85
Приложение В. Статические основы расчета предела обнаружения	92
Приложение С. Дисперсионный анализ (ANOVA)	94
Приложение D. О качественном анализе	98
Библиография	101

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПИСАНИЕ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ В АНАЛИТИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЯХ

Предисловие к русскому изданию	109
Предисловие к третьему изданию	111

Глава 1. Область применения.....	115
Глава 2. Неопределенность.....	117
2.1. Определение	117
2.2. Источники неопределенности	118
2.3. Составляющие неопределенности	118
2.4. Погрешность и неопределенность.....	119
2.5. Определение понятия неопределенности в VIM 3	120
Глава 3. Аналитические измерения и неопределенность	122
3.1. Валидация методик.....	122
3.2. Экспериментальные исследования характеристик эффективности	124
3.3. Прослеживаемость.....	125
Глава 4. Процесс оценивания неопределенности	127
Глава 5. Этап 1. Описание измеряемой величины	129
Глава 6. Этап 2. Выявление источников неопределенности.....	131
Глава 7. Этап 3. Количественное выражение неопределенности	134
7.1. Введение.....	134
7.2. Процедура оценивания неопределенности.....	134
7.3. Применимость предварительных исследований	135
7.4. Оценивание неопределенности по отдельным составляющим	136
7.5. Адекватные аттестованные стандартные образцы.....	136
7.6. Оценивание неопределенности с использованием данных предшествующих межлабораторных исследований по разработке и валидации методики.....	137
7.7. Оценивание неопределенности с использованием данных внутрилабораторных исследований по разработке и валидации методики.....	139
7.8. Использование данных программ проверки квалификации	142
7.9. Оценивание неопределенности для эмпирических методов	144
7.10. Оценивание неопределенности для методик <i>ad hoc</i>	144
7.11. Количественное выражение отдельных составляющих неопределенности.....	145
7.12. Экспериментальное оценивание индивидуальных вкладов в неопределенность...	146
7.13. Оценивание на основе дополнительных результатов или дополнительных данных.....	147
7.14. Моделирование, основанное на теоретических принципах	148
7.15. Оценивание на основе суждений	148
7.16. Значимость смещения	150

Глава 8. Этап 4. Вычисление суммарной неопределенности.....	152
8.1. Стандартные неопределенности.....	153
8.2. Суммарная стандартная неопределенность.....	153
8.3. Расширенная неопределенность.....	156
Глава 9. Представление неопределенности.....	158
9.1. Общие положения.....	158
9.1. Требуемая информация.....	158
9.3. Представление стандартной неопределенности.....	159
9.4. Представление расширенной неопределенности.....	159
9.5. Числовое выражение результатов.....	159
9.6. Несимметричные интервалы.....	160
9.7. Соответствие заданным пределам.....	160
Приложение А. Примеры.....	162
Введение.....	162
Пример А1. Приготовление градуировочного раствора.....	165
Пример А2. Стандартизация раствора гидроксида натрия.....	174
Пример А3. Кислотно-основное титрование.....	188
Пример А4. Оценивание неопределенности с использованием данных внутрилабораторных исследований по валидации методики анализа. Определение фосфорорганических пестицидов в хлебе.....	203
Пример А5. Определение кадмия, выделяющегося из керамической посуды, методом атомно-абсорбционной спектроскопии.....	220
Пример А6. Определение сырой клетчатки в кормах для животных.....	236
Пример А7. Определение свинца в воде методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой и двойным изотопным разбавлением.....	246
Приложение В. Определения.....	257
Приложение С. Неопределенности в аналитических процессах.....	262
Приложение D. Анализ источников неопределенности.....	264
Приложение Е. Полезные статистические процедуры.....	268
Е.1. Функции распределения.....	268
Е.2. Метод электронных таблиц для вычисления неопределенности.....	269
Е.3. Оценивание неопределенности с использованием моделирования по методу Монте-Карло.....	272
Е.4. Неопределенности, связанные с линейной градуировкой по методу наименьших квадратов.....	282

Е.5. Представление неопределенности, зависящей от содержания аналита.....	284
Приложение F. Неопределенность измерений вблизи предела обнаружения / предела определения.....	290
F.1. Введение	290
F.2. Наблюдения и оценки	291
F.3. Интерпретация результатов и установление соответствия	292
F.4. Использование выражений «менее чем» и «более чем» при представлении результатов.....	293
F.5. Расширенная неопределенность вблизи нуля. Классический подход.....	294
F.6. Расширенная неопределенность вблизи нуля. Байесовский подход.....	295
Приложение G. Типичные источники и значения неопределенности	298
Библиография.....	304
Примечания научного редактора	306