

ПОСТРОЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНОЙ ХАРАКТЕРИСТИКИ С ПОМОЩЬЮ ЛАБОРАТОРНОЙ ИНФОРМАЦИОННОЙ СИСТЕМЫ (ЛИС) «ХИМИК- АНАЛИТИК».

*Е.С. Нестерова, аспирант, А.Г. Терещенко к.т.н., С.В. Романенко д.х.н., проф.
Томский политехнический университет, 634050, г.Томск, пр.Ленина, 30
E-mail: Lyona@sibmail.com*

В химико-аналитической практике часто встречаются методы, включающие процедуру определения концентрации химического вещества через градуировочную зависимость (график). Несмотря на то, что существуют приборы, которые автоматически рассчитывают градуировочные коэффициенты, сотрудники лаборатории довольно часто проводят процедуру построения градуировочной характеристики самостоятельно следующими способами:

- вручную (с помощью калькулятора);
- с помощью Excel;
- с использованием компьютерных программ с расчетами по методу наименьших квадратов (в т.ч. он-лайн программ);
- с использованием модулей ЛИС.

Каждый из первых трех методов имеет свои недостатки и не может комплексно оценивать исходные и конечные данные, а также не может охватить полностью все элементы построения и контроля градуировочной характеристики. Однако этих недостатков лишена ЛИС.

ЛИС – это класс информационных систем для ввода, хранения, обработки, анализа и представления информации, сопровождающей работы в лаборатории, а также для управления этими работами [1]. Использование ЛИС являются обязательным критерием референтной (совершенной) лаборатории. ЛИС «Химик-аналитик», разработанная в ИФВТ ТПУ [2], является ярким примером ЛИС. Она состоит из множества блоков (лабораторные журналы, документы, внутрилабораторный контроль, менеджмент качества и т.д.), которые периодически обновляются для поддержания актуальности системы и нормативной базы, лежащей в основе принципов работы этих блоков. Не является исключением и блок построения градуировочных характеристик, который был переработан с учетом современных тенденций. ЛИС «Химик-аналитик» – это высокоорганизованный программный продукт, охватывающий все аспекты деятельности аналитической лаборатории, поэтому даже расчет градуировочных коэффициентов связан с различными блоками системы, что моделирует реальную ситуацию в аналитической лаборатории, так как построение графика основывается на широком взаимодействии с другими работами.

На рис. 1 изображена схема взаимодействия блоков в структуре ЛИС относительно журнала построения градуировочных характеристик. Вся информация о градуировочной характеристике (объект, показатель, методика) поступает в блок градуировочных графиков из справочника методик. Важным моментом является использование данных электронного журнала регистрации оборудования для указания прибора, для которого строится график. С точки зрения метрологической прослеживаемости результатов аналитического контроля важна процедура документирования приготовления градуировочных растворов в журнале приготовления растворов и использования в журнале построения градуировочных

характеристик. Если вместо градуировочного раствора используется коммерческий стандартный образец, то предусмотрен вариант использования электронного журнала учета ГСО.

Конечные данные (рассчитанные градуировочные коэффициенты) из журнала построения градуировочных характеристик поступают в справочник методик анализа, из которого в качестве констант переменных калькулятора методики используются в лабораторных журналах при регистрации результатов количественного химического анализа.



Рис. 1. Взаимосвязь блоков ЛИС с блоком построения градуировочных графиков

В ЛИС «Химик-аналитик» выполнена реализация основных методов построения градуировочных характеристик, а также адаптация действующих нормативных документов, таких как МУ 6/113-30-19-83, РМГ 54-2002, ГОСТ Р ИСО 11095. Данные нормативные документы включают в себя следующие методы: метод наименьших квадратов, метод наименьших квадратов с весами, метод усреднения оценок и метод одной точки. В соответствии с каждым методом был организован выбор вида уравнения градуировочной прямой, количество концентраций и определений, а также набор статистических проверок исходных и полученных данных.

После проведения анализа нормативных документов было выявлено, что процедура построения градуировочных характеристик в общем виде, независимо от метода расчета, включает следующие этапы:

- 1). Приготовление градуировочных растворов, набор исходных данных для построения градуировочной характеристики;
- 2). Оценка входных данных для каждой концентрации, проверка приемлемости единичных определений (включая вариант использования β -критерия);
- 3). Полная оценка входных данных, исключение грубых промахов (статистические методы с использованием критериев Фишера, Кохрена, Бартлетта);

- 4). Расчет градуировочных коэффициентов согласно выбранному методу;
- 5). Проверка значимости коэффициента А по критерию Стьюдента;
- 6). Проверка линейности полученного уравнения по критерию Фишера;
- 7). Периодический контроль стабильности градуировочной характеристики согласно методике анализа в процессе использования градуировочных коэффициентов.

Таким образом, взаимосвязь различных элементов в ЛИС, а также комплексный подход к процедуре построения градуировочной характеристики и учет особенностей каждого метода построения отличает процесс построения градуировочной характеристики с помощью соответствующего блока ЛИС от других доступных способов. Также это обеспечивает документирование метрологической прослеживаемости результатов количественного анализа. В новой версии блока градуировочных характеристик ЛИС «Химик-аналитик» учтены особенности действующих нормативных документов, а также некоторые практические моменты, свойственные определенным методикам анализа. Это позволяет быстро и качественно произвести расчет градуировочных коэффициентов, исключив влияние человеческого фактора, что в свою очередь приведет к более точным расчетам искомой концентрации требуемого вещества при анализе рабочих проб.

Следовательно, ещё одна значимая сторона деятельности отечественных химико-аналитических лабораторий оказывается обеспеченной надёжным и компетентным решением на основе ЛИС «Химик-Аналитик». Это тем более важно, что сложившаяся практика всесторонних проверок аккредитованных лабораторий усилиями Ростехрегулирования выводится на новый уровень. С использованием в повседневной практике ЛИС лаборатория сможет демонстрировать всем заинтересованным сторонам свою высокую квалификацию, основанную на актуальной нормативной базе, удобных интерфейсах и компетентной технической поддержке разработчиков ЛИС.

Список литературы:

1. Терещенко А. Г., Пикула Н.П., Тостихина Т.В. Внутрिलाбораторный контроль качества результатов анализа с использованием лабораторной информационной системы. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2012. – 312 с.
2. Терещенко О.В., Терещенко А.Г., Терещенко В.А., Янин А.М., Толстихина Т.В. Разработка лабораторной информационно-управляющей системы // Известия ТПУ, 2006. - № 4. - Т.309. - С.169-172.