

**А.П. Пацовский, В.Л. Иванов, О.В. Волкова,
Е.А. Пашкова**

**МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ РАБОТЫ
АНАЛИТИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЙ
В ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ**



**Санкт-Петербург
2022**

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
УНИВЕРСИТЕТ ИТМО

**А.П. Пацовский, В.Л. Иванов, О.В. Волкова,
Е.А. Пашкова**

**МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ РАБОТЫ
АНАЛИТИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЙ В ПИЩЕВОЙ
ПРОМЫШЛЕННОСТИ**

УЧЕБНОЕ ПОСОБИЕ

РЕКОМЕНДОВАНО К ИСПОЛЬЗОВАНИЮ В УНИВЕРСИТЕТЕ ИТМО
по направлениям подготовки 19.04.01, 19.04.02, 19.04.03, 27.04.01
в качестве учебного пособия для реализации основных профессиональных
образовательных программ высшего образования магистратуры

 УНИВЕРСИТЕТ ИТМО

Санкт-Петербург
2022

Пацовский А.П., Иванов В.Л., Волкова О.В., Пашкова Е.А.
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ РАБОТЫ АНАЛИТИЧЕСКИХ
ЛАБОРАТОРИЙ В ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ – СПб:
Университет ИТМО, 2022. – 170 с.

Рецензент:

Верболоз Елена Игоревна, доктор технических наук, профессор, профессор (квалификационная категория "ординарный профессор") факультета биотехнологий, Университета ИТМО.

Настоящее учебное пособие посвящено вопросам метрологического обеспечения работы аналитических лабораторий в пищевой промышленности.

Рассмотрены основные проблемы теоретической и прикладной аналитической метрологии, а также законодательные аспекты. Показаны конкретные примеры разработки универсальных методик измерения в соответствии с положениями закона о единстве измерений. Рассмотрено развитие системы аккредитации аналитических лабораторий, современные требования и основополагающие документы.

Пособие предназначено для подготовки магистров по направлениям биотехнологического цикла в рамках дисциплин «Качество и безопасность биотехнологической продукции», «Методы анализа продуктов питания», «Пищевая химия и аналитика», «Сенсорный анализ продуктов питания» и позволяет получить важные компетенции в области метрологического обеспечения аналитических измерений. Учебное пособие будет полезным обучающимся при прохождении практик на предприятиях и в лабораториях университета, а также подготовит к научно-исследовательской и практической работе в аналитических лабораториях научных учреждений и предприятий отрасли.



Университет ИТМО – национальный исследовательский университет, ведущий вуз России в области информационных, фотонных и биохимических технологий. Альма-матер победителей международных соревнований по программированию – ICPC (единственный в мире семикратный чемпион), Google Code Jam, Facebook Hacker Cup, Яндекс.Алгоритм, Russian Code Cup, Topcoder Open и др. Приоритетные направления: IT, фотоника, робототехника, квантовые коммуникации, трансляционная медицина, Life Sciences, Art&Science, Science Communication. Входит в ТОП-100 по направлению «Автоматизация и управление» Шанхайского предметного рейтинга (ARWU) и занимает 74

место в мире в британском предметном рейтинге QS по компьютерным наукам (Computer Science and Information Systems). С 2013 по 2020 гг. – лидер Проекта 5–100.

© Университет ИТМО, 2022

© Пацовский А.П., Иванов В.Л., Волкова О.В., Пашкова Е.А. 2022

Содержание

Введение.....	7
1. Физическо-химические основы методов измерения	9
2. Существующие проблемы в метрологии	12
3. Методики измерений.....	16
4. Метрологические основы аналитики.....	41
Приложения.....	93
Список использованной и рекомендованной литературы.....	165

Принятые сокращения

ЭДС – электродвижущая сила;
ТСХ – тонкослойная хроматография;
НТЦ – научно-технический комплекс;
УФ – ультрафиолетовый;
МВИ – методика выполнения измерений;
ВЭЖХ – высокоэффективная жидкостная хроматография;
ТФЭ – твёрдофазная экстракция;
СанПиН – санитарные нормы и правила;
СИ – средство измерения;
РФ – Российская Федерация;
ООО – общество с ограниченной ответственностью;
ЗАО – закрытое акционерное общество;
НПП – научно-производственное предприятие;
ИСО – международная организация по стандартизации;
НИИ – научно-исследовательский институт;
НПО – научно-производственное объединение;
УЗ – ультразвуковой;
ТУ – технические условия;
МУК – методические указания;
МР – методические рекомендации;
ОСТ – отраслевой стандарт;
ГНУ – государственное научное учреждение;
НД – нормативный документ;
МИ – методика измерения.

Основные понятия

В данном учебном пособии применяются нижеперечисленные понятия.

Метод измерения – приём или некоторая совокупность научно-обоснованных приёмов сравнения измеряемой величины с её единицей или соотнесения со шкалой в соответствии с реализованным принципом измерения

Принцип измерений – физическое явление или эффект, заложенный в базис измерений каким-либо средством измерений.

Примерами таких принципов являются:

- применение для измерений электрического напряжения так называемого эффекта Джозефсона;
- применение эффекта Доплера для измерения скорости;
- использование силы тяжести при измерении массы взвешиванием;
- зависимость сопротивления материалов от температуры в составе термометров сопротивления;
- зависимость термоЭДС от различных температур, в составе термоэлектрических термометров.

Метод измерений, как правило, гораздо более общее понятие, чем принцип измерения. Он обычно описывает способ решения поставленной перед исследователем задачи. В метрологии это, по существу, *приём или совокупность приёмов сравнения измеряемой величины с её единицей или шкалой в соответствии с реализованным принципом измерений*. По этому признаку методы разделяют на:

- *метод непосредственной оценки* (наблюдают измеряемое значение по шкале средства измерения СИ непосредственно, к примеру, по часам, вольтметру);
- *метод сравнения с мерой* (сравнивают с величиной, производимой мерой измеряемое значение, как пример, измерение на рычажных весах).

В физике и аналитической химии методы измерений можно классифицировать по различным признакам.

По физическому принципу методы измерений разделяются на оптические, механические, акустические, электрические, магнитные.

В качестве второго используется режим изменения во времени измерительного сигнала (разделение на *статические* и *динамические*).

По третьему признаку методы разделяют на *контактные* и *бесконтактные* (чувствительный элемент СИ находится и не находится в контакте с объектом измерений соответственно).

Четвёртый – применяемый вид измерительных сигналов (*аналоговые* и *цифровые* методы).

Методика измерений (МИ) – это совокупность изложенных операций и правил, выполнение которых должно обеспечивать получение результатов измерений с заявленной точностью. Методики разрабатывают и используют для выполнения измерений с погрешностью, характеристики которой не хуже гарантированной в научно-технической документации на МИ.

ВВЕДЕНИЕ

В учебном пособии рассмотрены некоторые вопросы современного состояния метрологического обеспечения аналитических измерений, не представленные в учебной литературе. Будущим магистрам важно обладать этими компетенциями для того, чтобы методически и научно обоснованно подходить к проведению и интерпретации результатов аналитических измерений.

Приведенные результаты анализа состояния современной законодательной, приборной и методической базы, последних научных достижений в области метрологии помогут при подготовке лекций, проведении практических занятий и выполнении лабораторных работ, проведении проблемных семинаров, мастер-классов по дисциплинам «Качество и безопасность биотехнологической продукции», «Методы анализа продуктов питания», «Пищевая химия и аналитика», «Сенсорный анализ продуктов питания», прохождении практик на предприятиях и в научных учреждениях, написании выпускных квалификационных работ. Материал, приведенный в приложениях, предназначен для самостоятельного освоения обучающихся в рамках СРС.

Итак, приступим! До сих пор специалисты спорят, является ли анализ предметом измерительной теории и практики и каким образом очертить область знаний, на которую распространяется метрология, как наука об измерениях. Это связано, с одной стороны, с широким внедрением метрологии в различные сферы научной и практической деятельности (включая учебные программы средней и высшей школ), в том числе, в так называемые «нефизические области»: психологию, социологию, медицину, спорт, культуру, где нет физических эталонов. С другой стороны, ряд специалистов резко возражают против такого подхода. Прежде всего, это специалисты, занимающиеся собственно метрологией, считающие, что об измерениях и метрологии можно говорить только там, где есть эталоны. Такая категорическая позиция встречается, в том числе, при обсуждениях научных и квалификационных работ магистров и молодых специалистов. При этом Федеральный закон «Об обеспечении единства измерений» [1] требует, чтоб результаты измерений отвечали принципам единства измерений.

Понятие «измерение» [1,2] из-за своей привычности (обыденности) представляется очевидным. В Федеральном законе «Об обеспечении единства измерений»: *Измерение – совокупность операций, выполняемых для определения количественного значения величины.*

В первом приближении можно сделать следующие выводы:

1. По-разному можно относиться к смыслу тех или иных терминов. Но в данном случае однозначное понимание содержания термина «измерение», являющегося коренным в определении понятия «метрология», предопределяет распространение Федерального закона «Об обеспечении

единства измерений» на те области знаний, где применяются количественные характеристики.

2. Представляется, что «измерение» следует воспринимать именно в таком смысле, как это даётся в Федеральном законе «Об обеспечении единства измерений» и распространять его на все процедуры, связанные с оценкой конкретного свойства любого объекта измерения в любой отрасли знаний.

3. Аналитика имеет такие метрологические особенности, как вид измерения, принципиально отличающих её от большинства других видов измерений: массы, температуры, давления. Это делает весьма проблематичным использование наработок классической метрологии прежде всего в учебном процессе и требует критического осмысливания рекомендаций и положений метрологической литературы, в том числе учебников и учебных пособий.

В данном учебном пособии рассматриваются вопросы метрологического обеспечения работы аналитических лабораторий в пищевой промышленности. Понимание сущности аналитических, нефизических измерений является ключевым для успешной работы специалистов в этой области.

1. ФИЗИЧЕСКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МЕТОДОВ ИЗМЕРЕНИЯ

Методы измерения, применяемые в аналитике, опираются на следующие физическо-химические основы.

1. Все молекулы находятся в постоянном колебательном движении и между собой энергетически связаны.

2. Молекулы каждого индивидуального вещества имеют собственную частоту колебания и могут входить в резонансное взаимодействие с определённым внешним воздействием.

3. Характер и интенсивность связи между двумя веществами индивидуальны и называются *сродством* веществ.

4. Принцип аналитического измерения любой системы – энергетическое воздействие на объект и фиксация его отклика на это воздействие.

5. Практически все пищевые аналитические объекты измерения многокомпонентны. Однако их физической моделью являются *бинарные* (состоящие только из двух компонентов: анализируемого А и сопутствующего Б – матрицы) или *квазибинарные* (состоящие из анализируемого компонента А (в свою очередь, также сможет быть многокомпонентной системой, но моделируемой моновеществом) и многокомпонентной матрицы, состоящей из компонентов Б, В, Г и др.). Однако во всех случаях измеряемой величиной является концентрация, выражаемая отношением $C_a = A/(A+B)$ или $C_a = A/(A+B+V+Г+...)$ или $C_b = B/(A+B+V+Г+...)$ и т.д.

Сущность любого аналитического метода измерения состоит в выделении прямо (разделительные принципы) или косвенно молекул анализируемого вещества (компонента) из системы и измерении количества этого вещества и системы в целом. Измеряемыми величинами при этом могут быть масса m или объём V или косвенно количество вещества N . В связи с этим количественно состав выражают их соотношениями: $C_{mm} = m_a/m$, $C_{vv} = V_a/V$, $C_{nn} = N_a/N$ или их комбинациями: $C_{mv} = m_a/V$, $C_{vm} = V_a/m$

Для этого на объект энергетически воздействуют таким источником, у которого частота колебания равна или достаточно близка собственной частоте колебания молекул анализируемого вещества. В результате молекулы вещества поглощают часть энергии воздействия, количественно пропорциональное количеству молекул на пути источника.

Свойство и измеряемое свойство

В метрологии «*физическая величина: одно из свойств физического объекта (физической системы, явления или процесса), общее в качественном отношении для многих физических объектов, но в количественном отношении индивидуальное для каждого из них.*» Под «измеряемым свойством» понимают свойство объекта измерений, которое возможно и нужно измерить при решении конкретной измерительной задачи.

Измерение состава, можно считать, единственный вид измерения, в котором нет общепринятой концепции применения принципов единства

измерений, обязательность которых регламентирована в Федеральном законе «Об обеспечении единства измерений» [1].

Необходимость понимания физической сущности измеряемого свойства связана с применением адекватных средств и методик измерений, получением верных результатов измерений. Важность этой проблемы в разных отраслях науки, техники и производства различна, а потому и отношение специалистов к ней часто не совпадает. Сущность группы отраслей (пищевая, нефтехимическая, химико-фармацевтическая, целлюлозно-бумажная и мн. др.) состоит в том, что основу их технологических процессов составляют смешение или разделение, а главным показателем оценки является состав исходного сырья, полупродуктов и готовой продукции. Это первое. Второе – внутри каждой из этих отраслей все объекты измерений материально взаимосвязаны, т.е. переходят одни в другие. Это значит, что взаимосвязаны и определённые измеряемые свойства у множества объектов измерений одинаковы и синтезируются смешением компонентов с аналогичными измеряемыми свойствами. Это, естественно, требует соответствующие измеряемые свойства не только называть одинаково, но и для их количественно описания применять единицы одного размера.

В литературе по данному поводу высказаны различные суждения. Например, ставится вопрос о неприменимости "классической метрологии" для решения проблем повышения точности и обеспечения единства измерения в аналитической химии. Или характеристики состава отнесены к "нефизическим" величинам, под которыми здесь понимают величины, используемые в общественных науках [3].

Заметим, что термин «физическая величина» следует рассматривать как обобщение названий конкретных измеряемых свойств: масса (название инерционности системы), температура (название интегральной кинетической энергии системы), давление (название удельной кинетической энергии системы) и т.д. При этом эти названия измеряемых свойств следует употреблять только в единственном числе.

Сущность метода измерения

Сущность метода измерения состава сводится к определённому энергетическому воздействию E на объект измерения и фиксации его отклика E_o на возмущающее воздействие (рис.1.1). Причём E_o есть функция информативной E_{oi} и неинформативной или мешающей E_{om} составляющих.

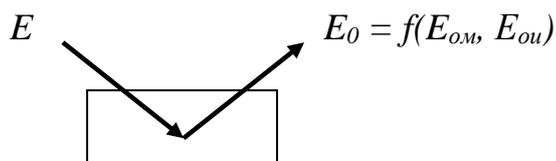


Рис. 1.1. Обобщенная схема аналитического метода измерений

Сущность аналитических методов измерений состоит в тепловом,

гравитационном, электрическом, электромагнитном и прочих воздействиях на образец и измерении отклика объекта измерений (Рис.1.2). Информативный сигнал $E_{он}$ даёт сведения о свойствах и количестве анализируемого компонента, а неинформативная $E_{ом}$ обусловлена качественным и количественным составом остальной части материала.

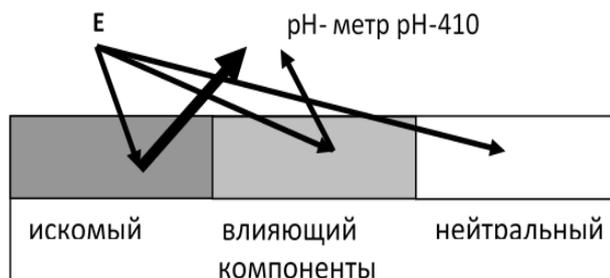


Рис. 1.2. Схема анализа *многокомпонентного* объекта измерений

Вопросы для самоконтроля

1. Физико-химические основы аналитических измерений.
2. Многокомпонентность биотехнологических объектов. Бинарные и квазибинарные модели объектов аналитических измерений.
3. Сущность аналитических методов измерений.

2. СУЩЕСТВУЮЩИЕ ПРОБЛЕМЫ В МЕТРОЛОГИИ

2.1 Проблемы существующей эталонной базы

Практически в каждом журнале, связанном с метрологией, есть статья про работу с эталонами. И это не случайное совпадение: национальные эталоны – техническая основа национальной метрологической инфраструктуры Российской Федерации. Россия должна создавать национальные эталоны в соответствии со своими потребностями. Для нынешней России это перспектива научно-технического прогресса, поддержка национального экономического развития, ввод новых высокотехнологичных и наукоёмких производств (в частности, наноиндустрии), защита интересов потребителей, здоровья наших граждан, оборонная и экологическая безопасность страны, а также признание на международной арене национальной метрологической инфраструктуры. Проблемой эталонной базы является её устаревшее состояние, во многом не меняющееся с доперестроечных времён. Наиболее критическое положение наблюдается у государственных первичных эталонов. Их состояние можно охарактеризовать следующими данными: около половины государственных эталонов созданы более 30 лет назад; 20 % эталонов – более 20 лет назад; 18 % – (5–10) лет назад; и только порядка 15 % – менее 5 лет назад. Многие морально и технически устарели. Калибровочные и измерительные их возможности значительно отстают от зарубежных. Износ эталонного поверочного оборудования в существующих центрах метрологии составляет в среднем около 50 %, при темпах обновления эталонной базы (4–5) % в год. В настоящее время по уровню измерительных возможностей РФ занимает третье место в мире, уступая только США и Германии по ряду жизненно важных для общества измерений, в материаловедении, здравоохранении и пр. В каком-то смысле индикатором необходимости совершенствования эталонной базы являются результаты сличений с первичными эталонами других развитых стран. Также проблему усугубляют противоречия между классическими определениями физических величин и их единиц измерения с современными научными положениями. Международное бюро мер и весов на прошедшей ещё в октябре 2005 г. 94-й конференции принял Рекомендацию 1 "Подготовительные шаги к новым определениям килограмма, ампера, кельвина и моля через фундаментальные константы" и в соответствии с этим в журнале *Metrologia* даны переопределения основных единиц СИ с использованием фиксации значений фундаментальных физических констант: постоянной Больцмана k , постоянной Планка h , элементарного заряда e , и постоянной Авогадро N_A . При этом бралось во внимание то, что фиксация значения указанных констант будет предположительно достаточной к моменту проведения 24-й Генеральной конференции по мерам и весам (ГКМВ) в 2011 г. [4].

2.2. Проблемы подготовки кадров специалистов-метрологов

Недостаток квалифицированных специалистов-метрологов является одной из существенных проблем метрологии. Качественного роста уровня профессиональной подготовки в области обеспечения единства измерений не наблюдается с перестроечных времён. Это касается специалистов от техников на производстве до профессорско-преподавательского состава. В 90-е годы в связи с изменением отношения к техническим специальностям резко уменьшилось число молодых людей, желающих получить профессию инженера-метролога. В настоящее время во всех промышленных структурах насчитывается, по оценкам специалистов, порядка 120–200 тысяч метрологов, в том числе в метрологических институтах и центрах – около 7000 человек (около 5–6) %. Это в 4–5 раз меньше требуемого количества специалистов. Таким образом, кадровый вопрос в этой области в РФ в настоящее время стоит крайне остро [3,4].

2.3. Проблема нормативно-правовой и методической базы в системе обеспечения единства измерений

Сейчас по Федеральному закону «Об обеспечении единства измерений» [1] принято семь постановлений Правительства РФ, тридцать одно правило по метрологии и около трёх тысяч документов в ранге национальных стандартов и рабочих документов по метрологии, формирующих базу для практической деятельности в области метрологии [3,5,6].

2.4. Погрешность или неопределённость

Погрешностью измерения является отклонение измеренного значения величины от её, так называемого «истинного» значения. А поскольку оно неизвестно, то от её оценки – принятого опорного значения. Выражение погрешности измерений может быть дано в виде $a \pm \Delta a$, где a – измеренная величина, Δa – суммарная абсолютная погрешность, определяемая МИ.

Неопределённость измерения – это некое «сомнение в истинности полученного результата». Т.е. мы имеем дело с параметром, связанным с результатом измерения, характеризующим разброс значений вокруг измеряемой величины. Выражение неопределённости измерений может быть дано в виде $a \pm U_a$, где a – измеренная величина, U_a – расширенная неопределённость.

По сути, оба термина – «погрешность» и «неопределённость» – это близкие по смыслу выражения одного и того же понятия – «точность измерений».

В России с советских времён исторически сложилось так, что при оценке достоверности измерения специалисты-метрологи использовали погрешность.

За рубежом исходно существовало альтернативное понятие «*error of measurement*» – «ошибка измерения», считавшееся у нас неудачным. С введением стандарта качества ISO 9000 получило распространение «Руководство по вычислению неопределённости в измерении» – «*Guide to the*

expression of uncertainty in measurement», а с ним и понятие неопределённости измерений, а также способы её вычисления.

Сейчас, к огромному неудовольствию специалистов “старой школы”, всё чаще требуется оценивать точность результатов измерений (например, при аккредитации лабораторий) в терминах «неопределённости» (особое неприятие вызывает неопределённость типа В). В связи с вступлением России в ВТО ситуация с погрешностью-неопределённостью ещё более склонилась в сторону последней, а оценки качества работ стали приводить в соответствие с международными стандартами ИСО. Появилось даже такое неоднозначное высказывание: «*Неопределённость измерений людям стоило выдумать хотя бы для того, чтобы было кому теперь разьяснять, как погрешность можно отличить от неопределённости*». Понятие же «*uncertainty*» возникло из аутентичного перевода документа «*Guide to the expression of uncertainty in measurement*», ISO-1993. Документ вызвал множество неоднозначных суждений и разделил общественность на три лагеря – последователи «*Guide...*», противники «*Guide...*» и специалисты, ожидающие, «чем всё это закончится» [3].

В итоге дело закончилось выпуском документа РМГ 91-2009 «Совместное использование понятий «погрешность измерения» и «неопределённость измерения», обстоятельно и деликатно разьясняющим соответствие терминов «погрешность» и «неопределённость» и принципы их совместного использования.

Как известно, при проведении измерений при доверительной вероятности P , равной 0,95 или выше (что гораздо реже), это самое «истинное» значение измеряемой величины содержится в интервале от $(A - \Delta)$ до $(A + \Delta)$ с вероятностью P .

В то же время понятие «неопределённости» привязано к измеренному значению величины A , а не к её оценке. Результат измерения также записывается в виде интервала $X = A \pm \Delta, P = 0,95$ (где P – это уже вероятность охвата).

Основные отличия понятий «погрешности» от «неопределённости»:

- «погрешность» относится к «истинному» значению и выражает оценку этого значения;
- «неопределённость» – к измеренному значению;
- «погрешность» приведена к конкретному измерению, на конкретном средстве измерений;
- «неопределённость» интерпретируется как степень сомнения в истинности результата измерений;
- «погрешностью» характеризуются параметры точности средств измерений.

Вопросы для самоконтроля:

1. Проблемы законодательного обеспечения и существующей эталонной базы аналитических измерений.
2. Погрешность или неопределённость измерений, в чем разница?

3. МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЙ

Специалистам в области аналитических измерений, а также в смежных областях науки и практики, имеющим дело с аналитическими измерениями или их результатами, важно знать, как создаются и утверждаются методики измерений. Ниже в качестве примера приведена содержательная часть унифицированной «Методики измерений массовой доли воды в пищевых продуктах термогравиметрическим методом».

Методика прошла должную процедуру аттестации согласно ГОСТ Р 8.563 [8] метрологической службой ГНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров» РАСХН.

1. Назначение и область применения МИ

Настоящая МИ по своей физической сущности представляет собой своего рода аналог методик выполнения измерения массовой доли воды в различных по виду и консистенции пищевом сырье и готовой продукции, стандартизованных в документах из списка, приведённого в табл. 3.1., в соответствии с ГОСТ Р 8.563 [8]. В связи с этим данную МИ можно рассматривать в совокупности с соответствующими стандартизованными МИ (см. табл. 3.1) как свидетельство их аттестации. Т.о. последние МИ дополнительной аттестации не требуют.

2. Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, реактивам и растворам

Указаны далее в табл. 3.2.

Табл. 3.1. Продукты и стандарты, регламентирующие МП содержания воды в пищевых продуктах (фрагмент)

Продукт	Государственный стандарт
Сигарное сырьё	3714-79
Мыло хозяйственное твёрдое и мыло туалетное	790-89
Порошкообразная косметика	28768-90
Изделия косметические. метод определения воды и летучих веществ или сухого вещества	29188.4-91
Рыба, морские млекопитающие, беспозвоночные, водоросли и продукты их переработки	13930-68
Порошкообразные ароматизаторы	15113.4
Кондитерские изделия	5904-82
Мука	27668-88
Крупы	263121-84
Жмыхи и шроты	13979.0-86
Зерно и продукты его переработки	Р 50436
Морские водоросли и травы и продукты их переработки	20438-75, 13496.0-80
Концентраты пищевые	15113.0-77

Режимы сушки:

- *образцы рыбы:* (за исключением сушёных, вяленых и обработанных копчением на холоду) первые два часа сушатся при (60 – 80) °С. Навески продуктов с долей жира, превышающей 20 %, первые два часа сушатся при (60 – 65) °С, а с содержанием более чем 40 % (например, в печени тресковых рыб и проч.) – при этих же условиях в токе инертного газа;
- *сигарное сырьё:* сушится в течение 10 минут при 105 °С при повышенной влажности, а при разногласиях – дополнительно сорок минут при (100 – 105) °С
- *махорочное сырьё:* сушится в течение 20 минут при 105 °С, а при разногласиях – сорок минут при (100 – 105) °С;
- *табачное сырьё:* сушится десять минут при 105 °С, а при разногласиях – сорок минут при (100 – 105) °С;
- *курительная махорка:* сушится (30 ± 1) мин при (108 ± 2) °С;
- *табак, табак в сигаретах, сигары:* сушится (180 ± 2) мин при (92 ± 2) °С;
- *маргарин:* сушится на плитке при (160 – 180) °С. Окончание определяется по отсутствию в изделии потрескивания и по изменению окраски до появления светло-коричневого цвета. Вода со стенок удаляется высушиванием в шкафу при нагревании до (100 – 105) °С;
- *консервы молочные:* по ГОСТ 30305.1-95;
- *продукты мясные:* сушатся при (150 ± 2) и (103 ± 2) °С;
- *соль:* сушится при (140 – 150) °С.

Ниже приведен фрагмент метрологических исследований унифицированной МИ.

Табл. 3.2. Техническая оснащенность (фрагмент)

Наименование	Метрологические требования	Объект измерения
Весы лабораторные	Любого типа при абсолютной погрешности взвешивания: <ul style="list-style-type: none"> • для рабочего варианта метода 0,01 г • для арбитражного варианта метода 0,001г 	
Термостат	температура (100 – 140) °С ±2 °С	
Термостат вакуумный	температура (100 – 140) °С ±2 °С	При метрологических работах
Эксикатор	Вместимость 250 см ³ и выше	
Кальций хлористый	Обезвоженный	сорбент
Песок речной	очищенный и прокаленный	
Кювета с крышкой стеклянная или металлическая	любого типа	
Лоточки из белой жести	Площадью 120 см ² , высотой 1 см	Сигарное сырьё
	Площадью (120 ±2) см ² , высота (10±2) см	Курительная махорка
Бюксы сетчатые	Размером ячеек 1x1 мм, высотой стенок (40±3) мм	

Программа и метрологические исследования МИ массовой доли воды в пищевых продуктах (на примере белковой колбасной оболочки)

1. Определение размеров пробы.

Проба признаётся оптимальной по массе, если время высушивания погрешность измерения минимальны (или достаточны). Для этого производят измерение массовых долей влаги в четырёх пробах массой (1 – 2), (2 – 3), (3 – 4) и (4 – 5) г, фиксируя продолжительность установления равновесной влажности.

2. Определение допустимого отклонения температуры нагрева пробы.

Производят измерения массовых долей влаги в шести пробах, приготовленных из одного и того же образца, путём высушивания при следующих фиксированных значениях температуры: 100; 105; 110; 125; 130; 135 °С. Далее оценивают разницу между измеренными значениями по критерию Фишера F и t-критерию.

а. Определение влияния вида испытуемой оболочки.

Производят измерения массовых долей воды в нескольких видах белковых колбасных оболочек: «Колорин» (Швеция), «Натурин» (Германия), «Белкозин» (РФ), «Кутизин» (Чехия). Разницу между полученными значениями оценивается по критерию Фишера F и t-критерию.

б. Определение систематической составляющей погрешности результатов измерений.

Прежде всего, это неполнота и неселективность отделения воды.

Систематическую составляющую погрешности из-за *неполноты отделения* воды для арбитражного варианта реализации метода измерения приняли равной нулю, исходя из определения массовой доли влаги в белковых оболочках, как физической величины.

3. Определение случайной составляющей погрешности.

Эту составляющую погрешности определяли двумя различными способами:

1. Выполняя измерения массовых долей воды в нескольких пробах, полученных из одного образца (вида) оболочки;

2. Производя «холостой» опыт – измеряя влажность материала, в котором отсутствует свободная вода (металлической гири и проч.).

4. Сходимость первого и второго вариантов находили сопоставлением результатов измерений.

5. Обработка экспериментальных данных.

Результаты метрологических исследований термогравиметрического метода измерения массовых долей воды в белковых оболочках (фрагмент)

1. Определение оптимального размера анализируемого образца

Массовая доля воды описывается выражением: $St = m_w/m$, а относительная дисперсия её измерения определяется по формуле:

$$\left(\frac{\Delta Cm}{Cm}\right)^2 = \left(\frac{\Delta m_g}{m_g}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 \quad (3.1),$$

или, заменив $m_g = mCm$, получаем:

$$\left(\frac{\Delta Cm}{m}\right)^2 = \left(\frac{2}{Cm^2} + 1\right) \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 \leq \delta C_\delta^2, \quad (3.2),$$

где δC_δ – допустимое значение относительной погрешности измерения концентрации воды.

X_{cp} – среднее арифметическое; S- СКО единичного измерения; τ - время сушки.

Вывод: из данных табл. 3.3. получаем, что оптимальным является проба массой (4 – 5) г.

Из (3.2) получаем уравнение для расчёта значения массы образца:

$$m \geq \frac{\Delta m}{\delta C_\delta} \sqrt{\frac{2}{Cm^2} + 1} \text{ или, поскольку } Cm^2 \ll 2, \text{ то:}$$

$$m \geq 1,4 \frac{\Delta m}{Cm \delta C_\delta}. \quad (3.3),$$

Табл. 3.3. Определение оптимальной массы пробы

Номер опыта	Массовая доля воды (%) при массе образца, г				
	1-2	2-3	3-4	4-5	
1	16,3	16,0	15,8		16,0
2	15,8	16,0	15,9		16,0
3	15,6	15,9	16,2		16,1
4	16,0	15,9	16,0		16,1
5	16,2	16,2	15,9		16,1
6	16,5	15,8	16,0		16,1
7	16,1	16,1	16,2		16,2
8	15,8	15,7	15,9		15,9
9	16,0	16,2	16,1		16,0
10	16,0	16,0	16,1		16,1
<i>X_{ср}</i> [%]	16,03	15,98	16,02		16,06
<i>S</i> [%]	0,28	0,18	0,13		0,10
<i>t</i> [мин]	10-15	12-20	30-45		50-70

2.

Расчёт по формуле (3.3) показывает, что масса образца должна быть не менее 1 г при условии абсолютной погрешности взвешивания 0,05 г в диапазоне значений концентрации воды не менее 3 %.

Вывод: оптимальным является проба массой (4 – 5) г.

Аналогичный результат даёт и расчётный способ решения данной задачи.

Определение допустимого отклонения температуры нагрева пробы

Из этих данных (Табл. 3.4.) получаем, что допустимым можно считать отклонение температуры сушки не более, чем на ± 5 °С.

2. *Определение влияния вида испытываемой оболочки и случайной составляющей погрешности результата измерения*

В табл. 3.5. приведены данные сходимости, полученные многократными измерениями проб различных видов оболочки. Они показывают, что вид оболочки не влияет значимо на погрешность результата измерений.

Сопоставляя значения относительной погрешности измерения влажности одного вида оболочки, получаем, что они составляют одну группу данных, а потому можно найти объединенную оценку СКО как геометрическую сумму. Обобщенное значение оценки СКО ($S = 3,7$ %) рассчитывали по формуле: $S^2 = \sum(S)^2/n$.

Табл. 3.4. Экспериментальные данные определения влияния температуры

Анализируемый образец	Температура высушивания, °С											
	100		105		110		125		130		135	
	W _{ср}	S	W _{ср}	S	W _{ср}	S	W _{ср}	S	W _{ср}	S	W _{ср}	S
Кутизин	6,07	0,14	6,19	0,24	5,37	0,10						
		t=1,39; F=0,37		t=10,1; F=0,19								
	16,1	0,41	16,3	0,25	15,2	0,40						
		t=1,38; F=0,37		t=8,01; F=0,38								
Белкозин	10,3	0,17	10,4	0,17	10,4	0,17						
		t=1,01; F=0,92		t=0,50; F=0,98								
Колорин							9,55	0,38	9,83	0,17	9,67	0,41
								t=2,08; F=0,19		t=1,12; F=0,16		
Натурин							8,33	0,08	8,49	0,03	8,53	0,03
								t=5,98; F=0,17		t=2,64; F=0,89		

Табл. 3.5. Экспериментальные данные сходимости, полученные на образцах оболочки «Белкозин»

Шифр партии	Номер наблюдения	Номер пробы										R _{ср}	
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
Д-332/65	1	16,87	16,81	12,16	16,76	16,97	12,04	12,05	12,21	16,78	16,82		
	2	16,78	16,84	12,07	16,79	16,77	16,83	16,99	12,20	16,98	17,02		
	3	16,91	16,78	16,67	16,82	16,95	16,71	12,06	16,85	16,73	16,76		
	Размах, %	абс	0,14	0,06	0,49	0,06	0,20	0,27	0,06	0,36	0,25	0,26	0,22
		отн,	0,08	0,04	2,8	0,04	1,2	1,6	0,04	2,1	1,5	1,6	1,1
Д-332/65	1	23,57	23,90	24,15	24,14	24,17	24,24	23,97	23,99	24,36	23,90		
	2	24,13	23,21	23,97	24,37	24,04	24,09	23,78	23,77	23,89	23,88		
	Размах, %	Абс	0,56	0,79	0,18	0,23	0,13	0,15	0,19	0,22	0,47	0,02	0,29
		отн	2	3	0,1	1	0,9	0,8	0,9	1	2	0,1	1
Шифр партии	Номер наблюдения	Номер пробы										R _{ср}	
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
Д-332/65	1	6,50	6,70	6,60	2,10	6,90	7,60	6,60	7,00	2,40	6,70		
	2	2,00	6,90	6,90	6,60	6,90	2,20	7,20	6,60	2,00	6,60		
	3	7,80	2,10	2,00	2,20	2,20	2,50	7,60	6,90	2,10	6,60		
	4	7,00	16,40	6,90	2,40	7,10	2,90	7,50	7,20	2,00	6,50		
	5	6,30	6,80	2,30	2,20	7,10	6,90	7,30	6,20	2,20	2,10		
	Размах, %	Абс	0,7	0,7	0,8	0,3	0,7	0,7	1,0	0,4	0,6	0,6	0,6
		Отн	10	10	10	5	10	10	12	5	10	10	10
К-328/100	1	6,90	8,00	8,80	2,50	2,50	2,80	2,80	8,00	2,60	2,40		
	2	6,80	8,50	8,20	2,00	8,80	2,00	2,10	7,40	2,20	6,50		
	Размах, %	Абс	0,5	0,6	0,5	1,3	0,8	0,7	0,6	0,4	0,4	0,9	0,7
		Отн	6	3	7	20	10	10	9	6	6	14	9
В-332/45	1	14,33	14,34	14,78	14,60								
	2	14,27	14,56	14,29	14,44								
	3	14,52	14,33	14,29	14,73								
	4	14,45	14,10	13,98	14,73								

	5	14,36	14,02	14,48	14,65							
Размах,	Абс	0,25	0,54	0,69	0,33							0,45
%	Отн	2	4	5	2							3

6. Определение сходимости первого и второго вариантов ТГМ измерения

В табл. 3.6. приведены значения концентрации воды в образцах, полученных арбитражным и рабочим методами. При этом рабочий вариант реализован с применением весов 2-го и 4-го классов точности

В табл. 3.7. приведены *результаты* эксперимента «холостого опыта».

Из этих данных получаем, что погрешность первого варианта ТГМ в верхней части диапазона совпадает с погрешностью второго варианта, но в нижней части примерно в 1,5 раза меньше. В то же время имеет место систематическое отклонение, которое, однако, можно принять пренебрежимо малым.

Табл. 3.6. Сводная таблица оценок СКО

Номинальное значение массовой доли влаги, %	Размах, %		Количество повторных наблюдений	Среднее квадратическое отклонение, %	
	абсолютный	относительный		абсолютное	относительное
25	0,3	1	2	$0,3 \cdot 0,9 = 0,3$	1
17	0,2	1	3	$0,2 \cdot 0,6 = 0,1$	0,5
15	0,5	3	5	$0,5 \cdot 0,4 = 0,2$	1
8	0,7	9	2	$0,7 \cdot 0,9 = 0,6$	8
7	0,6	10	5	$0,6 \cdot 0,4 = 0,2$	3

Табл. 3.7. Экспериментальные данные "холостого" опыта

Номер опыта	Время сушки, час	Масса образца, г	Изменение массы	
			абсолютное, г	относительное, %
1	0	5,0066		
	2	5,0056	-0,0010	0,02
	3	5,0057	+0,0001	0,002
	3,25	5,0084	+0,0027	0,005
2	0	5,0023		
	2	5,0083	-0,0016	0,003
	3	5,0083	0,0000	0
	3,25	5,0104	+0,0021	0,004
3	0	5,0009		
	2	5,0019	+0,0010	0,002
	3	5,0025	+0,0006	0,001
	3,25	5,0054	+0,0029	0,006
Номер опыта	Время сушки, час	Масса образца, г	Изменение массы	
			абсолютное, г	относительное, %

4	0	5,0022		
	2	5,0017	-0,0009	0,002
	3	5,0014	-0,0002	0,0002
	3,25	5,0036	+0,0024	0,007
5	0	5,0037		
	2	5,0031	-0,0008	0,001
	3	5,0029	-0,0004	0,001
	3,25	5,0056	+0,0027	0,007

Табл. 3.8. Сравнительные данные применения арбитражного и рабочего вариантов МВИ

Номер опыта	измеренное значение концентрации (%), использование:		
	Вар. 1 ТГМ	Вар. 2 ТГМ	Разность
1.1	16,2	16,1	-0,1
1.2	16,1	15,5	-0,1
1.3	15,9	15,8	-0,1
X_{cp}	16,1	15,5	-0,1
R	0,3	0,3	
S	0,1	0,2	
S/X_{cp}	1,0	1,0	
2.1	6,3	6,0	-0,5
2.2	6,1	6,5	-0,1
2.3	5,9	5,5	-0,1
X_{cp}	6,1	5,9	-0,5
R	0,7	0,5	
S	0,5	0,5	
S/X_{cp}	7,0	10,0	

Таблица 3.9. Состав летучих веществ над высушиваемым образцом

Компонент	окись углерода	формальдегид	углеводороды	ацетон	бензол	всево летучих
Массовая доля, %	незнач.	0,0035	0,0005	0,0005	незнач.	0,005

1. Метод измерений

Сжигание образца при определённом значении температуры и измерении массы золы путём взвешивания.

2 Диапазон и приспанные характеристики погрешности измерений

Табл. 3.10. Продукты и стандарты, регламентирующие МВИ массовой доли золы

Продукт	Государственный стандарт
1. Масло растительное	ГОСТ 5471-66
2. Концентраты пищевые	ГОСТ 15113.8-77
3. Морские водоросли, травы морские и продукты их переработки	ГОСТ 20438-75
4. Зерно и продукты его переработки	ГОСТ Р 51411-99,

	ГОСТ ИСО 2170
5. Жмыхи, шроты и горчичный порошок	ГОСТ 13979.6-86
6. Крупа	ГОСТ 26312.5-84
2. Мука и отруби	ГОСТ 27494-87
8. Сахар-песок и сахар-рафинад	ГОСТ 12569-85
9. Изделия кондитерские	ГОСТ 5901-87
10. Корма, комбикорма, комбикормовое сырьё	ГОСТ 26226-84

Значения погрешности показаны в таблице 3.11. Технические средства, применяемые при измерениях, показаны в таблице 3.12.

Табл. 3.11. Значения погрешности измерений

Значение массовой доли золы, %	Предел сходимости результатов измерения (абсолютная погрешность), %
Свыше 0,04 до 0,20	0,01
Свыше 0,20 до 1,00	0,02
Свыше 1,00 до 1,50	0,03
Свыше 1,50 до 2,00	0,04

3 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений должны быть выполнены перечисленные ниже операции.

Тигли обрабатывают кипящей разбавленной соляной кислотой, затем обильно промывают водопроводной водой и ополаскивают дистиллированной водой.

Табл. 3.12. Технические средства, применяемые при измерениях

Порядковый номер и наименование СИ	Обозначение средства измерения, его метрологические характеристики, или ссылка	Измеряемая величина
Средства измерения		
1. Весы лабораторные	Тип любой. Основная погрешность – 0,1 мг	Масса
Вспомогательные устройства		
1. Тигель фарфоровый	Любой, соответствующий ГОСТ 9147-73	
2. Щипцы тигельные	Любые, подходящие по размеру	
3. Плитка электрическая	Любого типа с регулируемой мощностью не менее 1000 Вт с закрытой спиралью.	
4. Печь муфельная	Любого типа с диапазоном нагрева до 1000 °С	
5. Шкаф сушильный	Любого типа с диапазоном нагрева (40 – 150) °С	
6. Эксикатор	Размер по ГОСТ 25336-82	
Реактивы и материалы		
Вода дистиллированная	Соответствующая ГОСТ 6709-72	
2. Фильтры беззольные		
3. Кислота соляная	Квалификации х.ч. по ГОСТ 3118-75	

Непосредственно перед использованием тигли прокаливают в муфельной печи при нагревании до 900 °С в продолжении (15...20) минут.

Затем тигли охлаждают при комнатной температуре в эксикаторе в течение 1 ч и взвешивают с записью до четвертого десятичного знака.

6. Выполнение измерений

6.1 Отбор и подготовка проб

Пробы отбираются и подготавливаются в соответствии с НД, приведёнными в табл. 3.1.

6.2. Измерение массовых долей воды и летучих веществ

Массовые доли воды и летучих веществ измеряются по методике, разработанной ГНУ Всероссийским НИИ жиров Россельхозакадемии.

6.3. Измерение массовых долей золы

В предварительно подготовленный тигель отвешивают указанное в табл. 3.13. количество продукта.

Табл. 3.13. Значение масс проб золы

Массовые доли золы, %	Масса навески, г
от 0,04 до 1,0	5 – 6
от 1,0 до 2,0	2 – 3

В процессе обугливания тигля с навеской на электрической плитке не допускается воспламенения, приводящего к потере образца.

После обугливания образца тигель ставится в муфельную печь, нагретую от 450 до 900 °С в зависимости от типа продукта (из табл. 3.14) и озоляют до однородного белого или слегка сероватого цвета золы.

Табл. 3.14. Значения температуры озоления для пищевых продуктов

Продукт	Температура озоления, °С
1. Масло растительное	Не выше 600
2. Концентраты пищевые, сахар-песок, кондитерские изделия	500 – 600
3. Морские водоросли и продукты их переработки	450 – 500
4. Зерно и продукты его переработки	(900 ± 10)
5. Жмыхи и шроты	600 – 700
6. Крупы, мука	600 – 900

7. Проведение вычислений

Массовую долю золы рассчитывают как относительную величину по отношению к сухому X_1 и влажному X_2 анализируемому продукту:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m \cdot (1 - W)}; \quad (3.4)$$

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (3.5)$$

где m – масса навески продукта, г;

m_1 – масса тигля с золой после термического воздействия, г;

m_2 – сумма масс тигля после термического воздействия и золы беззолного фильтра, г;

W – массовая доля воды в испытуемом продукте, доля.

За окончательный результат принимается среднее арифметическое значений в условиях повторяемости, если при этом размах результатов двух измерений при $P=0,95$ не превышает:

$$(X_1 - X_2) \leq CR_{0,95}. \quad (3.6)$$

9.2. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости в двух лабораториях, при выполнении каждой лабораторией более одного результата измерений, проводится с учётом требований [9].

Если критическая разность в превышении не выявлена, то приемлемыми следует считать оба результата измерений, приводимых обеими лабораториями, а в качестве окончательного результата может быть использовано их общее среднее значение.

Если критическая разность преодолена, то выполняются процедуры по [9].

9.3. Контроль процедуры анализа по контрольной МИ

9.3.1. При использовании контрольной процедуры контроля погрешности (КПКП) с применением стандартизованной МИ соблюдаются следующие условия:

- диапазоны действия контролируемой и контрольной МИ соответствуют диапазону измерений контролируемого показателя в рабочих пробах, анализируемых в лаборатории;
- для контрольной (стандартизованной) МИ установлены значения характеристики погрешности результатов анализа при её реализации в лаборатории;
- показатель точности результатов анализа, получаемых по контрольной МИ, формируется за счёт показателя внутрилабораторной прецизионности, который, в свою очередь, не превышает показателя внутрилабораторной прецизионности результатов анализа, получаемых по контролируемой МИ;
- результаты анализа, получаемые по контрольной МИ, отвечают требованиям внутреннего контроля.

9.3.2. При реализации контрольной процедуры получают в одинаковых условиях результаты контрольных измерений (за результат контрольного измерения принимается среднее арифметическое из результатов параллельных определений, предусмотренных НД на МИ, и удовлетворяют требованиям контроля повторяемости) и одной и той же пробы по контролируемой и контрольной (стандартизованной) МИ соответственно.

9.3.3. Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_k = \bar{X} - \bar{X}_k. \quad (3.8)$$

9.3.4. Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{\bar{X}}^2 + \Delta_{\bar{X}_k}^2}, \quad (3.9)$$

где $\pm \Delta_{\bar{x}} (\pm \Delta_{\bar{x}k})$ - характеристика погрешности результатов анализа при реализации контрольной (контролируемой) МИ в лаборатории соответствующая содержанию компонента в пробе.

9.3.5. Результат контрольной процедуры признаётся удовлетворительным, если выполняется условие: $|K_k| \leq K$ или в соответствии с требованиями [9] п.8.

10. Требования безопасности, охраны окружающей среды

10.1. Требования безопасности при работе с электроприборами

Электрическое сопротивление изоляционных силовых цепей питания блоков весов по отношению к корпусу и между собой при нормальных условиях должно быть более 40 МОм.

Электрическая изоляция силовых цепей питания блоков весов по отношению к корпусу и между собой при нормальных условиях должна выдерживать воздействие испытательного переменного напряжения 1500 В при частоте 50 Гц.

При отсутствии блоков питания с встроенным проводом заземления электроприборы должны быть подключены к общему внешнему контуру. При этом электрическое сопротивление соединительных проводов должно быть не более 10 Ом.

10.2. Требования безопасности с химическими реактивами

В процессе анализа пожароопасные и токсические вещества не используются.

Результаты метрологических исследований МИ массовой доли ферропримесей в пищевом сырье и продукции (фрагмент)

Показано, что можно разработать единую МИ массовой доли ферропримесей для целого ряда жирового, зернового, сахарного сырья и продуктов их переработки, основываясь на МИ, сформулированных в соответствующих стандартах.

Установлено, что данная единая МИ применима при номинальных значениях массовой доли ферропримесей от 1 млн^{-1} до 200 млн^{-1} .

Показано, что максимальный вклад в суммарную неопределённость измерения вносит случайная составляющая погрешности, связанная с процедурой выделения ферропримесей. Значимые систематические погрешности отсутствуют. При этом абсолютная погрешность измерения массовой доли ферропримесей не более $2,5 \text{ млн}^{-1}$.

В настоящее время в пищевых отраслях применяют целый ряд МИ массовой доли ферропримесей в пищевом сырье и продуктах (Табл. 3.15).

Задача исследования включает следующие аспекты.

- Верификация систематической погрешности.
- Уточнение требований к условиям измерений или верификация достаточности существующих норм.
- Установлении действительных значений систематической и случайной погрешности унифицированной МИ.

2 Структура измерительного процесса

- Процедуру ведут до визуального прекращения отделения частиц ферропримеси.

- Взвешивание отделённой ферропримеси.

Массовую долю ферропримеси в пробе (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000}{m}, \quad (3.10)$$

где m_1 – масса предметного стекла с примесью, г;

m_2 – масса предметного стекла, г;

m – масса навески, кг.

В соответствии с этим, на неопределённость результата измерений влияют погрешности, показанные в табл. 3.16.

Табл. 3.15. Продукты и стандарты, регламентирующие МП массовой доли ферропримесей

Наименование продукта	Наименование документа	Масса навески для испытания, кг
1. Мука, отрубн	ГОСТ 27668-88	5,000±0,025
2. Жмыхи, шроты, горчичный порошок	ГОСТ 13979.0-68	1,00±0,005
3. Крупы	ГОСТ 26312.1-84	5,000±0,025
4. Сахар	ГОСТ 12569-85	5,000±0,025

Табл. 3.16. Характеристика источников погрешностей измерения

Этап измерений	Источник погрешностей	Род погрешности
1. Отбор и взвешивание пробы	Взвешивание	II
2. Выделение ферропримеси в сепараторе	Полнота сепарации	III
3. Отделение ферропримеси от немагнитных фракций		
4. Взвешивание отделённой ферропримеси	Взвешивание	II
5. Вычисление результатов измерений	Отсутствие	

Как видно из табл. 3.16, в измерительной процедуре большинство источников могут вызывать погрешности, связанные с взвешиванием.

3. Показатели точности измерений

3.1. Время сепарирования

3.1.1. Задача и объекты исследования

Для исследования использовали образцы, приведённые в табл. 3.17. К образцам добавляли для обеспечения однозначных условий порошок карбонильного железа в количестве 100 млн^{-1} . Эксперименты выполняли при следующих условиях: а) температура воздуха ($18 \dots 25$) °С; б) атмосферное давление ($740 \dots 770$) мм рт. ст.; в) относительная влажность воздуха ($65 \dots 80$) %.

Полноту сепарирования оценивали для всего цикла извлечения ферропримеси, выполняя (согласно МИ) двукратную сепарацию.

Для каждого образца выполнено четыре параллельных измерения двумя исполнителями, что обеспечило соблюдение условий повторяемости и воспроизводимости.

3.1.2. Результаты измерений

Результаты показаны в табл. 3.17.

Из этих данных можно сделать ряд выводов.

1. Во всех случаях результаты измерений у обоих исполнителей в пределах погрешности совпадают. Следовательно, данные однородны.

2. При продолжительности сепарирования свыше 3 мин/кг обеспечивается практически неизменная полнота извлечения. При меньших временах сепарирования происходит либо возрастание погрешности, либо значимое снижение полноты извлечения.

Таким образом, для надёжного извлечения ферропримесей следует рекомендовать продолжительность сепарирования не менее 4 мин/кг. В каждом эксперименте выполнено четыре параллельных измерения двумя исполнителями, что обеспечило соблюдение условий повторяемости и воспроизводимости.

Табл. 3.17. Зависимость полноты выделения ферропримеси от продолжительности сепарирования

Наименование продуктов	Массовая доля ферропримеси с добавкой, мгн ⁻¹ *				
	1 мг/кг	2 мг/кг	3 мг/кг	4 мг/кг	5 мг/кг
1. Мука пшеничная	81,0±1,9	94,0±1,4	101,0±1,5	102,0±1,5	101,0±1,6
	81,0±1,9	95,0±1,3	100,0±1,5	100,0±1,5	102,0±1,7
2. Горчичный порошок	88,0±2,4	98,0±1,4	102,0±1,5	103,0±1,5	102,0±1,5
	89,0±2,5	99,0±1,5	103,0±1,6	101,0±1,5	102,0±1,4
3. Крупа манная	98,0±2,6	100,0±1,3	100,0±1,6	103,0±1,5	102,0±1,5
	98,0±2,4	99,0±1,3	103,0±1,6	101,0±1,5	102,0±1,4
4. Крупа гречневая (ядрица)	94,0±2,0	100,0±1,9	101,0±1,6	102,0±1,5	101,0±1,5
	96,0±2,0	100,0±2,0	101,0±1,8	101,0±1,5	102,0±1,6
5. Сахар-песок	89,0±2,7	98,0±2,3	101,0±1,6	102,0±1,3	102,0±1,3
	88,0±2,8	99,0±2,2	103,0±1,7	101,0±1,3	101,0±1,5

* Примечание – в верхней строчке приведены данные оператора 1; в нижней – оператора 2.

3.2. Оценка влияния атмосферных условий

Наиболее гигроскопичен из всех исследуемых продуктов сахар-песок. Следовательно, в этом случае влияние атмосферных факторов будет максимально. Использовали образец сахара с добавлением карбонильного железа 100 млн^{-1} .

Из данных таблицы 3.18 видно, что особо значимым фактором является относительная влажность воздуха. При значении её менее 87 % (Опыты 1-7) получены однородные результаты, идентичные приведённым в табл. 3.20. При больших значениях наблюдается одновременно снижение полноты извлечения и рост погрешности (неопределённости). Значимого влияния атмосферного давления и температуры не установлено.

Таким образом, можно регламентировать требования к условиям испытаний следующими значениями.

а. Температура (определяется правилами эксплуатации измерительных приборов) от $15 \text{ }^{\circ}\text{C}$ до $35 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

б. Атмосферное давление (по фактически проверенному диапазону) – до 780 мм рт. ст.

в. Относительная влажность воздуха – не выше 85 %.

Табл. 3.18. Зависимость полноты выделения ферропримеси от колебаний атмосферных условий

№ опыта	Температура, °С	Атмосферное давление, мм рт. ст.	Относительная влажность воздуха, %	Результат, млн ⁻¹	
				Оператор 1	Оператор 2
1	20	745	65	102,0±1,3	101,0±1,4
2	24	760	70	102,0±1,5	103,0±1,5
3	22	765	75	103,0±1,6	102,0±1,3
4*	28	740	80	101,0±1,6	101,0±1,4
5*	29	770	85	102,0±1,6	103,0±1,6
6*	29	780	87	102,0±1,7	102,0±1,7
7**	28	780	90	98,0±1,9	97,0±2,0
8**	30	780	92	96,0±2,2	95,0±2,2
9**	22	770	90	96,0±2,2	95,0±2,0

* в опытах 4-8 воздух в камере подогревали;

** в опытах 7-9 атмосферу увлажняли, помещая в камеру сосуд с тёплой водой.

3.3 Оценка систематических погрешностей показатели повторяемости (сходимости)

3.3.1. Задача и объекты исследования

В пробы последовательно вводили добавки карбонильного железа; затем подвергали анализу.

Для каждого образца также было выполнено четыре параллельных измерения двумя исполнителями, что обеспечило соблюдение условий повторяемости и сходимости.

Количество исходного материала во всех опытах составило 5 кг.

3.3.2. Результаты измерений.

Из представленных в табл. 3.19 данных видно, что результаты, полученные обоими операторами, в пределах погрешности совпадают.

Более того, во всех случаях выполняется соотношение:

$$X = (1,00 \pm 0,01) (X_0 + X_d), \quad (3.11)$$

где X - найденное в результате измерения значение массовой доли ферропримеси, млн⁻¹;

X_0 – исходное значение доли ферропримеси, млн⁻¹;

X_d – добавка, млн⁻¹.

Данный результат однозначно свидетельствует о том, что значимые систематические погрешности отсутствуют. Результаты приведены в табл. 3.20.

При выполнении измерений применяют процедуру дифференциального взвешивания исследуемого компонента массой 25 г. С учётом плотности ферропримеси порядка 8 г/м³ аэростатическая поправка отсутствует. Отсюда можно найти, что суммарная погрешность взвешивания $\Delta_M \leq 0,15$ мг.

Табл. 3.19. Выявление систематических погрешностей

Добавка карбонильного железа, млн ⁻¹	Наименование продуктов					
	Мука пшеничная	Горчичный порошок	Крупа манная	Крупа гречневая	Сахар-песок	
Исходный продукт	0,90±0,09	2,00±0,11	0,95±0,08	1,02±0,09	1,00±0,07	
10	0,90±0,10	2,00±0,11	0,91±0,09	1,00±0,10	0,95±0,06	
	10,5±0,33	12,5±0,35	10,7±0,30	10,9±0,31	11,1±0,30	
	11,4±0,31	12,5±0,35	10,9±0,28	11,4±0,31	10,8±0,32	
20	21,4±0,48	22,6±0,55	20,5±0,45	21,0±0,55	20,7±0,50	
	20,9±0,45	21,9±0,45	21,1±0,54	20,4±0,45	21,3±0,55	
40	40,9±0,55	42,7±0,60	40,4±0,65	40,4±0,57	41,0±0,55	
	41,5±0,58	41,9±0,65	40,9±0,55	41,3±0,55	40,6±0,50	
80	81,2±0,67	81,6±0,70	80,7±0,65	80,4±0,71	81,0±0,65	
	80,3±0,72	82,4±0,72	81,4±0,69	81,5±0,70	81,0±0,75	
120	121,0±1,0	122,0±0,9	121,0±1,0	121,0±1,1	121,7±0,9	
	120,0±1,0	121,2±0,8	121,0±1,0	121,0±0,9	120,7±0,9	
160	160,0±1,2	162,0±1,1	161,0±1,3	160,0±1,2	162,0±1,2	
	161,0±1,1	163,0±1,2	161,0±1,1	161,0±1,3	161,0±1,1	
200	201,0±1,6	202,0±1,5	202,0±1,5	201,0±1,7	200,0±1,6	
	203,0±1,5	200,0±1,7	201,0±1,6	201,0±1,5	201,0±1,7	

* Примечание: в числителе приведены данные оператора 1; в знаменателе – оператора 2

Табл. 3.20. Погрешность, обусловленная процедурой сепарации

Номинальное значение массовой доли ферропримеси, млн ⁻¹	Погрешность измерений, млн ⁻¹	Номинальное значение массовой доли ферропримеси, млн ⁻¹	Погрешность измерений, млн ⁻¹
1	0,10	80	1,10
5	0,14	100	0,020
10	0,25	120	0,02
25	0,50	160	0,025
40	0,70	200	0,030
60	0,95		

Табл. 3.21. Зависимость погрешности измерения от номинального значения массовой доли ферропримеси

Номинальное значение массовой доли ферромагнитных примесей, млн ⁻¹	Абсолютная погрешность измерения, млн ⁻¹
От 1 до 5	0,2
Свыше 5 до 10	0,5
Свыше 10 до 25	0,8
Свыше 25 до 40	1,1
Свыше 40 до 60	1,5
Свыше 60 до 80	1,8
Свыше 80 до 120	2,1
Свыше 120 до 200	2,5

4. Метрологическое исследование МИ

Представленные в табл. 3.21 результаты, полученные последовательной подстановкой номинальных численных значений массовой доли золы,

показывают, что суммарная погрешность в решающей мере определяется погрешностью сепарирования (выделения определяемого компонента). Относительная погрешность измерений составляет 20 % на нижней и не более 5% на верхней границе диапазона номинальных значений массовой доли ферропримесей.

Выводы

1. Измерение массовой доли ферропримесей в пищевом сырье может быть оформлено унифицированной МИ.

2. МИ применима в диапазоне номинальных значений массовой доли ферропримесей от 1 млн^{-1} до 200 млн^{-1} .

3. Для получения воспроизводимых результатов в процессе измерения необходимо соблюдать ряд условий:

Температура (определяется правилами) – от $15 \text{ }^{\circ}\text{C}$ до $35 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

Атмосферное давление (по фактически проверенному диапазону) – до 780 мм рт.ст.

Относительная влажность воздуха – не выше 85 %.

Вопросы для самоконтроля:

1. Назначение и область применения МИ.
2. Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, реактивам и растворам.
3. Определение систематической составляющей погрешности результатов аналитических измерений.
4. Определение случайной составляющей погрешности результатов аналитических измерений.
5. Контроль процедуры анализа по контрольной МИ.

4. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ АНАЛИТИКИ

4.1. Величины и единицы, характеризующие состав

Для выражения состава применяют три группы величин: общеотраслевые, специфические для определённой технической отрасли и специфические для пищевой и перерабатывающей промышленности. Первые даны в табл. 4.1 и 4.2. Они установлены в Рекомендации ISO 80000-9:2009 [10] и в аутентичном переводе на русский [11].

В табл. 4.1 и 4.2 приводятся фрагменты из названных документов.

Все приведённые в табл. 4.2. единицы между собой сравнительно легко пересчитываются.

Вторую группу можно проиллюстрировать на примере измерения *мутности, основанной на измерительной шкале*.

На рис. 4.1. показана классификация единиц мутности. Для их различия используют соответствующие символы, в том числе и угол поступления освещения на образец.

Примеров третьей группы величин и единиц можно привести несколько. Это связано с тем, что традиционно любая пищевая (и не только) подотрасль в плане организации измерений считает себя «особенной» и вводит свои характеристики и единицы состава.

Хотя существует единая Международная колориметрическая шкала в пищевой промышленности такого единообразия нет, и каждая подотрасль решает эту проблему по-своему.

Так, масложировая промышленность использует йодную шкалу, представляющую собой набор водного раствора (табл. 4.3.), расфасованный в стеклянные пробирки фиксированного диаметра, а также модифицированную шкалу Ловибонда.

Табл. 4.1. Величины и единицы из области физической химии и молекулярной физики

Вел-на	Обозначение	Единица изм. в СИ	
		Назв.	Обозн.
Количество вещества	ν, n	моль	моль
Молярная масса	M, μ	килограмм на моль	кг/моль
Молярная энергия	Нмол	джоуль на моль	Дж/моль
Молярная теплоёмкость	смол	джоуль на моль-кельвин	Дж/(моль К)
Концентрация молекул	c, n	метр в минус третьей степени	m^{-3}
Массовая концентрация	ρ	килограмм на кубический метр	кг/ m^3
Молярная концентрация	$C_{мол}$	моль на кубический метр	моль/ m^3
Подвижность ионов	U, μ	квадратный метр на вольт-секунду	$m^2/(V \cdot c)$

Табл. 4.2. Основные аналитические характеристики состава

Наименование характеристики	Определяющее уравнение	Единицы	Определение
Характеристики концентрации			
Массовая доля <i>i</i> -го компонента	$m_{iB} = M_B/M$	kg/kg	Отношение массы <i>i</i> -го компонента к общему объёму вещества
Объёмная доля <i>i</i> -го компонента	$V_{iB} = V_B/V$	m^3/m^3	Отношение объёма <i>i</i> -го компонента к общему объёму вещества
Концентрационная плотность <i>i</i> -го компонента	$C_P = N_B/V$	l/m^3	Отношение количества вещества <i>i</i> -го компонента к общему объёму вещества
Молярная доля <i>i</i> -го компонента	$N_{iB}(B) = N_B/N$	mol/mol	Отношение количества вещества <i>i</i> -го компонента к общему количеству вещества
Молярно-массовая концентрация <i>i</i> -го компонента	$C_M(B) = N_B/M$	mol/kg	Отношение массы <i>i</i> -го компонента к общему объёму вещества
Массовая концентрация <i>i</i> -го компонента	$C_X(B) = M_B/V$	kg/m^3	Отношение массы <i>i</i> -го компонента к общему объёму вещества
Молярная концентрация <i>i</i> -го компонента	$C(B) = N_B/V$	mol/m^3	Отношение количества вещества <i>i</i> -го компонента к общему объёму вещества системы

Продолжение табл. 4.2.

Характеристики отношения		
Массовое отношение i -го компонента	$m_B = \frac{M_B}{M - M_B}$	kg/kg Отношение массы i -го компонента к массе других компонентов
Объёмное отношение i -го компонента	$V_{XB} = \frac{V_B}{V - V_B}$	m^3/m^3 Отношение объёма i -го компонента к объёму других компонентов
Молярное отношение i -го компонента	$N_B(B) = \frac{N_B}{N - N_B}$	mol/mol Отношение количества вещества i -го компонента к количеству вещества других компонентов
M_B – масса компонента В; M – суммарная масса системы; V_B – парциальный объём компонента В; V – суммарный объём системы; N_B – число молей компонента В; N – суммарное количество вещества в системе; n – число частиц компонента В		

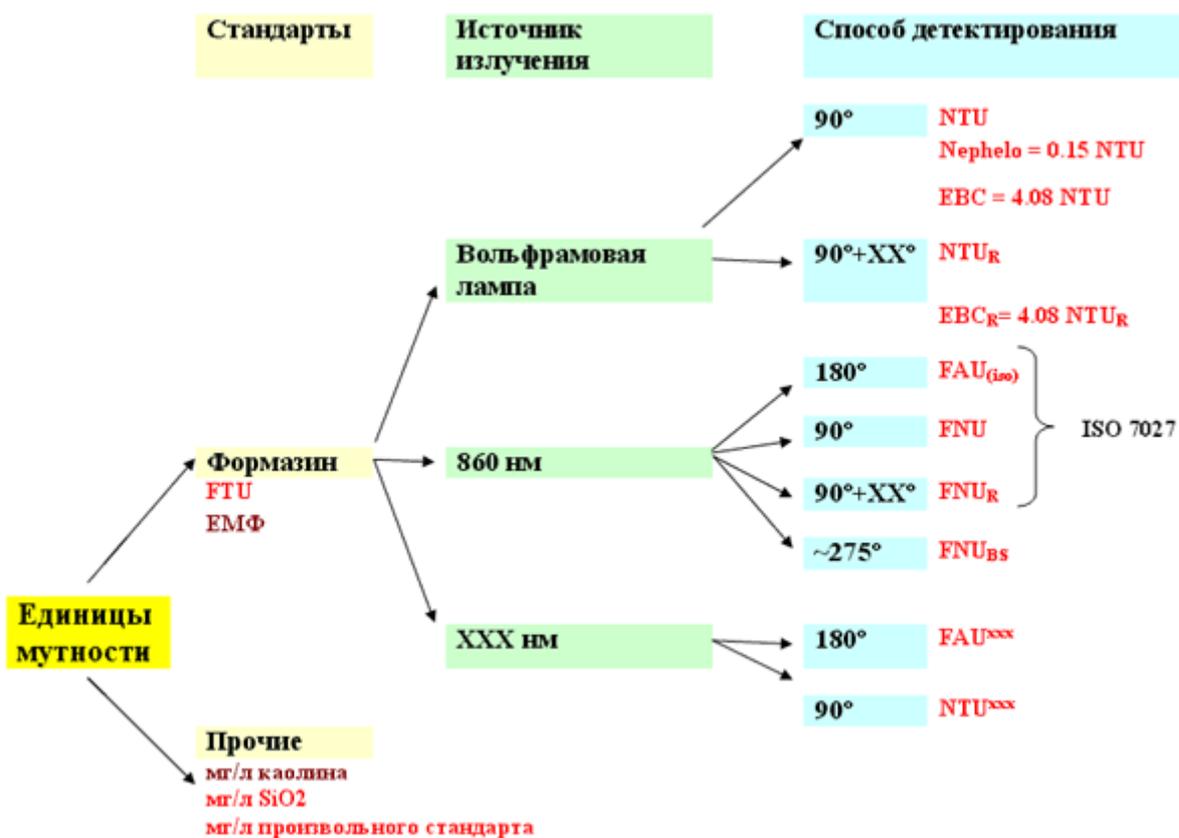


Рис. 4.1. Классификация единиц мутности

Табл. 4.3. Йодная шкала

ЦЧ	100	90	80	70	60	50	40	30	25	20	15	5	1
С _{тв} , г/л	1,0	0,9	0,8	0,7	0,6	0,5	0,4	0,3	0,25	0,20	0,15	0,05	0,01

В ряде производств применяют аналогичную шкалу, но в виде платино-кобальтовой шкалы /Хазена/АРНА. Цветность воды (интенсивность окраски) выражается в градусах по этой шкале. В табл. 4.4. приведена характеристика вод по цветности.

Один градус Хазена шкалы соответствует цвету 1 литра воды, окрашенного добавлением 1 мг соли - хлорплатината кобальта.

Табл. 4.4. Градация вод по цветности

Цветность градус Хазена	От 25 до 50	От 50 до 80	От 80 до 120	Более 120
Очень малая	Малая	Средняя	Высокая	Очень высокая

В 1883 г. была создана система Ловибонда, в которой числа определяют в произвольных единицах толщину трёх слоёв красящих веществ, необходимых для получения данного цвета с помощью субтрактивной комбинации. Если введены все три типа фильтра Ловибонда, это означает, что измеряемый цвет имеет некоторую серую составляющую и самый низкий из трёх оттенков является мерой этой серой составляющей; цветовой оттенок будет в этом случае определяться дополнительными количествами единичных ступеней двух остальных шкал.

Признанный метод определения цвета пива, солодовых напитков, карамельных сиропов, растительных масел и других жидкостей, похожих на перечисленные по цвету – шкала цветности ЕВС. Диапазон: от 2 до 27 единиц:

от цвета светлого сусла и светлого пива (нижний предел) до красного цвета темного сусла, темного пива и карамелей (верхний предел).

Другое свойство пищевых продуктов – кислотность. Для измерения кислотности пищевых продуктов используется всего два метода: потенциометрический метод (приборный, построенный на использовании рН – метров и иономеров) и объёмный метод с использованием индикатора – фенолфталеина. Оба эти метода основаны на титровании исследуемого раствора раствором щелочи до определённого значения водородного показателя рН, который является физической сущностью кислотности.

Также как и для цветности, для кислотности были изучены практически все методы определения для пищевых продуктов (Табл. 4.5.).

С другой стороны, для описания кислотности используется множество единиц, причём зачастую эти единицы по своей сути обозначают одно и то же свойство – содержание свободных жирных кислот в продукте.

Как видно из табл. 4.6, для мутности, также как и для кислотности и цветности, используется множество названий величины и её единиц измерений.

Таким образом, для одного и того же свойства пищевого продукта применяют несколько методик выполнения измерений, единиц измерения, наименований единиц. Это вносит неразбериху в измерительный процесс и противоречит принципам унификации и единства измерений, говорящим о том, что должна быть одна методика, одна единица измерения, одно наименование единицы и т.д. Этот вопрос подробно рассмотрен в [12].

Табл. 4.5. Методы и единицы измерения кислотности

Наименование объекта испытания	Физическая величина	Единица	
		Наименование	Обозначение
Масла эфирные. Масла растительные Жиры животные топленые	Кислотное число	Кислотное число.	мг КОН/г
Консервы молочные сгущенные и продукты молочные сухие	Кислотность	Кислотность	Градус Тернера (см ³ NaOH /г (для сухих продуктов) и см ³ щелочи/см ³ (для разведенных сгущенных продуктов)

Молоко и молочные продукты			Градус Тернера (см ³ щелочи, для нейтрализации 100 см ³ (грамм)) Градус Кеттсторфера (см ³ щелочи, для нейтрализации 5 грамм сливочного масла)	
Изделия кондитерские			см ³ КОН/г.	
Вина и виноматериалы		Массовая концентрация титруемых кислот	г/дм ³	
Наименование объекта испытания	Физическая величина	Единица		
		Наименование	Обозначение	
Пиво		Кислотность	см ³ КОН/см ³	
Напитки безалкогольные, квасы и сиропы.			см ³ КОН/г	
Изделия кулинарные и полуфабрикаты из мяса рубленого.			Градус Тернера (см ³ КОН/г)	
			см ³ NaOH /г	
Хлебобулочные изделия Продукты переработки плодов и овощей			см ³ NaOH /см ³ .	

Табл. 4.6. Методы и единицы измерения мутности

Наименование объекта испытания	Качественный показатель	Определяемый показатель	Метод измерения и единица	
			Метод измерения	единица
Растительные масла	Прозрачность	Отсутствие мути или взвешенных хлопьев	Органолептический	балл

Сахар	Мутность Прозрачность	Механические примеси	Рефрактометрия Органолептический	ед ФЕМ, балл
Пиво	Прозрачность	Механические примеси Отсутствие помутнения	Органолептический	балл
Вино	Прозрачность	Градиентные признаки	Органолептический	балл
Вода питьевая	Мутность	Наличие взвешенных частиц	Фотометрический	Ед ФЕМ
Продукты переработки плодов и овощей	Прозрачность		Турбидиметрический метод	Ед ФЕМ
Наименование объекта испытания	Качественный показатель	Определяемый показатель	Метод измерения и единица	
			Метод измерения	единица
Водка	Прозрачность	Отсутствие помутнения	Органолептический	балл
Продукция безалкогольной промышленности	Прозрачность	Отсутствие помутнения	Органолептический	балл
Изделия ликероводочные	Прозрачность	Отсутствие помутнения	Органолептический	балл

4.2. Методика прецизионного измерения массовой доли воды в газообразных системах сорбционно-гравиметрическим методом

По общему признанию аналитиков, гравиметрический метод измерений потенциально высокоточен. Фактическая же реализация этого качества требует существенных затрат, прежде всего методологического характера. Ниже приведена такая методика на примере сорбционно-гравиметрического метода измерения влажности газов.

Этот метод анализа заключается в разделении анализируемой среды на основные определяемые компоненты (воду и сухой газ) с помощью сорбента, накоплении их в требуемом количестве и измерении этих количеств тем или иным способом. Способ разделения в существенной степени определяет

точность результата анализа. Устройство для отделения и накопления воды будем называть *ячейкой*, а газа – *сосудом*.

В этом методе измерения, при высоких метрологических требованиях к нему, отделение воды возможно только сорбцией и (или) конденсацией. Сорбенты применимы при сравнительно небольших значениях температуры, а следовательно, и влагосодержания.

По-видимому, первым применил гравиметрический метод для анализа влажного газа Гюйтон де Морвей в 1808 г. В последующем метод использовался неоднократно различными исследователями, многие из которых вносили те или иные усовершенствования. Однако почти все они касались, в основном, используемой измерительной аппаратуры и не затрагивали серьезно теоретических основ. Так, не ставился вопрос об оптимизации конструктивного исполнения узлов, в которых собираются и взвешиваются вода и газ, являющиеся основными объектами, определяющими точность результата измерения, не обосновывался выбор способов и средств разделения анализируемой смеси.

Основными измеряемыми величинами являются массы воды.

$$C_{mm} = m_{вл} \frac{m_{вл}}{m} = \frac{m_{вл}}{(m_{вл} + m_c)} \quad (4.1)$$

Так как значения $m_{вл}$ и m_c определяют по изменению значений массы ячеек и сосудов, уравнение (4.1) справедливо в предположении селективного и полного разделения анализируемой смеси, т. е. когда в ячейке поглощается только вода (без сухого газа), а в сосуд попадает только сухой газ (без воды). Реальные отклонения от этого допущения можно учесть следующим образом.

Примем, что в $m_{вл}$, помимо самой воды $m_{вл}^c$, имеется некоторая масса сухого газа $m_{вл}^c$, а в m_c – сам сухой газ m_c^c и вода $m_c^{вл}$ т.е.

$$m_{вл} = m_{вл}^c + m_{вл}^c \text{ и } m_c = m_c^c + m_c^{вл} \quad (4.2)$$

В конечном счёте требуется измерить массовую долю чистой воды в смеси:

$$C_{mm} = \frac{(m_{вл}^u + m_{вл}^c)}{(m_c + m_{вл})} \quad (4.3)$$

Подставляя в (4.3) $m_{вл}^c = m_{вл} - m_{вл}^c$, из (4.2) получим

$$C_{mm} = C_{mm}^и - C_{mm}^{сел} + C_{mm}^{ост}, \quad (4.4)$$

где $C_{mm}^и = \frac{m_{вл}}{(m_c + m_{вл})}$; $C_{mm}^{сел} = \frac{m_{вл}^c}{(m_c + m_{вл})}$; $C_{mm}^{ост} = \frac{m_c^c}{(m_c + m_{вл})}$.

Первый член правой части уравнения (4.4) характеризует измеренное значение массовой доли воды во влажном газе, второй - селективность сорбента, т. е. его способность избирательно поглощать воду из анализируемой среды, а третий член - полноту отделения воды от сухого газа.

Таким образом, исходя из уравнения (4.4), получаем, что задача измерения влагосодержания гравиметрическим методом требует нахождения измеренного значения влагосодержания, полноты и селективности отделения влаги, содержания примесей в сухом газе.

Измеренное значение влагосодержания определяется взвешиванием ячейки и сосуда после накопления в них достаточного количества каждого компонента. При этом взвешиваются полые тела и определяются сравнительно небольшие их изменения на фоне относительно больших значений массы. Хотя теория точного взвешивания известна давно и проработана достаточно полно и глубоко, однако всё созданное относится, в основном, к взвешиванию тел, имеющих плотность, соизмеримую с плотностью гирь. При аналитических взвешиваниях существенно обостряется влияние многих факторов, имеющих малое значение при работе с монолитными телами: сорбционные эффекты на поверхности тел, запыления, аэроэлектростатическая сила, появление электростатического заряда, климатические и вибрационные условия взвешивания и многие другие. При этом следует иметь в виду, что аналитические измерения связаны с накоплением необходимого количества анализируемого вещества, а потому, как правило, начальное и конечное взвешивания производятся через сравнительно большой интервал времени.

Теория же и практика взвешивания больших объёмных тел малой массы, каковыми являются сосуды вообще, разработана весьма слабо, несмотря на наличие классической работы Менделеева по исследованию закона Бойля - Мариотта, заложившей основы таких измерений. Всё это делает существующие методы точного взвешивания в чистом виде непригодными для аналитических измерений. Большинство исследователей, использующих гравиметрический метод анализа, пытаются применять существующие методы точного взвешивания, вводя формально некоторые поправки на влияющие факторы. Такой путь представляется неприемлемым при точных измерениях, поскольку создаёт возможность неполной оценки источников систематической погрешности.

Сорбционно-гравиметрический метод измерения широко применяется в научно-исследовательских лабораториях для анализа содержания различных компонентов (вода, аммиак, сероводород, CO , CO_2 и мн. другие) в разнообразных газообразных системах. Это связано с его очевидными преимуществами. Во-первых, абсолютность – метод не требует градуировки, а потому часто применяется в качестве исходного. Во-вторых, относительная простота и дешевизна реализации – измерительное устройство, состоящее из двух основных узлов: блок отделения, накопления и измерения массы анализируемого компонента – сорбтива (назовем его сорбционной ячейкой) и блок аккумуляции и измерения массы анализируемой пробы) разрабатывает и изготавливает сам исследователь, исходя из собственных предпочтений; в-третьих, потенциальная высокая точность результата измерения массы обоих компонентов квазибинарной анализируемой системы. Однако только при надлежащем метрологическом обосновании всех элементов измерительной системы, включая измерительную ячейку, метод и основанную на нём методику измерения, можно получить результаты измерения с требуемой высокой точностью. Ниже изложены принципы конструирования

прецизионной сорбционной измерительной ячейки и сосуда и соответствующей методики измерения массы сорбтива и газа на примере влажного газа. В данном случае термин «прецизионный» использован как обладающий высокой точностью или созданный с соблюдением высокой точности параметров; высокоточный. Эта работа выполнена на примере гигрометрии, однако, по мнению ряда исследователей-аналитиков, её результаты могут быть адаптированы к анализу различных анализируемых газообразных систем.

Конструкция ячейки

Для повышения точности измерения массовой доли анализируемого компонента вектор решений по конструкции ячейки и сосуда должен быть ориентирован на максимум отношения значений массы накопленного сорбтива m_b и газа m_r к значению массы брутто m ячейки или сосуда (назовём его коэффициентом заполнения K_z), при обеспечении удобства и надежности в работе. Это достигается уменьшением массы тары накопителя и повышением влагоемкости сорбента. В большинстве случаев применяемые сорбционные ячейки, в том числе выпускаемые серийно, не ориентированы в этом направлении. Чаще всего не только они, но и изготавливаемые индивидуально выполнены из стекла или какого-либо пластика. На такой поверхности образуется электростатический заряд, значительно влияющий на точность взвешивания. Учесть влияние этого фактора введением поправки не представляется возможным, так как её значение не может быть постоянным и зависит от многих факторов. Количественно это влияние может быть от нуля до нескольких миллиграммов, причём с переменным знаком. В связи с этим для изготовления ячеек предлагается использовать металл, что имеет ряд положительных свойств: повышается прочность, устраняется электростатический заряд, существенно повышается K_z , надежность и герметичность соединения ячеек между собой и с системой, упрощается конструкция обоих накопителей.

На рис. 4.2. показаны некоторые из известных или авторских вариантов ячеек, применяющихся при гравиметрическом методе анализа. Вариант *а* имеет несколько негативных свойств: малое значение $K_z \approx 0,001$, хрупкость, сложность наполнения сорбентом, существенное влияние электростатического заряда и др. Вариант *б* отличается от первого большей компактностью и более высоким значением $K_z \approx 0,002$, а также несколько большей прочностью. В остальном первые две конструкции равноценны. Ячейка варианта *в* ($K_z \approx 0,0025$) выгодно отличается от первых двух наружным расположением шлифа корпуса, что предупреждает его загрязнение сорбентом при заполнении, а также наличием фильтра из пористого стекла для предупреждения выноса мелкой фракции. Ячейка *г* разработана одним из авторов (А.П. Пацовским) в процессе отработки её конструкции. Применение коварового соединительного штуцера позволило повысить прочность ячейки

разгрузив корпус ячейки при соединении её с системой и выполнить его тонкостенным, что повысило K_3 до 0,0045.

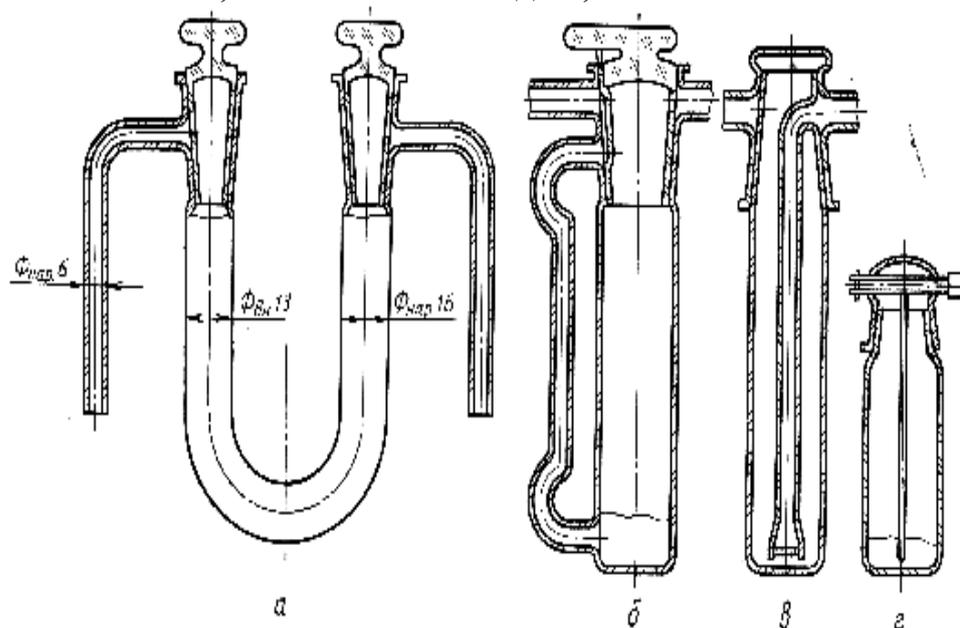


Рис. 4.2. Варианты сорбционных ячеек

У ячейки нет запорных кранов, а на время взвешивания отверстия закрывают заглушками. Наличие местных сужений каналов позволяет держать ячейку с открытыми штуцерами около минуты без заметного проникновения воды извне диффузией. Общий недостаток всех четырёх конструкций ячеек - изготовление их из стекла, на поверхности которого возникает электростатический заряд. Учесть влияние этого фактора введением поправки не представляется возможным, так как её значение не может быть постоянным и зависит от многих факторов. Количественно это влияние может быть от нуля до нескольких миллиграммов, причём с переменным знаком. Известны попытки снять заряд заземлением, протиранием или другими путями, которые, однако, не дают надежного результата. Некоторый положительный эффект в этом плане даёт экранизация частей весов от ячейки, но при этом затрудняет процесс взвешивания, что приводит в конечном счёте к потере точности. Применение же ионизаторов окружающего воздуха может привести к усилению электростатического эффекта вследствие сложности, а порой и невозможности контроля качества проводимой операции. Изготовление ячейки из металла ряд положительных результатов: устраняется заряд, существенно повышается K_3 , значительно упрощается конструкция ячейки, повышается надёжность и герметичность соединения ячеек между собой и с системой.

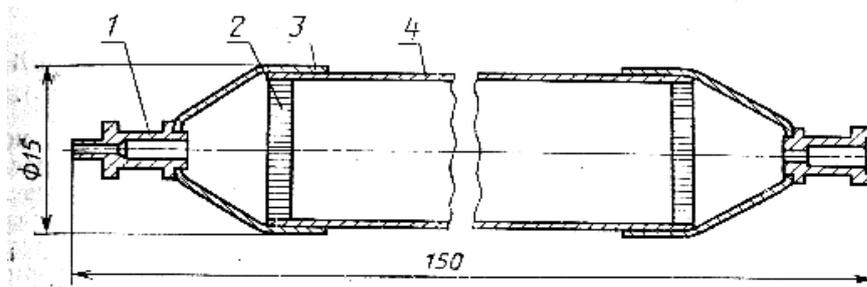


Рис. 4.3. Сорбционная измерительная ячейка
1 – штуцера, 2 – стеклянный фильтр, 3 – крышка, 4 – корпус

Принятый вариант конструкции сорбционной ячейки показан на рис. 4.3. Значение массы брутто 20 г подогнано под предельную нагрузку весов 2 класса точности. Из них около 10 г – масса сорбента, что позволяет накапливать до 2 г воды ($K_3 > 0,01$). С ячейкой легко работать. Материал полированная стандартная трубка 14x0,3 из нержавеющей стали X18H10T. Крышки имеют ответные штуцера, которыми можно соединять ячейки между собой и с системой специальными струбцинками через прокладки из фторкаучука. Крышки с корпусом соединяют холодной пайкой сплавом Вуда. Его температура плавления 68,5 °С позволяет для пайки использовать теплый воздух. Фильтры из пористого стекла № 3 в обеих крышках предупреждают вынос мелкой фракции сорбента и являются дополнительными диффузионными сопротивлениями для проникновения из окружающей среды сорбируемых веществ.

Выбор сорбента

Основные требования к сорбенту: высокие динамическая и статическая активность, полнота и селективность сорбции и высокая насыпная плотность, механическая прочность, малое изменение аэродинамического сопротивления слоя сорбента при поглощении сорбтива и возможность регенерации в лабораторных условиях.

Как известно, для разделения газовых смесей применяют абсорбенты и адсорбенты. При одинаковых условиях движущая сила процесса поглощения существенно выше при адсорбции, особенно при малых значениях концентрации или глубокой осушке. Это значит, что при абсорбции достижение низкого значения проскоковой концентрации сорбтива требует существенного увеличения размеров абсорбера – ячейки, что неприемлемо при гравиметрическом методе анализа. В случае адсорбции эта цель может быть достигнута при сравнительно небольших размерах ячейки. В данном случае адсорбент выбран из группы химически активных веществ, поскольку поверхностноактивные вещества (физическая сорбция) имеют относительно низкую статическую активность и малую скорость массопереноса, а капиллярнопористые (капиллярная сорбция) не обладают нужной селективностью, т. е. вместе с сорбтивом – в данном случае водой – они могут поглощать и другие компоненты анализируемой системы, активный радиус

молекул которых соизмерим с диаметром отверстия пор (например, кислород, азот). Из химических сорбентов всем этим требованиям для воды в наибольшей степени отвечает безводный перхлорат магния или ангидрон $Mg(ClO_4)_2$.

В результате получаем, что для проведения одного эксперимента в ячейке диаметром 14 мм высота слоя должна быть не менее 20 мм. Такая ячейка может быть взвешена на весах второго класса точности с предельной нагрузкой 20 г, применительно к которой высоту слоя можно увеличить до 90 мм, что позволит на одном заполнении проводить (5 – 6) опытов.

Конструкция измерительного сосуда

Показанная на рис. 4.4. конструкция сосуда разработана с ориентацией на уменьшение погрешности результата измерений за счёт максимализации значения K_z . Выбрана сферическая форма сосудов, благоприятная с разных точек зрения: технологичность при изготовлении; уменьшение удельной поверхности; увеличение максимального значения коэффициента заполнения; минимизация толщины стенок.

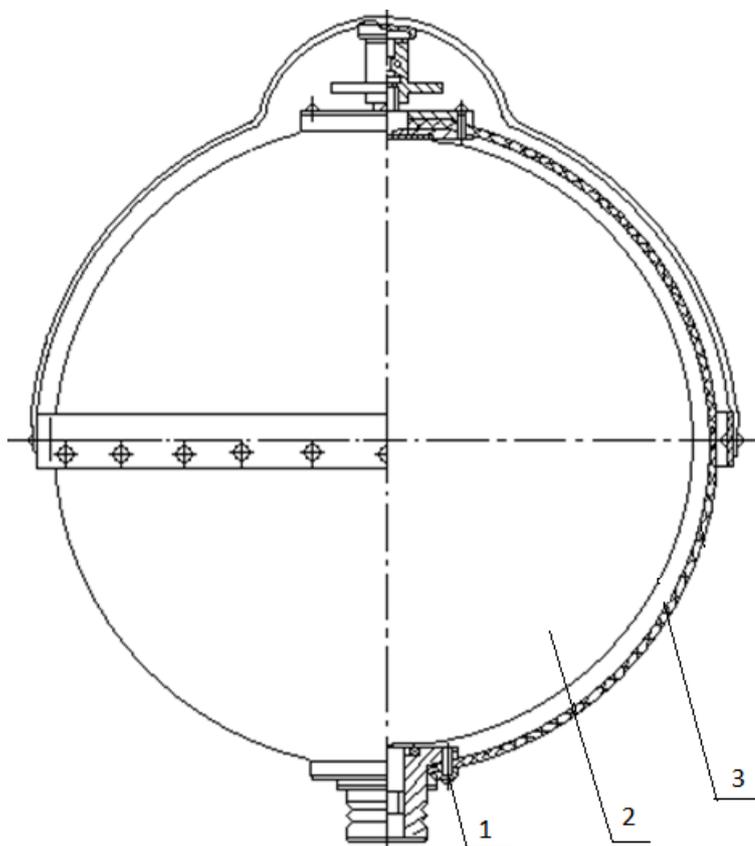


Рис. 4.4. Конструкция измерительного сосуда:
1 – запорное устройство; 2 – сосуд; 3 – чехол

Сосуд выполнен накаткой из листового алюминия толщиной 1 мм и имеет полированные наружную и внутреннюю поверхности. Вместимость такого сосуда около 14 л, рассчитан он на внутреннее давление более $2 \cdot 10^5$ Па. При этом в нем может находиться до 30 г газа. Масса сосуда около 950 г, что позволяет взвешивать его на лабораторных весах с предельной нагрузкой 1 кг.

Запорное малогабаритное устройство сосуда (подобно хроматографическим) имеет в основе пробку из фторкаучука. Полость сосуда соединена с системами вакуумирования и заполнения при помощи шприцевой иглы, у которой торцевое отверстие перенесено на боковую поверхность с целью уменьшения износа пробки при прокалывании. Края отверстия на игле немного завалены внутрь для предупреждения срезания пробки и забивания канала иглы.

Всё время, кроме момента взвешивания, сосуд находится в разборном чехле из оргстекла для предохранения его поверхности от запыления, загрязнения руками и уменьшения влияния сорбционных процессов.

Размеры сосуда рассчитаны исходя из того, что масса сосуда $m_c \approx 1$ кг должна равняться предельной нагрузке весов $m_{вес}$.

Коэффициент вместимости K_6 при небольших значениях внутреннего давления зависит только от диаметра и материала сосуда, поскольку в этом случае толщина стенки определяется не прочностными, а технологическими требованиями. Например, для алюминия K_6 в 2,5 раза больше, чем для стали.

Методика измерения

Как известно, измерение массы является основным видом измерения в аналитике. Однако во многих случаях к этому методу измерения относятся весьма упрощенно, хотя его исполнения может в значительной мере влиять на точность получаемого результата. Измерение массы производят двумя методами: прямой (сравнение массы объекта измерения с массой гирь) и косвенный или дифференцированный (сравнение с массой гирь изменения массы объекта измерений). На их основе разработано несколько методик измерения: Менделеева, Гаусса, Барда и др. Однако все они не в полной мере эффективны в аналитике, отличающейся, в данном аспекте, во-первых, существенной разностью значений плотности фактического объекта измерения (в данном случае воды и сорбционной ячейки) и гирь и значительную длительность процесса накопления сорбтива. Вследствие этого при претензии на прецизионность измерения необходимо принимать во внимание такие влияющие факторы, как аэростатическая сила, нестабильность весов и массы брутто ячейки (запыление и сорбционные эффекты на поверхности). С учётом всех этих факторов разработана оригинальная методика измерения массы в указанных условиях. Она направлена на максимальную компенсацию возможных влияющих факторов и отличается следующим. В «обычных» методиках измерения участвуют два предмета: измеряемый объект и гири, в известных методах точного взвешивания – три: измеряемый и тарный объекты и гири. В данной методике применяется четыре предмета: измеряемый, тарный и вспомогательный объекты и гири. Эти объекты максимально идентичны, но рабочим является только первый. Это одинаково применимо и к рычажным весам с накладными гирями и электронным, поскольку последние всё равно градуируют накладными гирями.

Сущность методики измерения видна из её математического описания.

В случае равноплечих весов уравнение равновесия:

- до сорбции воды:

$$m_{я1} - V_{я1}\rho_1 + m_{с1} + m_{в1} + m_{г1} - V_{г1}\rho_1 = m_{т1} - V_{т1}\rho_1, \quad (4.5)$$

- после сорбции воды (в предположении изменения всех компонентов объекта измерения):

$$m_{я2} - V_{я2}\rho_2 + m_{с2} + m_{в2} + m_{г2} - V_{г2}\rho_2 + m_{вл} = m_{т2} - V_{т2}\rho_2, \quad (4.6)$$

где m – масса;

V – объём;

ρ – плотность окружающего воздуха;

индексы: я – собственно ячейки, с – сорбента, в – газа в ячейке, вл – сорбированной воды, г – гирь, т – тара, 1,2 – начальное и конечное взвешивания.

Вычитая (4.5) из (4.6) получим после некоторых преобразований:

$$(m_{я2} - m_{я1}) - (m_{т2} - m_{т1}) + (V_{я1}\rho_1 - V_{т1}\rho_1) - (V_{я2}\rho_2 + V_{т2}\rho_2) + (m_{с2} - m_{с1}) + (m_{в2} - m_{в1}) + (m_{г2} - m_{г1}) - (V_{г2}\rho_2 - V_{г1}\rho_1) = m_{вл} \quad (4.7)$$

В уравнении (4.7) можно считать $(m_{я2} - m_{т2}) = (m_{я1} - m_{т1})$, тогда:

$$m_{вл} = (m_{г2} - m_{г1}) + (m_{с2} - m_{с1}) + (m_{в2} - m_{в1}) + (V_{я1} - V_{т1})\rho_1 + (V_{я2} - V_{т2})\rho_2 + (V_{г1}\rho_1 - V_{г2}\rho_2). \quad (4.8)$$

Так как $(V_{т2} - V_{я2}) = (V_{т1} - V_{я1})$, то $(V_{я1} - V_{т1})\rho_1 + (V_{я2} - V_{т2})\rho_2 = (V_{т1} - V_{я1})(\rho_2 - \rho_1)$, откуда

$$m_{вл} = (m_{г2} - m_{г1}) + (m_{с2} - m_{с1}) + (m_{в2} - m_{в1}) + (V_{т1} - V_{я1})(\rho_2 - \rho_1) + (V_{г1}\rho_1 - V_{г2}\rho_2). \quad (4.9)$$

На безрычажных весах:

- а) до процесса сорбции воды прямо измеряют

- значение массы ячейки:

$$m_{я1} - V_{я1}\rho_1 + m_{с1} + m_{в1} = m_{г1}^я - V_{г1}^я\rho_1. \quad (4.10)$$

- значение массы тары:

$$m_{т1} - V_{т1}\rho_1 = m_{г1}^т - V_{г1}^т\rho_1 \quad (4.11)$$

Вычитая (4.11) из (4.10) получим:

$$\begin{aligned} m_{я1} - V_{я1}\rho_1 + m_{с1} + m_{в1} - m_{т1} + V_{т1}\rho_1 \\ = m_{г1}^я - V_{г1}^я\rho_1 - m_{г1}^т + V_{г1}^т\rho_1 \end{aligned} \quad (4.12)$$

где $m_{г1}^я, m_{г1}^т$ – показания весов при взвешивании ячейки и тары соответственно;

$V_{г1}^я, V_{г1}^т$ – объём гирь при взвешивании ячейки и тары соответственно

- б) после процесса сорбции воды прямо измеряют:

- значение массы ячейки:

$$m_{я2} - V_{я2}\rho_2 + m_{с2} + m_{в2} + m_{вл} = m_{г2}^я - V_{г2}^я\rho_2 \quad (4.13)$$

- значение массы тары:

$$m_{т2} - V_{т2}\rho_2 = m_{г2}^т - V_{г2}^т\rho_2 \quad (4.14)$$

Вычитая (4.14) из (4.13):

$$\begin{aligned} m_{я2} - V_{я2}\rho_2 + m_{с2} + m_{в2} + m_{вл} - m_{т2} + V_{т2}\rho_2 = m_{г2}^я - \\ V_{г2}^я\rho_2 - m_{г2}^т + V_{г2}^т\rho_2 \end{aligned} \quad (4.15)$$

Далее, вычитая (4.12) из (4.15):

$$(m_{я2} - m_{я1}) + (V_{я1}\rho_1 - V_{я2}\rho_2) + (m_{c2} - m_{c1}) + (m_{в2} - m_{в1}) + m_{вл} + (m_{т1} - m_{т2}) + (V_{т2}\rho_2 - V_{т1}\rho_1) - (m_{г1}^T - m_{г2}^T) = (m_{г2}^Я - m_{г1}^Я) + V_{г1}^Я\rho_1 - V_{г1}^T\rho_1 + V_{г2}^T\rho_2 - V_{г2}^Я\rho_2$$

или после преобразований, учитывая, что $(m_{я2} - m_{я1}) = (m_{т2} - m_{т1})$ и $V_{я1}\rho_1 - V_{т1}\rho_1 = V_{я2}\rho_2 - V_{т2}\rho_2 = (V_Я - V_Т)(\rho_1 - \rho_2)$, получаем:

$$m_{вл} = [(m_{г2}^Я - m_{г1}^Я) - (m_{г2}^T - m_{г1}^T)] - (m_{c2} - m_{c1}) - (m_{в2} - m_{в1}) + [(V_{г1}^Я - V_{г1}^T)\rho_1 + (V_{г2}^T - V_{г2}^Я)\rho_2 + (V_Я - V_Т)(\rho_1 - \rho_2)], \quad (4.16)$$

Из уравнений (4.10) и (4.16) получаем общее расчётное уравнение:

$$m_{гв}^{c,к} = (m_{г2} - m_{г1}) + \sum_{i=1}^7 m_i^{c,к}, \quad (4.17)$$

где $(m_{г2} - m_{г1})$ – разность значений массы гирь, снятых при конечном и начальном уравновешивании ячейки для равноплечих весов и $(m_{г2}^Я - m_{г1}^Я) - (m_{г2}^T - m_{г1}^T)$ – для безрычажных, электронных весов;

$m_1^{c,к}$ – поправка на отклонение номинальных значений массы гирь от действительных;

$m_2^{c,к} = (V_{я2} - V_{т2} + V_{г2} - V_{г2}')\rho_{в2} - (V_{я1} - V_{т1} + V_{г1} - V_{г1}')\rho_{в1}$ – поправка на влияние аэростатической силы;

$m_3^{c,к} = (m_{в1}^* - m_{в2}^*)$ – поправка на изменение массы воздуха в ячейке;

$m_4^{c,к} = m_{гв}^*$ – поправка на проникновение воды в ячейку через неплотности;

$m_5^{c,к} = (m_{c1} - m_{c2})$ – поправка на вынос сорбента из ячейки;

$x = 0,819 \text{ см}^3/\text{г}$ – коэффициент, учитывающий удельное изменение объёма сорбента при поглощении воды.

В (4.17) первая составляющая не требует пояснений. Значения наружных объёмов ячеек для второй составляющей можно найти гидростатическим методом, а плотность воздуха принята стандартной $\rho_в = 1,3 \text{ мг}/\text{м}^3$. Значение m_3^c зависит от изменения плотности сорбента при поглощении им воды. При этом происходит изменение объёма, а следовательно, и массы содержащегося в ячейке воздуха, между начальным и конечным взвешиваниями.

Объём вещества сорбента выразим через его массу m_c , насыпную плотность ρ_c и пористость слоя ε .

$$V_{гв}^* = V_{гв}^* - \frac{\varepsilon \cdot m_c}{\rho_c}. \quad (4.18)$$

Значения пористости слоя и насыпной плотности могут быть приняты постоянными характеристиками для данного сорбента определённого фракционного состава и постоянной плотности упаковки зерен и определены экспериментально на стадии предварительного исследования. Значение массы сорбента в уравнении (4.18) является характеристикой каждого заполнения ячейки, но определяется «автоматически» при каждом начальном её взвешивании как разность значений массы заполненной и пустой ячейки: $m_c = m_{гв} - m_{гв}^0$. Для кускового сорбента пористость слоя можно найти с

помощью какой-либо жидкости, не взаимодействующей с сорбентом, например, бензина. При этом для расчёта применимо уравнение $\varepsilon = V_{ж}/V_{пр}$, где $V_{пр}$ – объём пространства, занимаемого слоем сорбента; $V_{ж}$ – объём жидкости, вытесненной сорбентом.

Насыпную плотность сорбента найдем как отношение массы сорбента к объёму занимаемого им пространства $\rho_c = m_c/V_{пр}$.

Внутренний объём пустой ячейки можно найти по массе воды, заполняющей ячейку:

$$V_{я}^* = \frac{\left[m_{г} \left(1 - \frac{\rho_{г}}{\rho_{г}} \right) - m_{я}^0 \right]}{\rho_{вод} - \rho_{г}} \quad (4.19)$$

где $m_{я}^0$ – среднее арифметическое значение массы ячейки по данным нескольких измерений;

$m_{г}$ – значение массы гирь, уравнивающих ячейку с водой.

Таким образом, получено следующее уравнение для расчёта поправки на изменение массы воздуха в сорбционной ячейке:

$$m_4^c = m_{c2} - m_{c1} = \left[V_{ся}^* - \frac{(m_{ся}^0 - m_{ся}^*)}{\rho_c} \right] (\rho_{в1}^* - \rho_{в2}^*) + \chi m_{вл}^c \rho_{в12}^*, \quad (4.20)$$

где $m_{ся}^0$ и $m_{ся}^*$ – величины, значения которых постоянны для каждой ячейки.

Значения ε и ρ_c могут быть приняты за постоянные характеристики для данного сорбента при условии приемлемой воспроизводимости плотности упаковки. Значения же $m_{ся}$ и $m_{вл}$ следует определять при каждом эксперименте.

Плотность воздуха в сорбционной ячейке с сорбентом можно принять стандартной, считая значение парциального давления водяного пара равным нулю, а значения температуры и давления воздуха в ячейке равными окружающему, поскольку процессы в ячейке идут медленно и времени на термодинамическое выравнивание достаточно.

Значение $m_5^{c,k}$ определяется возможными неплотностями ячейки. При этом источниками негерметичности могут быть: недостаточно плотно запаянные крышки ячеек; открытые во время установки в систему и снятия из неё ячеек штуцеры; места соединения ячеек между собой и с системой; недостаточно плотно закрытые заглушками штуцеры. Все эти составляющие не поддаются расчёту и определяются экспериментально.

Значение $m_6^{c,k}$ характеризуется пылеуносом сорбента, скоростью потока и плотностью фильтра и может быть определено только экспериментально.

Значение $m_7^{c,k}$ в предельном случае определяется изменениями массы ячейки из-за загрязнения руками; запыления; загрязнения прокладками уплотнения; сорбции-десорбции влаги на наружной поверхности. Значимость этих факторов была определена экспериментально.

Массу сухого газа находят прямым взвешиванием сосуда.

При взвешивании большеобъёмных тел существенное влияние на точность измерения оказывают внешние условия: вибрация, движение воздуха

и изменение температуры воздуха. Поэтому для взвешивания сосудов использовали инертный термостат и виброгашение. Длину подвески сосудов к весам выполняли минимально возможной.

Во всех случаях в качестве тары при взвешивании применяли тела, аналогичные рабочим (ячейки, сосуды). Это позволило снизить влияние не только аэростатической силы, но и сорбционных эффектов и запыления.

Придание сосудам сферической формы значительно упростило технологию их изготовления, а также уменьшило их поверхность. Это способствовало и повышению прочности сосудов.

Для устранения влияния загрязнения руками использовали оптическую замшу и деревянные пинцеты, а для сосудов были созданы индивидуальные чехлы из органического стекла. В этих чехлах сосуды должны находиться всё время, исключая момент взвешивания. Это предохраняет их от загрязнения, запыления, уменьшает влияние сорбционных эффектов, облегчает работу с ними.

Загрязнение прокладкой уплотняющего элемента зависит как от материала прокладки, так и способа соединения уплотняемых поверхностей. Так, было установлено, что даже резина весьма сильно загрязняет поверхность только в том случае, когда при уплотнении она скользит по уплотняемой поверхности. При чистом сжатии даже сырая резина пачкает уплотняемую поверхность значительно меньше. Поэтому для ячеек создано соединение в виде фланцев, сжимаемых с помощью струбцин, а в качестве прокладки применен фторкаучук, обладающий «чистотой» фторопласта и эластичностью резины. Для уменьшения истирания пробки запорного элемента сосуда при прокалывании его иглой, пробка выполнена из фторкаучука, который хорошо затягивает проколы, а отверстие шприцевой иглы перенесено с торца на боковую поверхность, что устранило срезание пробки и забивание канала иглы. Кроме того, края отверстия на игле немного завальцованы внутрь.

Выполнение ячейки из металла устранило полностью накопление электростатического заряда на поверхности, а также существенно повысило надежность ячейки, герметичность соединений и позволило устранить паразитные поверхности, которые имеют место при стеклянных ячейках. Коэффициент же использования ячейки (орошение массы сорбента в ячейке к её общей массе, т. е. своего рода КПД ячейки) у металлической ячейки получился выше (более 0,5), чем у стеклянной за счёт уменьшения толщины стенок, а следовательно и массы ячейки. Для предупреждения выноса сорбента во всех ячейках применены фильтры из пористого стекла, устанавливаемые па входе и выходе, ячеек. Эти фильтры вместе с местными сужениями в соединительных штуцерах ячеек позволили существенно снизить скорость диффузии влаги в ячейку при её открытом состоянии, что позволило держать ячейки открытыми более минуты без заметного привеса влаги. Это время более чем достаточно для манипуляции с ячейками.

Между взвешиваниями ячейка должна быть помещена в специальный пенал, вынимая их только на время процесса взвешивания.

Таким образом, получаем, что для проведения одного эксперимента в ячейке диаметром 14 мм высота слоя должна быть не менее 20 мм. Такая ячейка может быть взвешена на весах ВЛР-20г-II, применительно к которым длину ячейки можно увеличить до 90 мм, что позволит на одном заполнении проводить (5 – 6) опытов.

Анализ ряда отечественных прецизионных весов типа ВЛР с предельной нагрузкой от 0,2 кг до 20 кг показывает, что их значения относительной погрешности взвешивания (отношение абсолютной погрешности к предельной нагрузке) примерно одинаковые (за исключением весов ВЛР-200г-II), а потому выбор весов в данном случае диктуется только необходимой массой сосуда.

Масса, наряду с объёмом, является важнейшей физической величиной в аналитических измерениях, прежде всего потому, что она составляет основу всех характеристик состава материалов и веществ. Известны методы точного взвешивания Барда, Гаусса, Менделеева. Но они при прецизионных измерениях веществ и материалов с низкой плотностью не учитывают многих источников погрешности, что при решении определённых научно-исследовательских задач (измерение плотности газообразных веществ, синтез газовых смесей заданного состава, анализ состава газообразных систем и других) не обеспечивает требуемую точность (неопределённость) результата измерений.

Ниже описана методология измерения массы газообразных веществ, учитывающая различные источники погрешности.

Проблема измерения массы веществ, имеющих плотность с малыми значениями, в том, что для получения результата измерений с достаточной точностью необходимо иметь образец сравнительно большого объёма. В таком случае при его уравнивании на весах возникает аэростатическая сила со значимой флюктуацией из-за естественных для лаборатории колебаний температуры и, следовательно, плотности окружающего воздуха. Это делает неприемлемыми обычные методы точного взвешивания.

Решение обозначенной задачи предполагает разработку метода измерений; выбор весов; разработку конструкции измерительного сосуда; оценку погрешности (неопределённости) результата измерений.

Метод измерений. Сущность метода состоит в использовании трёх, достаточно близких по объёму сосудов, которые названы *рабочим* (с взвешиваемым образцом), *тарным* и *вспомогательным* (для компенсации нестабильности показаний весов и влияния внешних условий). Измерительная процедура выполняется при помощи равноплечих весов и состоит из четырёх этапов.

1. На левое плечо весов устанавливают (подвешивают) рабочий (измерительный) пустой (вакуумированный) сосуд и набор гирь с массой, близкой к ожидаемому значению массы газа; на правое – вспомогательный сосуд и уравнивающую монолитную тару (далее – тара).

2. Рабочий сосуд заменяют тарным, гири – необходимой для установления равновесия тарой. При этом нагрузку на правом плече не меняют.

Считая, что за время между этими операциями не происходит существенного изменения плотности окружающего воздуха и каких-либо иных изменений, запишем уравнение равновесия для пустого сосуда:

$$m_{p1} + (m_{r1} \pm m'_{r1}) - (V_{p1} - V_{r1})\rho_{в1} = m_{t1} - V_{t1}\rho_{в1} + (L'_1 - L''_1)d_1, \quad (4.21)$$

где m_{p1}, m_{t1} – масса рабочего и тарного сосудов;

m_{r1}, m'_{r1} – номинальное значение массы гирь и поправка к нему;

V_p, V_r, V_t – наружный объём рабочего, тарного сосудов и гирь соответственно;

$\rho_{в}$ – плотность окружающего воздуха;

$d_1, (L'_1 - L''_1)$ – цена деления и разность отсчётов по шкале весов и при первом и втором взвешиваниях.

3. На левое плечо весов снова помещают рабочий сосуд, но уже заполненный газом (нагрузка на правую чашку остается прежней), и снимают с левой чашки массу гирь, необходимую для установления равновесия.

4. Для определения возможного отклонения собственного положения равновесия весов за время заполнения сосуда на левой чашке заменяют рабочий сосуд и оставшиеся гири вспомогательным сосудом и соответствующей тарой.

Уравнение равновесия для сосуда с газом имеет вид:

$$m_{p2} + (m_{r2} \pm m'_{r2}) + m_c - m_c^* - (V_{p2} - V_{r2})\rho_{в2} = m_{t2} - V_{t2}\rho_{в2} + (L'_2 - L''_2)d_2, \quad (4.22)$$

где m_c, m_c^* – масса газа в сосуде и потерянного из-за негерметичности сосуда;

m_{r2}, m'_{r2} – номинальное значение массы гирь и поправка к нему;

$d_2, (L'_2 - L''_2)$ – цена деления и разность отсчётов по шкале весов при третьем и четвёртом взвешиваниях;

V_{t2} – суммарный объём тары.

Вычитая почленно уравнение (4.22) из (4.21), получаем уравнение для расчёта значения массы газа:

$$m_c = m_r \pm \sum_{i=1}^5 m_i, \quad (4.23)$$

где $m_r = m_{r2} - m_{r1}$ – масса гирь, снятых при конечном уравновешивании сосуда (с газом);

m_i – поправки, учитывающие:

- отклонение номинального значения массы гирь от действительного

$$m_1 = m'_{r2} - m'_{r1};$$

- отклонение положения равновесия весов от первоначального

$$m_2 = (L'_2 - L''_2)d_2 - (L'_1 - L''_1)d_1;$$

- влияние аэростатической силы

$$m_3 = (V_{T2} - V_{P2} - V_{r2})\rho_{B2} - (V_{T1} - V_{P1} - V_{r1})\rho_{B1}; \quad (4.24)$$

- негерметичность сосуда $m_4 = m_c^*$;
- изменение массы взвешиваемых тел от внешних воздействий: сорбционных эффектов, запыления, загрязнения руками при перестановках и т.д.

$$m_5 = (m_{p2} - m_{p1}) - (m_{T2} - m_{T1}).$$

Значения этих поправок находим следующим образом.

Методика определения m_1 , m_2 не требует пояснений, т.к. она хорошо известна.

Поправка m_3 зависит от разности значений наружных объёмов измерительного и тарного сосудов. Разработанный оригинальный аэростатический метод калибровки позволяет непосредственно находить разность объёмов рабочего и тарного сосудов. Он предусматривает применение также трёх сосудов: рабочего, тарного и вспомогательного. Процедура калибровки проходит в два этапа:

- на левом плече весов при помощи дополнительной тары уравниваем рабочий *вакуумированный* (пустой) сосуд (с правой стороны – вспомогательный);
- рабочий сосуд заменяем *вакуумированным* тарным и уравниваем весы при помощи гирь, не меняя нагрузку на правом плече.

Уравнение равновесия в этом случае имеет вид:

$$m_{MP} + m_B^* + m'_B - V_{PH}\rho_B = m_T(1 - \frac{\rho_B}{\rho_T}), \quad (4.25)$$

из которого после необходимых преобразований получим уравнение для разности значений объёма измерительного и тарного сосудов, приведенной к значению температуры 20 °С:

$$V_{PH} - V_{TH} = \left[m_{MP} - m_{MT} + m_B^* + m'_B - m_T(1 - \rho_B / \rho_T) \right] [1 + \beta(t - 20)] / \rho_B, \quad (3.27)$$

где m_T – масса гирь, используемых во втором уравнивании;

m_B^* – остаточная масса воздуха в сосуде;

m'_B – масса воздуха, попавшего в сосуд из-за предполагаемой негерметичности;

m_{MP}, m_{MT} – масса металла рабочего и тарного сосудов соответственно;

V_{PH}, V_{TH} – объём рабочего и тарного сосудов соответственно, приведённые к нормальным условиям;

ρ_B, ρ_T – плотность окружающего воздуха и материала гирь соответственно;

β – коэффициент температурного объёмного расширения материала сосудов;

t – температура окружающего воздуха.

Значения m_{MP} и m_{MT} находим любым методом точного взвешивания. При этом сосуды должны быть открыты, чтобы аэростатическая сила определялась

объёмом собственно металла, а не сосуда. Значение плотности материала сосуда ρ_m определяем экспериментально методом гидростатического взвешивания, учитывая его неоднородность из-за наличия сварного шва и различия металлов сосуда и запорного узла. Массу m_b^* целесообразно свести к пренебрежимо малому значению за счёт достаточно полного вакуумирования. Значение m_b' определяем только экспериментально.

По описанной методике и уравнению (3.27) получим номинальную, т.е. приведенную к температуре 20 °С, разность значений вакуумированных объёмов. В реальных условиях эксплуатации тарный сосуд заполнен воздухом с атмосферным давлением. Это исключает изменение массы тары за счёт подсосов воздуха из атмосферы. Но в таком случае меняется объём рабочего сосуда (следовательно, и разность объёмов) за счёт *манометрической деформации*, возникающей из-за разности значений давления в пустом и заполненном сосудах.

Другим источником изменения номинальной разности объёмов сосудов является их *термическая деформация* при отклонении рабочего значения температуры от 20 °С. Эти явления учитываем вводом соответствующих поправок при конечном

$$(V_{p2} - V_{t2}) = [(V_{pн} - V_{тн})][1 + \beta(t - 20)], \quad (4.27)$$

и начальном взвешиваниях

$$(V_{p1} - V_{t1}) = [(V_{pн} - V_{тн}) + (\Delta V_p - \Delta V_t)][1 + \beta(t - 20)], \quad (4.28)$$

где ΔV_p , ΔV_t – манометрическая и термическая деформации рабочего и тарного сосудов.

Значения ΔV_p и ΔV_t рассчитать сложно из-за сравнительной неоднородности толщины стенки сосудов и их формы. Поэтому их находим экспериментальным путём.

Значение m_4 зависит от недостаточной герметичности запорного элемента сосуда, а m_5 зависит от износа пробки уплотняющего элемента запорного устройства и определяется активной поверхностью, равной разности значений поверхности измерительного и тарного сосудов, и от их сорбционных свойств. Обе эти поправки находим экспериментальным путём.

Выбор весов. В данном случае для измерения пригодны только коромысловые равноплечие весы. Анализ ряда отечественных прецизионных весов типа ВЛР с предельной нагрузкой (0,2 – 20,0) кг показал, что значения их относительной погрешности взвешивания (отношение абсолютной погрешности к предельной нагрузке) примерно одинаковые (за исключением ВЛР-200г-II), поэтому выбор весов зависит только от необходимой массы сосуда.

Выбранные весы ВЛР-1кг-III модернизировали дополнением оптического устройства отсчёта и индивидуально отъюстировали. Экспериментально нашли значение предельной погрешности весов 0,36 мг, оценку СКО (третья часть от предельной) 0,12 мг, цену деления 0,12 мг. Погрешность калибровки гирь определена с применением гирь класса I.

Максимальная масса газа в сосуде равна 35 г. Её можно набрать в худшем случае шестнадцатью гирями десяти номиналов, для которых суммарная оценка СКО равна $0,5 \cdot 10^{-4}$ г.

Оценка погрешности результата измерения

При взвешивании тел большого объёма существенное влияние на точность измерения оказывают внешние условия: вибрация, движение воздуха и изменение температуры воздуха. Поэтому для взвешивания сосудов использованы инертный термостат, демпфирование весов и минимальная длина подвески сосудов к весам.

Источники систематической погрешности обобщены слагаемыми уравнения (3.24).

Во всех случаях в качестве тары при взвешивании применены тела, аналогичные рабочим. Это позволило снизить влияние не только аэростатической силы, но и сорбционных эффектов и запыления.

Влияние остаточного газа при калибровке сосудов устранено вакуумированием их до давления, при котором массой остаточного газа можно пренебречь. Расчёты показали, что в сосуде емкостью 14 л при вакуумировании до 0,66 Па остаточная масса газа не превышает (0,1 – 0,2) мг.

Деформация сосуда зависит от его конструкции и материала. Для её уменьшения сосуд изготовлен из алюминия в форме сферы. Для снижения влияния сорбционных эффектов все сосуды отполированы (без какого-либо покрытия).

Возможные источники систематической погрешности массы сухого газа были определены следующим образом:

- отклонение номинальной массы гирь от действительной учтено в виде поправки, значение которой находили по свидетельству о поверке используемых гирь;
- отклонение положения равновесия от первоначального учтено поправкой, определяемой при каждом взвешивании по шкале весов с учётом их цены деления;
- влияние аэростатической силы учтено в виде поправки m_3 , рассчитанной по (3.25) с использованием экспериментально найденных фактических значений объёмов сосудов.

Плотность металла сосудов $\rho_m = 2,7044$ г/см³ была найдена методом гидростатического взвешивания на образце, изготовленном из сплющенного сосуда.

Для определения значения манометрической деформации каждого сосуда их помещали в разъемные металлические колбы с узким прозрачным горлом, имеющим шкалу. Колбу наполняли дистиллированной водой до определённого уровня. Затем сосуд вакуумировали, измеряли изменение уровня, а по нему и объёма сосуда. Аналогичную операцию проводили при заполнении сосуда газом до давления $2 \cdot 10^5$ Па. Среднее значение манометрической деформации сосудов составило 3,23 см³, которое и было принято при расчётах поправки на аэростатическую силу. Также имеют место

неисключенные остатки систематической погрешности, обусловленные отклонением условной плотности материала гирь от реальной, усреднением значения манометрической деформации и влиянием температуры на объём сосудов – температурная деформация.

Влияние на погрешность отклонения условной плотности гирь от реальной пренебрежимо мало, оно составило $\pm 10^{-9}$ г из расчёта по (3), принимая $m_{г2} - m_{г1} = 30$ г (по максимальной массе газа в сосуде).

Влияние усреднения значения манометрической деформации составило $\pm 8,4 \cdot 10^{-5}$ г, его определяли максимальным отклонением реального значения манометрической деформации от среднего арифметического ($\pm 0,7$ см³) и предельным значением изменения плотности окружающего воздуха (± 10 % или $\pm 0,12 \cdot 10^{-3}$ г/см³).

Влияние температуры на объём сосудов находили расчётным и опытным путём. В первом случае использовали уравнения (4.27), (4.28). Изменение температуры в помещении лаборатории за время между начальным и конечным взвешиваниями без применения кондиционера не превысило ± 1 °С. При наибольшей разности значений объёма измерительного и тарного сосудов (230 см³) и $\beta = 22,6 \cdot 10^{-6}$ см³/°С искомая погрешность равна $\pm 1,4 \cdot 10^{-5}$ г.

Во втором случае определяли изменение показаний весов, на которых уравнивали пару сосудов, имеющих указанную разность объёмов, при намеренном изменении температуры окружающего воздуха. Получили, что уменьшение температуры на 3,4 °С вызывало уменьшение аэростатической силы на 4 мг, т.е. примерно 1,2 мг/°С. При повышении температуры на 2 °С аэростатическая сила изменилась на 2,2 мг, т.е. на 1,1 мг/°С. При указанном изменении температуры плотность воздуха меняется от 1,185 до 1,209 г/см³, что соответствует изменению аэростатической силы на 7,2 мг (или 1,3 мг/°С). Таким образом, за счёт термической деформации сосуда аэростатическая сила изменилась на $\pm 0,2$ мг/°С. В условиях инертного термостата, в котором сосуды взвешивали, температура воздуха менялась не более чем на $\pm 0,2$ °С, что привело к изменению аэростатической силы за счёт манометрической деформации на $\pm 4 \cdot 10^{-5}$ г.

Суммируя значения составляющих, получили оценку систематической составляющей влияния температуры на объём сосудов $\Theta_{\Sigma} = 12 \cdot 10^{-5}$ г.

Герметичность сосудов проверяли при давлении около 13 Па по изменению показаний образцового вакуумметра за несколько часов. От флюктуации значений температуры окружающего воздуха показания не менялись. Кроме этого определяли изменение в течение суток массы вакуумированного сосуда. Измерения проводили по показаниям весов, на которых уравнивали пару сосудов. При исключении влияния запыления и нестабильности весов изменение массы в пределах вариации весов не наблюдалось. Это позволило считать, что систематическая погрешность, обусловленная негерметичностью сосудов, пренебрежимо мала.

Изменение массы взвешиваемых тел вызывается отмеченными выше факторами. Применение индивидуальных чехлов позволило полностью исключить касания сосуда руками, а также предупредить его запыление.

Влияние сорбционных эффектов было оценено по уравнению (4.23), где $K_c = m/F(\varphi_2 - \varphi_1) = 2,3 \cdot 10^{-8}$ г/см³ (получено по таблице для полированного алюминия), $F = 100$ см² – максимальная разность значений поверхности рабочего и тарного сосудов, $(\varphi_2 - \varphi_1) = \pm 10$ % – максимальное значение изменения относительной влажности окружающего воздуха за время между начальным и конечным взвешиваниями. При этих данных получили погрешность $\pm 2,6 \cdot 10^{-5}$ г. Коэффициент сорбции определяли экспериментально по изменениям значений массы образцов, имеющих известную площадь поверхности, при заданном значении относительной влажности окружающей среды. Для этого образцы выдерживали достаточное для установления гидродинамического равновесия время в эксикаторе над насыщенным раствором поваренной соли, над поверхностью чистой воды и на открытом воздухе. Исследовали образцы из различных материалов с различной обработкой поверхности. Приведённые в таблице данные показывают, что значения коэффициента сорбции для полированного титана, алюминия и нержавеющей стали близки. Отметим, что любая обработка поверхности существенно повышает это значение.

Истирание заглушки запорного элемента может происходить при её прокалывании соединительной иглой. Количественно это истирание определяли по изменению массы отдельно взятой заглушки при её многократном прокалывании. В пределах вариации показаний весов ВЛР-20г-II изменение массы не обнаруживали, что позволило считать отсутствующей эту составляющую систематической погрешности. Таким образом, получаем $\Theta_{cs} = 6,6 \cdot 10^{-6}$ г.

Здесь не приведен полный анализ источников систематической погрешности. Однако границы погрешности массы сухого газа определены арифметическим суммированием значений составляющих, поскольку их число не более четырёх. Они составили $\Theta(m_c) = \pm 18,6 \cdot 10^{-5}$ г.

Случайная погрешность измерения массы газа зависит от погрешностей взвешивания и определения значений поправок и остаточных систематических погрешностей.

Получили $S(m_{r1}) = S(m_{r2}) = 2,4 \cdot 10^{-4}$ г.

Погрешность поправки на отклонение от положения равновесия $S(m_2) = 0,48 \cdot 10^{-4}$ г рассчитали, как третью часть предельной погрешности отсчёта по шкале, которая оценивалась до десятой части деления шкалы, приняв $s(L'_1) = s(L''_1) = s(L'_2) = s(L''_2) = 0,033$ деления. $S(m_{r1}) = 2 \cdot 10^{-6}$ г находили по значению погрешности гирьки, используемой при определении цены деления шкалы. При взвешиваниях стремились уравновесивать весы так, чтобы $(L'_2 - L''_2) - (L'_1 - L''_1) \leq 15$.

Обратите, пожалуйста, внимание:

приведены ссылки на формулы (4.26), (4.27), которые "отличаются одним множителем". Но ведь отличаются формулы (4.27) и (4.28). Но этот множитель у них не "дельта" V_T , а ("дельта" V_P - "дельта" V_T), к тому же он прибавляется к одному из других множителей!

Тогда написанное условие "дельта" V_P = "дельта" V_T вообще исключает погрешность от этих величин в уравнении! Ответ: здесь ΔV_T и ΔV_P – не погрешности, а поправки на манометрическую и термическую деформации обоих сосудов.

Погрешность поправки на влияние аэростатической силы мы определили $S(m_3) = 28 \cdot 10^{-4}$. Использованное при этом значение $S(V_p - V_T) = 1,7$ см³ принято как большее из расчётного 1,7 см³ и экспериментального 0,16 см³ значений. Полученное расхождение объясняется тем, что расчёт проводили для наиболее неблагоприятного случая, исходя из максимальной разности объёмов сосудов.

При расчёте $S(V_p - V_T)$ на основании уравнения (4.25), принято: $S(m_M) = 4 \cdot 10^{-4}$ г, найденное расчётом по значениям составляющих; $S(\rho_r) = 0$, так как гири аттестованы по условной плотности; $S(\rho_M) = 12 \cdot 10^{-6}$ г/см³ определено экспериментально; $S(m_{r1}) = S(m_{r2}) = S(m'_B) = 5,4 \cdot 10^{-4}$ г по погрешности взвешивания; $S(m_B^*) = 2 \cdot 10^{-4}$ г как треть от предельного значения соответствующей составляющей; $S(\beta) = 2 \cdot 10^{-8}$ °C⁻¹ взято из справочных данных. Значение $S(V_{r1}) = S(V_{r2}) = 5 \cdot 10^{-5}$ г.

Погрешность измерения массы металла определена также и опытным путём: $S(m_M) = 11 \cdot 10^{-4}$. Превышение экспериментального значения над расчётным объясняется тем, что эксперимент проводили для наиболее неблагоприятного случая, т. е. при наибольшей разности объёмов. Также экспериментально получили $S(V_{рн} - V_{тн}) = 0,16$ см³. По многократным экспериментальным данным найдена погрешность значения манометрической деформации сосудов $\Delta V_p = \Delta V_T = 0,15$ см³. Значение $S(V_{p2} - V_{T2})$ принято равным аналогичной составляющей при начальном взвешивании. Это правомочно, т. к. расчётные уравнения (3.28) и (3.29) различаются только членами ΔV_P и ΔV_T , которые вносят незначительное добавление в погрешность результата. По аналогии найдено $S(V_{r1}) = S(V_{r2}) = 5 \cdot 10^{-5}$ см³.

Оценку СКО определения негерметичности сосуда, равную $5,4 \cdot 10^{-4}$ г, приняли по значению погрешности взвешивания, поскольку многократные измерения массы вакуумированного сосуда не показывали изменения (в пределах вариации показаний весов).

Оценка СКО определения изменения массы взвешиваемых тел определяется точностью составляющих этой систематической погрешности, выявленных выше.

Геометрическим сложением всех значимых значений дисперсий, составляющих случайную погрешность, вычислили $S(m_c) = 3 \cdot 10^{-3}$ г.

Выводы

Приведённый метод прямого измерения массы газов при надлежащем исполнении и учёте влияющих факторов позволил измерить массу газов от 10 до 30 г с оценками значений случайной абсолютной и систематической составляющих погрешности результата $S(m_c) = 3$ мг и $\Theta(m_c) = 0,2$ мг соответственно.

Такой метод применим для измерения плотности и расхода газа через различные измерительные системы, например, при определении влагосодержания газов сорбционно-гравиметрическим способом на исходном (эталонном) уровне.

Анализ источников погрешности результата измерений выявил наиболее значимые из них и что при необходимости точность можно повысить за счёт использования весов более высокого класса точности.

4.3. Принципы и методология построения систем воспроизведения и размеров единиц некоторых аналитических величин

Аналитика в пищевой и перерабатывающей промышленности не имеет законченной системы обеспечения единства измерений, опирающейся на эталоны. Исходным средством измерения в данном случае могут составлять стандартные образцы или методики измерений, аттестованные в этом качестве. В данном разделе приведена методология решения данной задачи на нескольких примерах.

Алгоритм решения поставленной задачи строится по следующей схеме:

- уяснение измеряемого свойства;
- формулировка описывающей его физической величины;
- уяснение измеряемого компонента;
- построение системы, обеспечивающей единство измерений;
- разработка средств передачи размеров единицы вспомогательным средствам, при этом круг объектов измерений, охватываемый данной системой, должен быть возможно большим.

В качестве примеров ниже рассмотрен подход построения систем обеспечивающих единство измерений нескольких характеристик состава: кислотность (свободных жирных кислот), мутность, твёрдость и влажность.

4.3.1. Воспроизведение единицы концентрации свободных жирных кислот

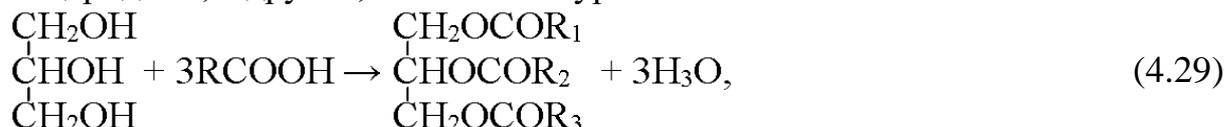
Ниже изложены результаты исследований по созданию методологии построения системы, обеспечивающей единство измерений концентрации свободных жирных кислот (СЖК) в пищевых продуктах, характеризующих их кислотные свойства.

Одним из основных показателей качества пищевого сырья и готовой продукции, в которые входят жиры (а таких большинство), является *кислотность*, которая обычно характеризуется концентрацией в них СЖК. Для её количественного выражения применяют различные величины и единицы (см. Табл.3.3.), а для измерения этого показателя, в основном, используют аналитические методики измерений. Внедрение международных требований и создание приборов затруднено из-за нерешенности проблемы обеспеченности единства измерений. Характерным примером сказанному служат результаты сравнительных испытаний стандартизованных национальных МИ кислотного числа и метода исчерпывающей экстракции, регламентированного документами ISO в качестве основного.

Физический смысл измеряемого свойства

Основой решения проблемы единства аналитических измерений является чёткое уяснение физического смысла измеряемого свойства. В данном случае это можно показать следующим образом.

Жиры - липиды представляют собой сложную смесь глицеридов, т.е. являются сложными эфирами глицерина и высокомолекулярных жирных кислот. Связь между глицерином и жирными кислотами, с одной стороны, и глицеридами, с другой, вытекает из уравнения:



где $\text{R}_{1,2,3}$ -радикалы жирных кислот.

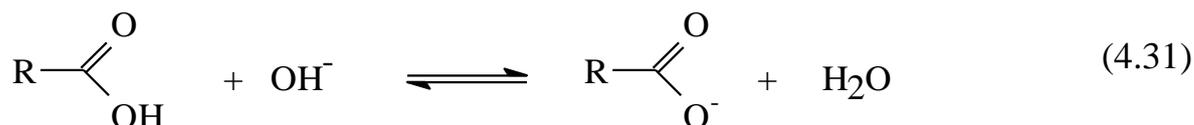
В основной своей массе молекулы жирных кислот связаны с молекулами глицерина, а потому в “идеале” жиры являются кислотно нейтральными. Однако при определённых условиях в жирах могут образовываться свободные жирные кислоты. Их содержание в маслах зависит от многих факторов: степени зрелости масличных семян, их испорченности в процессе хранения, влажности, способа и глубины извлечения масла из семян и др.

Жирные кислоты природных жиров, за редким исключением, принадлежат к классу одноосновных алифатических карбоновых кислот, имеющих общую формулу RCOON . В этой формуле R -углеводородный радикал, который может быть насыщенным, различной степени ненасыщенности или содержать группу OH .

Карбоксил COON^- является сочетанием карбонильной группы CO и гидроксильной OH^- . Все карбоновые кислоты обладают кислыми свойствами. Это обуславливается диссоциацией кислот:



Из теории строения карбоновых кислот следует, что карбоксил сообщает органическим соединениям типа сложных эфиров (в том числе триглицеридам) ярко выраженные кислотные свойства. На кислотность карбоксильной группы влияют также радикалы, связанные с карбоксилком. Чем ниже молекулярная масса кислот, тем выше константа электролитической диссоциации. Существующие методы измерения содержания СЖК основаны на титровании слабым раствором щелочи в спирте и дают оценку суммарного количества кислот безотносительно к их номенклатуре в анализируемом продукте. В общем виде реакция, протекающая при титровании жирных кислот:



Наличие мицелл хорошо заметно по образованию устойчивых эмульсий.

Это значит, что в данном случае выражается интегральное кислотное свойство продукта по суммарной концентрации в нем *гидроксония* - именно оно имеет медицинское и техническое значение.

Как было сказано выше, по своей сущности кислотность отражает содержание свободных карбоновых кислот (далее СКК) в продукте. При этом для количественного описания содержания свободных жирных кислот применяются различные величины и единицы, а для измерения этого показателя в основном используют одни и те же аналитические МИ.

С другой стороны, существующие методы измерения содержания СКК, основаны на титровании слабым раствором щелочи в спирте и дают оценку суммарного количества кислот к их номенклатуре в анализируемом продукте. Это значит, что в данном случае выражается интегральное кислотное свойство продукта по суммарной концентрации в нем эквивалентов кислотных групп – именно оно имеет медицинское и техническое значение.

Физическая величина, характеризующая содержание СКК

Для выражения кислотного числа с учётом его химической природы следует использовать выражение:

$$K = \frac{V \cdot c}{m} \quad [\text{моль} / \text{г}], \quad (4.32)$$

где V – объём гидроксида натрия или калия, пошедший на титрование, л;
 c – концентрация гидроксида натрия или калия, моль/л;
 m – масса навески, г.

Кислотное число выражают по гидроксиду калия (KOH) в [тыс⁻¹] или в пересчёте на кислоту:

$$K = \frac{V \cdot c}{m} \cdot M_{\text{KOH}} \quad [\text{тыс}^{-1}], \quad (4.33)$$

где V – объём гидроксида натрия или калия, пошедший на титрование, л;
 c – концентрация гидроксида натрия или калия, моль/л;
 m – масса навески, г;

M_{KOH} – молекулярная масса гидроксида калия, $M_{KOH} = 56,11$ г/моль.

Эта единица не передаёт физико-химической сущности, однако в силу привычки и удобного порядка значений до сих пор используется.

Поскольку в задачу пищевой аналитики в рассматриваемом здесь случае входит количественная оценка кислотных свойств продукта, следует признать, что измеряемой величиной является концентрация СЖК - отношение массы свободных жирных кислот к массе содержащего их продукта. Она должна быть главной величиной для всех пищевых отраслей. Другие традиционно используемые характеристики следует считать не более, чем допустимыми в некоторых обоснованных случаях, т.е. внесистемными величинами.

Измеряемый компонент

С метрологической позиции понятия *свободные жирные кислоты* требует конкретизации, так как в общем случае понятие “жирные кислоты” – это смесь, в которую входит большая группа кислот (Табл. 4.7.). У реальных объектов измерений их состав оказывается существенно различным.

В системе, содержащей смесь различных кислот карбонильной группы, интенсивность проявления кислотного свойства материала зависит не от вида каждой индивидуальной кислоты, а от суммарного количества активных ионов водорода. Поэтому количественной мерой кислотных свойств жиросодержащих продуктов выступает суммарное содержание СЖК в них безотносительно к их составу. Именно поэтому основу всех методов измерения концентрации СЖК составляет извлечение их из материала вместе с жиром. При этом состав выделяемых СЖК зависит от способа их извлечения. Это связано с тем, что различные виды жирных кислот имеют отличающуюся энергию связи с материалом. Так, большинство растворителей не извлекают прочно связанные липиды, а максимально полный эффект экстракции в отношении липидов может быть обеспечен применением бинарных полярных смесей, в состав которых входит растворитель, смешивающийся с водой во всех отношениях, и растворитель, слабо смешивающийся с водой, например, хлороформ.

Табл. 4.7. Основные жирные кислоты

Кислота	Молекулярная масса	число нейтрализации	Кислота	Молекулярная масса	число нейтрализации
уксусная	60.03	934.52	пальмитоновая	256.25	218.92
пропионовая	74.05	752.58	маргариновая	270.27	202.57
масляная	88.06	632.05	стеариновая	284.29	92.33
валериановая	102.08	549.57	нонеканеоновая	298.30	188.07
капроновая	116.09	483.28	арахиновая	312.32	179.63
энантовая	130.11	431.17	бегеновая	340.35	164.83
каприловая	144.13	389.23	лигноцериновая	368.38	152.29
пералгоновая	158.14	354.75	церотиновая	396.41	141.52
каприоновая	172.16	325.86	олеиновая	282.27	158.75
ундекановая	186.17	301.34	эруковая	338.34	165.81
лауриновая	200.19	280.23	линолевая	280.26	260.20

тридекановая	214.21	261.89	линоленовая	278.24	201.62
миристиновая	228.22	245.81	клубанононовая	330.27	169.88
пентадекановая	242.24	231.59	рициновая	298.27	182.70

Таким образом, разнообразная природа пищевых продуктов и содержащихся в них жирных кислот, обуславливающая различную прочность связи липидов с другими составными частями продукта, оказывает выраженное влияние на эффективность экстракции. Это значит, что определение понятия свободные *жирные кислоты* как измеряемого компонента смеси должно обязательно регламентировать условия (способ) извлечения липидов из материала. Так, в качестве унифицированной системы методов выделения и количественного определения липидов в пищевых продуктах экстрагентом является хлороформ и этанол в соотношении 2 : 1.

Если исходить из этого, то следует под *свободными жирными кислотами* понимать группу жирных кислот, которые не связаны в молекулы эфиров триглицеридов и выделяются из анализируемого материала экстрагентом.

Принципы построения системы, обеспечивающей единство измерений

Количество отдельных ЖК в разных образцах одного и того же жира может колебаться, но в небольших пределах. Также из этих СЖК в каждом пищевом продукте можно выделить преобладающую кислоту, т.е. ту кислоту, которая имеет наибольшую концентрацию в анализируемом продукте.

В табл. 4.8. приведены основные преобладающие свободные жирные кислоты, используемые в некоторых отраслях пищевой промышленности.

Табл. 4.8. Классификация пищевых продуктов по природе содержания в них карбоновых кислот

№ группы	Природа карбоновых кислот	Преобладающие кислоты	Примеры пищевых продуктов
1	Низшие одноосновные	Молочная	Пиво, молоко и молочные продукты
2	Низшие многоосновные	Аскорбиновая, лимонная	Соки и напитки
3	Высшие одноосновные	Стеариновая	Жиросодержащие продукты

СЖК в качестве измеряемого компонента можно моделировать бинарной смесью, состоящей из одной кислоты или квазибинарной смесью, состоящей из (2 – 3) кислот. Оба эти варианты в принципе приемлемы.

Также встает вопрос, можно ли провести унификацию в масштабах пищевой промышленности в плане использования во всех отраслях только одну кислоту, на основе которой строить систему обеспечения единства измерений (например, при создании номенклатуры стандартных образцов кислотности) [18, 19, 20]. В результате проведенных предварительных исследований предполагается, что можно. В поддержку использования преобладающей кислоты говорит и тот факт, что МИ кислотного числа

(концентрация СКК), используемые в настоящее время, предусматривают пересчёт измеренного значения на определённую преобладающую кислоту.

Предлагается исходя из этого для каждой группы пищевых продуктов иметь один стандартный образец: 1 группа – 1 % водный раствор молочной кислоты, 2 группа – 1 % водный раствор лимонной кислоты и 3 группа – 1 % раствор стеариновой кислоты в метилстеарате или этилстеарате.

Известно, что ассортимент жирных кислот отдельных жиров постоянен. Количество отдельных жирных кислот в разных образцах одного и того же жира может колебаться, но чаще всего в сравнительно небольших пределах. При этом, концентрация СКК непосредственно связана с составом жирных кислот и их молекулярной массой.

Состав выделяемых свободных жирных кислот неодинаков в различных пищевых жиродержащих продуктах. Однако есть группа кислот, которая характерна практически для всех видов пищевого сырья и продуктов. Среди них есть кислоты, их называют *главными*, которые не только входят в большинство жиров, но и в весьма больших количествах. Такими кислотами являются *пальмитиновая, стеариновая, олеиновая и линолевая*. Это значит, что СЖК в качестве измеряемого компонента можно моделировать квазибинарной смесью, состоящей из двух-трёх главных кислот, или бинарной смесью, в которой измеряемым компонентом является одна из трёх главных кислот. В принципе оба эти способа приемлемы. Поскольку многие физические и физико-химические свойства жиров зависят от значения их молекулярной массы, критерием выбора при этом может служить среднее значение молекулярной массы (M). Имеется в виду, что молекулярная масса модельного компонента должна статистически быть близка к средне-взвешенному значению молекулярной массы определённой, возможно более широкой, группы жиров и масел. Допустимые границы разброса (R_d) реальных значений молекулярной массы объектов измерений очертят круг последних, охватываемых одной системой воспроизведения размера единицы. Так, по литературным данным (Табл. 3.1.) для наиболее распространенных в пищевых отраслях видов жиров $M=261$ и $R=130$. Важно, что значения молекулярной массы главных кислот близки: у пальмитиновой $M_p=256$, у стеариновой $M_s=284$, у олеиновой $M_o=282$. Это значит, что выбор для материального носителя размера единицы одного или нескольких видов кислот (из этих трёх) не имеет принципиального значения.

Следует отметить, что методики измерений кислотного числа, используемые в настоящее время, предусматривают пересчёт измеренного значения на значение определённой (в масложировой промышленности олеиновая и стеариновая, в пивоваренной – молочная, ликеро-водочной – винная и яблочная) кислоту, что, по существу, означает реализацию рассматриваемой здесь идеологии обеспечения единства измерений. Пересчёт на ту или иную кислоту не имеет принципиальной основы, а означает лишь различные масштабы соответствующих размеров единицы. Поэтому нет показаний (кроме традиционного представления о размерах характеристик,

выражающих кислотное свойство продуктов различных подотраслей промышленности) против принятия за основу во всех случаях одной кислоты.

С технической точки зрения удобнее использовать стеариновую кислоту. Её выпускают в виде кристаллического вещества квалификации х.ч., и она имеет достаточно стабильные во времени химические свойства. Эта кислота отличается от других жирных кислот тем, что не содержится в своем составе ненасыщенных двойных связей, что и обеспечивает значительную её стабильность при хранении. Формула $C_{18}H_{36}O_2$, молекулярная масса 284,49.

Таким образом, под свободными жирными кислотами с метрологической точки зрения следует понимать группу жирных кислот, которые извлекаются регламентированным способом и титруются щелочным раствором. В таком случае:

Концентрацией свободных жирных кислот в пищевых продуктах будем называть отношение значений массы жирных кислот, не входящих в молекулы глицеридов жиров (масел) пищевых продуктов, извлекаемых из продукта стандартизованным способом и титруемых слабым раствором, и массы содержащего их продукта.

Воспроизведение размера единицы концентрации СКК

Исходя из приведенного определения концентрации СЖК, размер её единицы можно воспроизводить в виде меры, создаваемой с помощью гарантированно чистого растительного (например, подсолнечного или соевого) масла, в который введено определённое количество чистой стеариновой кислоты. Тогда можно дать такое определение: единица концентрации СЖК 10 мг/г (1 %) – *концентрация раствора свободных жирных кислот, при которой в 1 г раствора рафинированного растительного подсолнечного масла со стеариновой кислотой содержится 10 мг стеариновой кислоты квалификации х.ч.*

Вариант второй: *единица концентрации свободных жирных кислот – это концентрация, при которой для нейтрализации свободных жирных кислот спирто-хлороформной смесью необходим такой же объём 0,1 н раствора едкого кали в 96-процентном спирте, как и для нейтрализации 10 мг стеариновой кислоты квалификации х.ч., содержащейся в 1 г смеси.*

Исследование способа градуировки по стеариновой кислоте

Была изучена возможность подбора образца сравнения, обладающего необходимой стойкостью при хранении, доступного для аналитических лабораторий. При разработке способа градуировки по стеариновой кислоте были рассчитаны необходимые её значения массы для получения определённых значений кислотного числа в приготавливаемых растворах. При этом учитывалось число нейтрализации реактивной стеариновой кислоты, под которым понимается масса *КОН* в мг, расходуемой на нейтрализацию 1 г кислоты. Материалы исследований, полученные несколькими исследователями, даны ниже.

При исследованиях создавали растворы стеариновой кислоты с различными значениями концентрации (в изучаемом диапазоне): навески

кислоты массой 0,15; 0,50; 1,0; 1,6 и 3,0 г растворяли в 100 см³ спирт-хлороформной смеси, раствор тщательно перемешивали и затем отбирали от каждого из них в различные колбы по 2,5 см³ раствора. В каждую колбу добавляли по 22,5 см³ спирт-хлороформной смеси и по 2 – 3 капли спиртового раствора фенолфталеина. Полученные разбавленные растворы кислоты титровали спиртовым раствором *КОН* до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Концентрацию стеариновой кислоты в растворе в условном пересчёте на кислотное число вычисляли по формуле: $S_{кч}=5,611KV$, где 5,611 – теоретическое значение титра спиртового раствора *КОН* ($c[КОН]=0,1$ моль*дм³/м²), *K* – поправка к титру спиртового раствора *КОН* ($C[КОН]=0,1$ моль*дм³/м²), *V* – объём спиртового раствора *КОН*, пошедший на титрование 2,5 см³ раствора стеариновой кислоты, см³. Данные приведены в Табл.4.9.

Табл. 4.9. Экспериментальные данные испытания исходных образцов

Номер опыта	Номер образца				
	1	2	3	4	5
<i>Co</i>	1,000				
1	1,071	1,714	2,19	20,14	29,57
2	1,071	1,714	2,19	20,04	29,95
3	1,071	1,714	2,25	19,93	29,36
4	0,964	1,714	2,19	20,36	31,93
5	1,017	1,714	2,25	20,04	29,41
6	1,017	1,714	2,25	20,14	29,09
<i>Cc</i>	1,036	1,714	2,22	20,11	29,88
<i>Sc</i>	0,04	0	0,03	0,15	1,04
δ , %	4	0	1	0,75	3,4

где *Co* – значение концентрации в приготовленном образце, *Sc* – оценка СКО единичного измерения, δ – относительная оценка СКО, $\theta = Co - Cc$ – систематическая погрешность.

4.3.2. Исследование методов передачи размера единицы

Сравнительные исследования методов измерения концентрации СЖК

ISO считает необходимым применять при международной торговле для измерения концентрации СЖК масла в семенах метод, основанный на исчерпывающей экстракции липидов из семян в течение 24 часов. В РФ стандартизовано четыре варианта метода измерения концентрации СЖК, каждый из которых отличается в основном способом извлечения липидов. Как видно из Табл. 4.10. и 4.11, в любом из приведённых вариантов получаются существенно различающиеся значения, что объясняется отличием степени извлечения липидов из экстрагируемого материала. Однако корреляционная связь между ними **г** достаточно высокая и имеет линейный характер вида $Y=aX+b$. Значения коэффициентов корреляции *a* и *b* приведены в табл. 4.10.

Дальнейшие исследования показали, что кроме этого фактора имеет существенное значение также и стабильность концентрации извлекаемых титруемых слабым щелочным раствором веществ.

Исследование метрологических характеристик исходного метода

Аттестацию метода измерения концентрации СЖК настаиванием с диэтиловым эфиром проводили на образцах семян подсолнечника с массовой долей воды (6 – 7) %, полностью очищенных от сора и имеющих кислотные числа (1 – 30) мг КОН/г. Из каждого образца выделяли по (15 – 20) анализируемых проб. По результатам исследования рассчитывали среднеарифметические значения X_c , оценку среднеквадратического отклонения S_x и относительную погрешность метода δ .

Приведённые в табл. 4.11 данные показывают, что с повышением значения кислотности масла до 10 мг КОН/г относительная погрешность метода уменьшается. Возрастание погрешности при значениях кислотного числа выше 20 мг КОН/г может объясняться соответствующим возрастанием разнокачественности семян.

Табл. 4.10. Экспериментальные данные исследования метода

Номер опыта	значение кислотных чисел, мг КОН/г							
	1	2	3	5	7	10	24	30
1	1,060	1,680	3,300	5,490	7,290	9,510	27,00	30,10
2	1,120	2,000	3,400	5,030	7,320	9,460	26,50	25,70
3	0,710	1,720	2,920	5,230	7,440	9,260	22,00	31,70
4	0,760	1,720	2,830	5,370	7,540	9,470	24,00	34,00
5	0,720	2,200	3,160	5,55	7,460	9,230	25,20	24,50
6	1,120	2,170	3,200	4,63	7,570	9,160	30,30	36,50
7	1,090	1,600	3,120	5,07	7,260	9,350	24,60	36,00
8	0,800	1,660	3,020	5,55	7,730	8,570	27,30	27,70
9	0,750	1,550	2,910	4,63	7,510	9,850	23,70	26,10
10	1,020	1,760	2,960	5,63	7,430	9,450	28,50	27,20
11	0,720	1,990	3,110	4,89	2,350	8,910	23,00	25,30
12	1,130	1,780	3,110	5,26	7,460	8,920	31,00	30,80
13	1,010	1,990	3,230	5,83	7,370	8,600	23,00	32,60
14	0,720	2,400	3,340	4,95	7,480	9,810	25,20	23,90
15	0,740	1,880	3,080	6,04	7,510	9,890	26,70	31,50
16	1,080	1,660	2,850	5,26	7,530	9,890	27,50	27,60
17	0,830	1,900	2,970	5,11	7,480	9,100	26,00	28,30
18	1,100	1,630	3,150	5,21	7,360	9,650	28,20	28,30
X_c	0,910	1,830	3,070	5,28	7,450	9,300	25,80	28,40
S_x	0,740	0,210	0,110	0,34	0,120	0,400	2,30	3,50
$\delta, \%$	19,0	12,0	5,50	6,4	1,60	4,00	9,0	12,0

Табл. 4.11. Значения коэффициентов регрессионной зависимости

способ выделения	a	b	Sa	Sb	So	r
по суспензии измельченных семян	0,960	1,6	0,3	0,30	0,16	0,96

по раствору подсолнечного масла	0,980	1,4	0,2	0,090	0,06	0,98
по раствору стеариновой кислоты	0,990	1,3	0,2	0,080	0,06	0,97

Практическое использование способа воспроизведения размера единицы

Рассмотренная система обеспечения единства измерений была применена для градуировки методики измерения кислотного числа масла в семенах, основанный на применении рН-метрии.

Проведенная градуировка такой системы с помощью растворов стеариновой кислоты в масле показала хорошую линейную зависимость с коэффициентом корреляции 0,93. Для сравнения использовали три метода:

- измерение рН суспензии измельченных семян подсолнечника с различными значениями кислотного числа;
- измерение рН растворов подсолнечного масла с известным значением кислотного числа;
- измерение рН образцов растворов стеариновой кислоты с рассчитанными значениями кислотного числа.

Выводы:

1. Одним из измеряемых свойств всех жиросодержащих пищевых объектов измерений является кислотность, которая определяется интегральным содержанием (концентрацией) в продукте гидроксония.

2. Воспроизведение размера единицы возможно с помощью искусственной системы, состоящей из растительного масла, гарантированно очищенного от свободных жирных кислот, в которое введено заданное количество наиболее представительной монокислоты (например, стеариновой). Оценка размера единицы может быть выполнена по процедуре приготовления.

3. Для внедрения системы обеспечения единства измерений концентрации свободных жирных кислот необходимо стандартизовать в рамках пищевых отраслей единую методику извлечения липидов из анализируемого продукта.

4.3.3. Воспроизведение размера единицы мутности жидких пищевых сред

Ниже описаны результаты работ по исследованию физической сущности измеряемого свойства жидких пищевых сред, которое принято характеризовать мутностью (иногда - прозрачностью); выбор физической величины и единицы; разработка исходных положений построения системы воспроизведения размера этой единицы и изучение возможностей использования этой системы в пищевой аналитике.

Физическая сущность измеряемого свойства и величина

Наличие в жидких средах визуально видимых примесей относится к важным показателям качества и позволяет судить о состоянии технологического процесса и условиях хранения сырья и готовой продукции. В связи с этим для большинства пищевых продуктов в стандартах на технические условия установлены соответствующие нормативы. Однако, как

было показано в начале главы, этот показатель имеет различные способы количественной оценки и нормирования и, в основном, ориентирован на органолептические методы. Потребности производства диктуют необходимость внедрения аппаратных средств контроля этого показателя.

Проведенный анализ мутномеров отечественного и зарубежного производства, изучение вопросов их градуировки и метрологической аттестации показали, что до настоящего времени в пищевой промышленности нет единого подхода к самому термину *мутность*. Это предопределило разнообразие средств градуировки: это различные имитаторы мутности из суспензии бария, каолина, формазина, латекса и др.

Практика использования суспензии каолина для оценки прозрачности питьевой воды по [13] выявила отрицательные стороны их применения: суспензии каолина из разных месторождений и партий по оптическим свойствам существенно различаются, т.е. не обладают необходимой воспроизводимостью и стабильностью – главным свойством в рассматриваемом здесь плане. Это связано с интенсивно протекающими процессами коагуляции и агрегации частиц.

Значительно более устойчивы во времени при правильном применении взвеси из мельчайших гомогенных частиц пирекс-стекла в дистиллированной воде. Но их приготовление очень трудоемко, и они легко загрязняются.

С физической точки зрения наличие любых взвешенных частиц в прозрачных, в том числе жидких, средах характеризуется неоднородностью их оптических характеристик. Именно оптическую неоднородность предлагается признать в качестве единой измеряемой величины для пищевых продуктов.

Единица концентрации взвеси и воспроизведение её размера

В связи с тем, что степень ослабления светового излучения по законам Релея и Бугера линейно связана с концентрацией и размерами взвешенных частиц в измеряемой среде, в основе единицы концентрации взвеси должна лежать единица концентрации – массовая доля, а в основе воспроизведения её размера может быть положена шкала, построенная на двух реперных точках – дистиллированная вода (нулевая точка) и определенный раствор некоторого стандартизованного вещества, размер частиц которых достаточно воспроизводим и стабилен во времени. Основное требование к последнему – воспроизводимость и стабильность.

Экспериментально показано, что суспензия формалина может быть положены в основу шкал мутности различных пищевых сред (пиво, растительные масла, вино и виноматериалы и др.). Погрешность приготовления таких растворов не превышает 3 %, они достаточно устойчивы и легко воспроизводимы весовым методом.

В основу шкалы мутности, которая в настоящее время реализована в качестве общегосударственной, положен размер единицы мутности, равный концентрации смеси в соотношении 1:1000 суспензии формазина, полученной смешением равных масс водных растворов гидразин сульфата массовой концентрацией 10 г/дм³ и уротропина массовой концентрацией 100 г/дм³ с

дистиллированной водой. Раствору ($1,00 \pm 0,01$) мг гидразин сульфата и ($10,00 \pm 0,01$) мг уротропина в 200,00 г дистиллированной воды приписано значение мутности 1000 фем. Исходя из этого, *единицей мутности 1 фем является концентрация раствора жидкого пищевого продукта, коэффициент пропускания светового потока которого при длине волны 400 нм и толщине слоя 1 см такой же, как у раствора ($1,00 \pm 0,01$) мг гидразин сульфата и ($10,00 \pm 0,01$) мг уротропина в 200,00 г дистиллированной воды.*

Методика приготовления исходной суспензии мутности

Для приготовления исходной суспензии в три мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают по ($100,00 \pm 0,01$) г гидразин сульфата, а в три такие же колбы ($10,00 \pm 0,01$) г уротропина, и все колбы заливают бидистиллированной водой до метки. Растворы тщательно перемешивают и выдерживают не менее 4 часов. Затем их попарно сливают в три конические колбы вместимостью 250 см³, тщательно перемешивают и выдерживают 24 часа при температуре (20 ± 2) °С. После этого содержимое всех трех колб сливают в одну колбу вместимостью 1000 см³ и тщательно перемешивают. Получается исходная суспензия, которой присвоен размер 1000 фем. Из него последовательным разбавлением получают раствор с мутностью 100 фем (сохраняется 3 месяца), являющийся исходным для получения раствора с мутностью 10 фем (сохраняется до 1 месяца) и затем в 1 фем (сохраняется сутки).

Передача размера единицы может быть осуществлена с помощью спектрофотометра или нефелометра построением градуировочных графиков с использованием исходных растворов при длине волны 400 нм.

Полученные результаты были использованы при разработке отраслевых стандартных образцов мутности для поверки, градуировки и аттестации анализаторов мутности жидких пищевых сред.

Аттестация исходных образцов мутности осуществляется спектрофотометрическим методом по коэффициенту пропускания. В основу оценки погрешности аттестации СО положена погрешность аттестации исходного образца мутностью 100 фем – при этом значении мутности относительная погрешность определения коэффициента пропускания наименьшая. Получена относительная погрешность аттестации исходной суспензии 3 % со значением мутности 100 фем.

Исследование применения единицы мутности в пищевой промышленности

В задачу данных исследований входило определение применимости шкалы мутности для оценки качества пищевой продукции на примере масложировой промышленности. Испытания проводили с использованием оптического анализатора мутности, разработанного специально для пищевых продуктов в Винницком политехническом институте.

Постановка эксперимента основывалась на следующем предположении. Поскольку оптические свойства данного продукта должны быть коррелированы с оптическими свойствами водного раствора формазина, то

при измерении мутности образцов, приготовленных последовательным кратным разбавлением исследуемого продукта, имеющего заданную мутность в формазинных единицах, получаемые показания прибора должны укладываться на линейную градуировочную характеристику прибора в координатах, кратных степени разбавления.

Программа испытаний включала:

- определение инструментальной погрешности прибора;
- определение погрешности градуировки прибора;
- определение погрешности прибора в зависимости от характера обработки продукта и его химического состава.

Испытуемые продукты: подсолнечное и хлопковое масла нефилтрованные, соевое масло гидратированное, глицерин сырой и дистиллированный, саломас после отделения катализатора.

Экспериментальные данные приведены в табл. 4.12,а-д.

Табл. 4.12,а. Экспериментальные данные градуировки анализатора (мутность – показания прибора, мА)

№№ п/п	Мутность, фем	диапазоны шкалы		
		1	2	3
1	0	0	0	0
2	1	40	10	
3	2	80	20	
4	3	120	30	
5	4	160	40	
6	5	200	50	10
7	8		80	16
8	10		100	20
9	16		160	32
10	20		200	40
11	40			80
12	60			120
13	80			160
14	100			200

Табл. 4.12,б. Экспериментальные данные определения инструментальной и методической погрешности проводимых испытаний

Мутность, фем	Номер повторного		Показания прибора [мкА] при разбавлении исходного раствора				
	разведения	измерения	0	1/4	1/2	3/4	1/1
А	Стандартный раствор						
5	1	1	0	50	102	149	200
		2	0	50	100	150	200
		3	0	50	100	150	200
		4	0	52	99	151	200
Мутность, фем	Номер повторного		Показания прибора [мкА] при разбавлении исходного раствора				
	разведения	измерения	0	1/4	1/2	3/4	1/1
	2	1	0	49	100	150	200
	3	1	0	50	102	150	200
	4	1	0	52	101	150	200
	5	1	0	50	100	152	200
	20	1	1	0	50	100	152
2			0	50	100	150	200
3			0	50	100	152	200
4			0	50	101	149	200
Б	Растительное масло						
20	1	1	0	52	102	149	200
		2	0	52	100	150	200
		3	0	52	100	150	200

(подсолнечно-е)		4	0	51	100	150	200
	2	1	0	52	99	150	200
	3	1	0	50	102	150	200
	4	1	0	52	101	152	200
20 хлопковое	1	1	0	52	101	143	200
		2	0	50	102	150	200
		3	0	50	100	150	200
		4	0	52	99	151	200
200 соевое	1	1	0	50	100	151	200
		2	0	52	102	153	200
		3	0	49	100	149	200
		4	0	52	103	151	200

Табл. 4.12,в. Экспериментальные данные определения концентрации никеля в саломасе

Номер пробы	Показания прибора, фем	Концентрация никеля в саломасе, мг/г
1	35	5,9
2	47	14,1
3	47	13,7
4	66	22,5

Табл. 4.12,г. Экспериментальные данные определения начала кристаллизации жиров

Номер пробы	Показания прибора, мкА	Температура саломаса, °С	Номер пробы	Показания прибора, мкА	Температура саломаса, °С
1	60	56	6	65	30
2	58	50	7	75	30
3	58	45	8	95	25
4	60	40	9	80	25
5	60	35	10	200	25

Табл. 4.12,д. Сводная характеристика мутности различных масложировых продуктов

Продукт	Мутность, фем
масло хлопковое очищенное центрифугированием	0
масло хлопковое неочищенное: 1 образец/ 2 образец/ 3 образец	94,2
масло соевое очищенное центрифугированием	0
масло соевое нефльтрованное	13,8
масло подсолнечное очищенное центрифугированием	0
масло подсолнечное очищенное фильтрованием через бумажный фильтр	0,9
глицерин дистиллированный прозрачный	0

Продукт	Мутность, фем
глицерин дистиллированный мутный	11
глицерин сырой прозрачный	0
глицерин сырой мутный	95
олифа оксоль	4,6
саломас рафинированный без перемешивания	1,6

Выводы:

1. Единство измерения концентрация взвесей может быть построено по шкале, основанной на линейной зависимости оптической плотности жидких сред от концентрации. Поэтому такая шкала опирается на две реперные точки: 0 фем – бидистиллированная вода и 1000 фем – водный раствор формазина определенной концентрации. Промежуточные точки шкалы получают пропорциональным смешением этих реперных растворов.

2. В качестве единицы мутности предлагается принять условную единицу, названную Формазиновой Единицей Мутности (фем).

3. Мутность как физическая величина может быть использована для количественного описания практически всех жидких сред.

4.3.4. Установление твёрдости гидрированных жиров

Воспроизведение размера единицы концентрации твёрдой фазы

Воспроизвести размер единицы концентрации можно с помощью синтезированной системы, содержащей твёрдый жир, гарантированно свободный от жидкой фазы, и жидкую фазу, гарантированно свободную от твёрдой фазы. В качестве первого компонента применено гидратированное до температуры плавления 70 °С растительное масло (подсолнечное, соевое, льняное это не имеет значение). Вторым компонентом использовано чистое оливковое масло, которое предварительно насыщено твердым жиром и отфильтровано от избытка жира.

За рубежом изготовители ЯМР – анализаторов концентрации твердой фазы в качестве стандартных образцов используют парафиновое масло, содержащее определенное количество пластика *Celeron*.

Передача размера единицы

Учитывая сравнительно небольшое количество рабочих приборов, потребное для отрасли, поверочная схема может быть двухступенчатой.

Представляется, что наилучшим средством передачи размера единицы от эталона рабочим приборам является анализатор содержания твёрдой фазы, основанный на ЯМР-методе. Это можно обосновать следующим образом.

Определение содержания твердой фазы в жирах методом импульсного ЯМР основано на том, что в твердом жире обмен энергией проходит значительно быстрее, чем в масле. Время спин–спиновой релаксации (t) для твердого жира составляет, примерно, 10 мкс, а для жидкого масла – около 100 мкс. Чтобы получить оптимальное соотношение сигнал к шуму, используют 90 градусный импульс.

Исходное средство измерения (эталон) должен воспроизводить шкалу концентрации твердой фазы в смеси твердой и жидких компонентов в интервале от 0 до 1 с одной или двумя точками в зависимости от способа, реализуемого в ЯМР – анализаторе.

Методика проведения работы

Концентрация твердой фазы может быть измерена прямым и косвенным способами. В первом случае аналогично с методом постоянной волны (широкополосный ЯМР) используют сигнал только от жидкой фазы, воспроизводимый какой-либо жидкостью. Магнетизация в твёрдом жире снижается очень быстро: сигнал от твердой фазы через 70 мкс значительно меньше 0,1 % первоначального значения, поэтому рекомендуют использовать интервал времени 70 мкс как компромисс между t твердой фазы и неомогенностью постоянного магнита. Неомогенность может быть выражена как интервал времени, в течение которого сигнал жидкой фазы уменьшается вдвое. Этот интервал времени составляет около 1 мкс. Уменьшение магнетизации жидкой фазы за 70 мкс, таким образом, менее 1 %. Размер сигнала через 70 мкс после воздействия 90-градусным импульсом (L) пропорционален числу протонов в жидкой фазе. После расплавления образца размер сигнала пропорционален общему числу протонов. Если скорректировать сигнал по температурной зависимости равновесной магнетизации M_0 Q-фактора измерительного контура (с помощью сигнала от исходного образца жидкого масла при обеих значениях температуры) и пренебречь различием в концентрации протонов в жидкой и твердой фазах, концентрация твердой фазы $C_{mm}(T)$ при температуре T выразится формулой:

$$C_{mm}(T) = K * L_{жс} (1 - L_m / L_{жс}), \quad (4.34)$$

где $L_{ж,т}$ – размер сигнала от жидкой и твердой фаз соответственно;

$K = L_{ож} / L_{от}$ – отношение сигналов от исходного образца жидкого и твердого компонентов.

Исходя из (3.35), исходные образцы в данном случае необходимы для:

- воспроизведения размера единицы;
- проверки линейности амплитудной характеристики анализатора;
- определения температурной поправки.

Сущность прямого измерения сигналов от жидкой и твердой фаз

Концентрация твердой фазы в образце может быть найдена непосредственно по формуле:

$$C_{mm}(t) = \frac{S(t)}{S^*(t) - L(t)}. \quad (4.35)$$

Общее количество протонов в образце пропорционально размеру сигналов $S(t)$ и $L(t)$. Однако вследствие ненулевого запаздывания времени приемника невозможно измерить непосредственно сигналы $S(t)$ и $L(t)$, а только сигнал $[S'(t) - L(t)]$ через некоторое время после воздействия 90-градусным импульсом.

Предполагается, что существует фиксированное соотношение между начальным значением сигнала твердой фазы $S(t)$ и значением этого сигнала после времени запаздывания измерительного контура:

$$C_{nn}(t) = \frac{fS(t)}{fS(t) + L(t)}. \quad (4.36)$$

Коэффициент f определяется падением магнетизации в течение времени запаздывания измерительного контура. Снижение магнетизации зависит от спин–спинового времени релаксации T_2 . Таким образом, и f зависит от T_2 . На значение T_2 влияет положение и расстояние между протонами и, особенно, их подвижность. Дефекты кристаллизационной решетки часто приводят к высокой подвижности молекул и в результате к возрастанию T_2 . Пищевые жиры, которые содержат большое количество различных триглицеридов, обнаруживают большие различия в значениях T_2 .

Значение T_2 , а значит и f , зависит от состава жира, температуры жира (состав твердой фазы изменяется с температурой), кристаллической модификации (триглицериды могут кристаллизоваться в различные модификации – альфа, бета – прим. и бета). Следовательно, все эти факторы должны быть нормированы и войти в определение размера единицы.

Сильное переохлаждение часто ведет к менее упорядоченной альфа-модификации, которая постепенно переходит при более высокой температуре в бета–прим или бета. T_2 альфа-модификации часто по меньшей мере в 2 раза больше, чем бета-прим и бета модификаций.

Значение f определяют, используя исходные образцы с фиксированным содержанием твердой фазы. Коэффициент f может быть также определен, используя для сравнения косвенный метод. В таком случае, прежде чем начинать прямые измерения, на микропроцессоре устанавливают среднее значение f_c . Из различий в содержании твердой фазы, определенной прямым и косвенным методами, затем получают расчётное значение f_p , которое нужно использовать, чтобы получить одинаковое содержание твердой фазы по прямому и косвенному методам:

$$f_p = f_c \frac{S_k(1 - S_{np})}{S_{np}(1 - S_k)}. \quad (4.37)$$

Поскольку f является эмпирическим параметром, зависящим от аппаратуры, важное значение имеет стандартизация условий его работы, в частности, времени запаздывания и ширины импульса.

Для проверки линейности амплитудной характеристики готовили 3 раствора жидкого масла, помещая в пикнометры соответственно 2,5; 5 и 7,5 мл каждого масла и доводя их до объёма 10 мл четыреххлористым углеродом. В пробирку для измерения вводили 2 мл первого раствора и затем измеряли сигнал аппарата через 10 мкс и 70 мкс. Для каждого времени измерения делали по 5 последовательных отсчётов. По полученным данным рассчитывали среднее значение сигнала для каждой серии измерений через 10 и 70 мкс, а также члены регрессионного уравнения.

Для определения температурной поправки измеряли амплитуду сигнала от жидкого масла через 70 мкс при значениях температуры t_1 и t_2 .

Стандартизация прямого метода измерения может быть осуществлена, как указывалось выше, с использованием косвенного метода. Более целесообразно проводить стандартизацию по исходным образцам. Методика калибровки спектрометра в таком случае заключалась в подборе f -фактора таким образом, чтобы концентрация твердой фазы в образцах была воспроизведена на спектрометре с заданной точностью.

4.3.5. Установление концентрации воды в конденсированных веществах

В настоящее время экспресс-анализаторы влаги на производстве используют эпизодически, а в подавляющем большинстве случаев этот параметр измеряют косвенным термогравиметрическим методом (ТГМ).

Об единстве измерений влажности в рамках пищевых отраслей можно и необходимо ставить и решать вопрос не только из экономических соображений, но и по существу, так как многие пищевые объекты измерений, как было отмечено выше, связаны материальным балансом.

Решение проблемы единства измерений во влагометрии требует уточнения следующих, казалось бы, очевидных вопросов: что является измеряемым свойством и какой физической величиной его выразить, что понимать под измеряемым компонентом, каким образом воспроизводить размер единицы? Ответы на них даны ниже.

Измеряемое свойство и физическая величина во влагометрии пищевых производств

Необходимость конкретизации измеряемого в пищевой влагометрии свойства и характеризующей его физической величины имеет не только чисто метрологическое, но и научно-технологическое значение. Как известно, вода в пищевых продуктах может иметь различные физические, химические, реологические и микробиологические свойства в зависимости от того состояния, в котором она находится. Состояние воды характеризуется степенью сорбции. Различные состояния воды имеют место при её сорбции крахмалом, капиллярами твёрдых тел, сорбирующими растворами углеводов. Отмечено, что в каждом случае проявляются разные свойства воды. В частности, сорбированная вода не участвует в окислительных реакциях, в реакциях ферментативного потемнения, непригодна для развития спор микроорганизмов.

Вода и механизмы её превращения играют определённую роль в химических, физических, биологических и микробиологических процессах, протекающих в пищевых изделиях как сложных органических системах. Наличие воды в изделии представляет практический интерес. Считается, что с активностью воды a_w более тесно связаны физические, химические и биологические свойства пищи и других природных продуктов, чем просто с общим содержанием влаги. Изменение цвета, аромата, вкуса, текстуры,

стабильности, приемлемости сырой и приготовленной пищи зависят от a_w , хотя и в относительно узком интервале её значений. Она имеет прямое влияние на химические, энзиматические реакции и развитие микроорганизмов. Эффект связан с тем, что вода в виде монослоя прочно связана и не может действовать как водная фаза - реакционная среда, или при этом скорость реакции столь мала, что эта вода не оказывает существенного влияния на стабильность продукта. По мере роста a_w вязкость среды падает, что отражается на скорости протекания реакции. В пределах гетерогенных систем, каковыми являются пищевые продукты, реактивность каждого компонента зависит от его окружения молекулами воды и конкуренции гидрофобных и гидрофильных групп и структурирования пробы. Другими словами, свойства системы зависят от связывающей воду энергии специфических молекулярных групп и взаимодействия между гидрофильными химическими составляющими. Общая энергия связи между химическими группами отражается на равновесии давления пара воды или абсолютной влажности системы. Известны работы по исследованию применения данных об активности воды в пищевой промышленности.

Таким образом, влагосодержание или влагоемкость системы и активность содержащейся в ней воды это два различные свойства, которые для своего количественного оценивания имеют различные физические величины, единицы и средства измерений.

Принципиальное отличие состоит в том, что влагоемкость материалов является интегральным свойством, характеризующим влажный материал как статическую систему, так как влагосодержание (влагоемкость) измеряют обязательно в состоянии гигродинамического равновесия. Активность воды, напротив, является кинетическим свойством и характеризует систему в динамическом состоянии. У них различны и определяющие уравнения. В общем виде влагоемкость выражают отношением массы воды m_v , содержащейся в системе, к массе этой системы m : $C_{v,c} = m_v/m$, в то же время a_w определяется, как отношение парциальных давлений воды в материале p_v и окружающей его среде p : $a_w = p_v/p$.

Измеряемый во влагометрии компонент

Хотя измеряемый во влагометрии компонент очевиден – это вода, но в количественном смысле не всё так просто. В общем определяющем уравнении концентрации воды $C_{xy} = X/Y$ “размыты” его границы. Дело в том, что пищевые производства имеют дело исключительно с коллоидными материалами, обычно гидрофильными, в виде растворов, гелей-студней и коллоидных капиллярно-пористых твёрдых тел. При этом необходимо принимать во внимание разносторонние физико-химические и, в частности, коллоидно-химические факторы - строение материала, взаимодействие с внешней средой, в основном с влагой, влияние адсорбирующих добавок, резко изменяющих структуру и структурно-механические свойства указанных материалов.

Как известно, вода в капиллярно-пористых телах может находиться в нескольких формах, характеризующихся различными механизмами и энергиями связи (гидратация, моно- и полимолекулярные силы, капиллярные взаимодействия). Часть воды в материале может быть достаточно жестко связана с веществом (кристаллизационная влага, вода гидратных комплексов). В органических материалах, особенно растительного происхождения, вода находится, как правило, в форме гидратных комплексов, образующихся на сложных полимерных молекулах среды.

Например, масличные семена состоят из кожуры и ядра. В кожуре содержится целлюлоза, лигнин, белки и минеральные вещества. В состав ядра входят белки, жиры, углеводы, органические кислоты. В клетках ядра находятся также многочисленные микрокапилляры, заполненные маслом. Гелевый остаток протоплазмы и значительное количество белков в семени определяют его высокие влагосорбционные свойства. Кожура менее гидрофильна и препятствует поступлению влаги в ядро, которая проникает сюда, главным образом, через микропилль и халазу, не прикрытые полисадным слоем.

Вещество семени относят к капиллярно-пористым коллоидным телам. Ядро семени представляет собой коллоидный материал различной степени дисперсности. Влага в ядре имеет различные формы связи: химическую, адсорбционную, осмотическую, структурную и микрокапиллярную. Вода, ввиду плохой растворимости в масле, локализована в гелевой части семян, в гидрофобной масляной части её немного.

Формы связи воды с матрицей обусловлены различием энергетических уровней связи молекул воды с молекулами компонентов, составляющих анализируемую смесь. Это отражается на интенсивности соответствующего отклика объекта измерений на внешнее воздействие при принятом методе измерения. Т.е. различные методы измерения, в общем случае, дают отличающиеся измеренные значения влажности. Так, например, термогравиметрический метод (ТГМ) позволяет определять только свободную влагу, в то время как СВЧ-метод фиксирует и химически связанную воду. В связи с этим для выбора исходного метода измерения необходимо установить, какой вид связи воды с матрицей имеет основное значение в пищевой влагометрии.

Физико-механическая форма связи проявляется здесь в поглощении влаги поровой и капиллярной системой материала и определяется по способности скелета твёрдой фазы удерживать влагу в макро- и микрокапиллярах в неопределённом состоянии. Данная форма связи обладает наименьшей энергией.

Связанная вода обусловлена химической связью, энергия которой является наибольшей, а, следовательно, и самой прочной. Химически связанную воду нельзя удалить отжатию и сушкой. *Физико-химическая* связь создаёт переходную зону между свободной и связанной водой. Условие образования осмотической связи - избирательная диффузия через

полупроницаемые оболочки. Причина, обуславливающая эту связь – осмотическое давление, создаваемое растворами различной концентрации. *Осмотически* удержанной (влага набухания) является влага, находящаяся в замкнутых ячейках коллоидной системы материала. Такую влагу относят к *свободной*, так как ей соответствует очень малое (даже равное нулю) значение энергии связи. Осмотическую связь имеет влага, входящая в структуру мисцелл, и свободно захваченная (иммобилизационная), находящаяся в капиллярах структуры твёрдой фазы. *Адсорбционная* связь обусловлена наличием молекулярного силового поля частиц и при развитой поверхности тела будет наибольшей. Для масличных семян, семян зерновых и других характерна развитая внутренняя поверхность, а следовательно, значительная поверхностная энергия, обуславливающая адсорбционно-связанную воду.

Вид связи влаги с материалом определяет метод воспроизведения размера единицы концентрации воды в материале. Его можно определить по характеру изменения диэлектрических характеристик материала от концентрации воды и от частоты воздействующего поля. Это объясняется тем, что значения диэлектрической проницаемости чистой воды и сухого пищевого продукта (практически всех) существенно различаются. Различен и механизм их взаимодействия с переменным электромагнитным полем на сверхвысоких частотах: при наличии диполей, обладающих значительным временем релаксации, степень их ориентации на высоких частотах уменьшается, что приводит к уменьшению диэлектрической проницаемости.

В обезвоженном состоянии практически все пищевые материалы имеют существенно более низкое значение ϵ , чем у воды. Они не обнаруживают частотных и температурных аномалий. Это даёт основание считать, что аномальные зависимости, характерные для пищевых продуктов, обусловлены только присутствием воды. Поскольку время релаксации молекул, составляющих сухие пищевые продукты, намного больше, чем молекул воды, в области дебаевских релаксаций изменение ϵ' и ϵ'' будет соответствовать трем областям физической адсорбции. При заполнении до полного объёма монослоя релаксационный максимум сдвигается в области более низких частот, соответственно уменьшается ϵ' . После заполнения всех активных центров последующая адсорбция приводит к сдвигу пика релаксации в сторону повышения частоты, которая в пределах стремится к частоте релаксации чистой воды. Характер частотно-влажностной зависимости влажных материалов будет определяться, в первую очередь, значением удельной поверхности твёрдой фазы.

С уменьшением концентрации воды в материале растёт вклад моносорбции. Поэтому характер кривых $\epsilon'(\omega)$; $\epsilon''(\omega)$; $\epsilon'(T)$; $\epsilon''(T)$; $\epsilon'(C)$ и $\epsilon''(C)$ изменяется за счёт поличастотной релаксации и далее. При концентрации воды равной или меньшей полного объёма монослоя, изменение этих зависимостей будет определяться только связанной водой.

Коллоиды и эмульсии, несмотря на различную природу, имеют много общих диэлектрических свойств. У гидрофильных коллоидов часть молекул

воды внедряется в мицеллы коллоида, и эта вода уже не участвует в ориентационной поляризации, у неё $\epsilon = 2$.

Хотя граница между связанной и свободной водой размытая, при достаточно высоких значениях частоты излучения кривые $\epsilon = f(W)$ для многих пищевых объектов измерений имеют достаточно чётко выраженную переходную область, что хорошо видно на рис. 4.5, показывающем такую зависимость для ряда продуктов. Эти данные наглядно иллюстрируют границу между свободной и связанной водой и механизм её выявления. По ним видно, что хотя граница между свободной и связанной водой у разных продуктов смещается, но важно, что именно по нормированным значениям концентрации пищевые продукты могут быть разделены на две группы.

Как видно, линейность нарушается при концентрации воды менее 5 %, что говорит о возрастании роли связанной воды на информационный сигнал при этом уровне влажности. Этот вывод подтверждает и анализ влагометрических задач по нормативной документации. Пищевую продукцию можно разделить на две, вышеобозначенные условные группы: с концентрацией влаги менее 2 – 3 % и от 4 % и более.

Важным фактором в пользу такого вывода является то, что в пищевой аналитике сегодня исходным является термогравиметрический метод измерения, в основе которого лежит выделение воды из анализируемого материала при температуре (105 – 130) °С, что соответствует свободной воде. Это подтверждается термограммами, полученными на хлопковых семенах, которые показаны на рис.4.6.

Испытывались семена, воздушно сухие (кривая 1), специально увлажненные (кривая 2) и высушенные при температуре 105 °С (кривые 3) На увлажненных семенах были получены отчётливые эндоэффекты при температуре (100 – 120) °С и два экзотермических эффекта при значениях температуры 280 и 360 °С. Для образцов, высушенных при температуре 105 °С (кривая 3), эндоэффект при температуре в диапазоне 100 – 120 °С не выявлен. Следовательно, эффект при этой температуре относится в первую очередь к удаленной свободной воде.

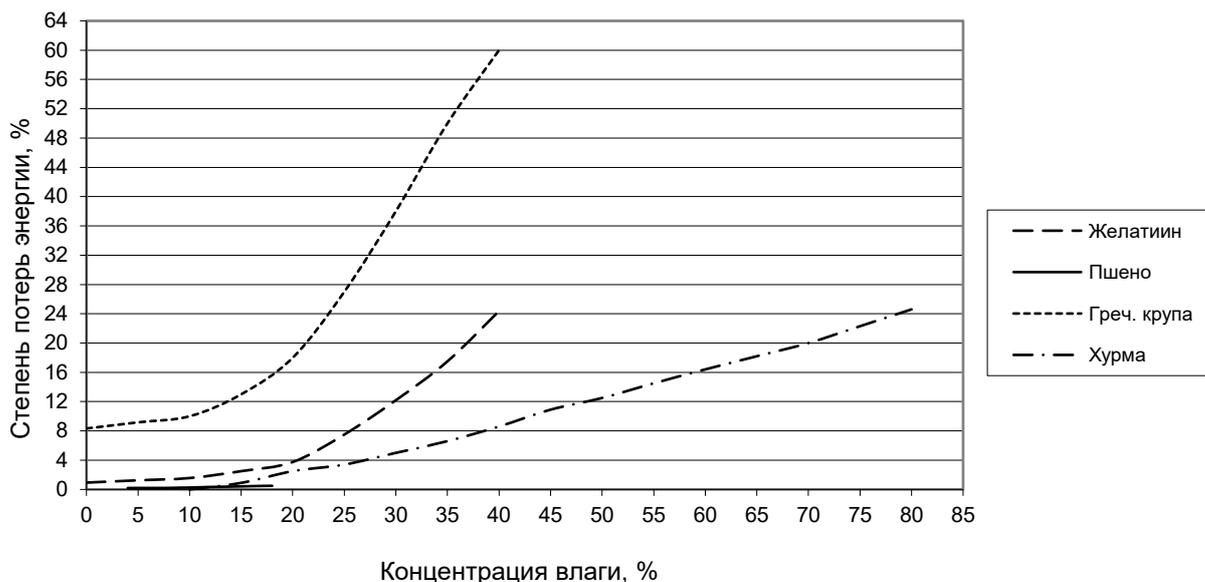


Рис. 4.5. Зависимость потерь энергии от влажности

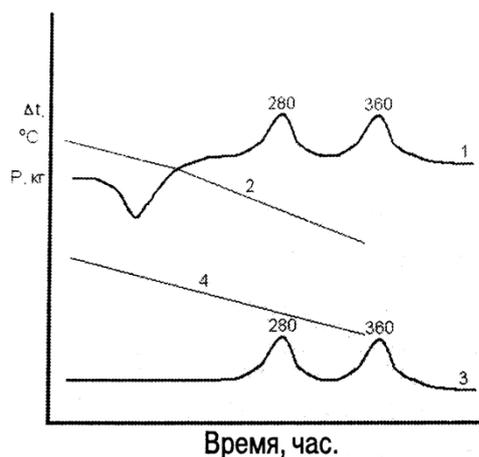


Рис. 4.6. Термограмма сушки семян

Связанная влага удаляется при существенно более высокой температуре, что подтверждается эффектами при 280 °C и 360 °C. На кривых 2 и 4, снятых на семенах, высушенных при 105 °C (кривая 4), изменений массы до этой температуры не наблюдается. Для воздушно сухих образцов потеря массы составляла 3,3 %, для увлажненных – 7 %. Таким образом, связанная вода термогравиметрическим методом не определяется. В связи с этим неправильно регламентировано применение этого метода для измерения концентрации воды в сахаре, растительном масле и ряде других продуктов.

Уменьшение сигнала ЯМР-анализатора на единицу выпариваемой воды значительно меньше при остаточной концентрации влаги в масличных семенах менее (4,5 – 5,0) %, чем при более высоком значении. Аналогичные результаты получены с соей, овсом и др.

Исходя из изложенного, сформулируем следующие определения.

Концентрацией воды во влажных пищевых продуктах называется отношение массы свободной воды, содержащейся в продукте, к его массе.

Размером единицы концентрации воды во влажных пищевых продуктах, находящихся в конденсированном состоянии, является 1 % (10 мг/г) – концентрация воды в образце, из 1 грамма которого при нагревании при температуре (100 ± 2) °С до установления постоянного значения массы в пределах $\pm 0,01$ г выделится 10 мг воды.

Концентрацией воды в сухих пищевых продуктах называется отношение массы связанной воды к массе содержащего её продукта.

Размером единицы концентрации является 10 мг/г - концентрация продукта, определённая по методу Фишера.

Выбор материального носителя размера единицы

В настоящее время для воспроизведения размера единицы концентрации влаги в пищевых материалах используют натуральные продукты, для которых предназначен конкретный влагомер. В этом случае не выполняется одно из главных требований к материальному носителю размера единицы: воспроизводимость и (или) сохраняемость измеряемого свойства. Это связано с тем, что пищевые продукты являются биологически активными, а потому их свойства количественно изменяются довольно интенсивно со временем в зависимости от многих факторов. А это значит, что, в конечном счёте, при использовании в качестве материального носителя даже одного и того же продукта каждый раз воспроизводится отличающийся размер единицы [21, 22].

Выбор материального носителя должен учитывать способ передачи воспроизводимого размера единицы. Он может основываться на диэлькометрическом методе измерения. При этом диэлектрические свойства пищевых продуктов у выбранного в качестве материального носителя материала должны быть “среднестатистическими” относительно тех материалов, которые будут объединены в одну группу для данной системы обеспечения единства измерений. Подобным материалом может быть, например, клетчатка (целлюлоза). Это вещество содержится в значительном количестве в большинстве видов сырья и готовых пищевых изделий. Так, например, клетчатка – главная часть клеточных стенок семени и составляет основной его скелет. Целлюлоза обладает высокой химической стойкостью и большой механической прочностью. Она растворима лишь в ограниченном числе растворителей. У этого материала хорошие гигроскопические свойства, достаточно стабильная во времени и устойчивая изотерма сорбции. Воспроизводить заданное значение концентрации влаги можно насыщением целлюлозы в замкнутом объёме (эксикаторе) над насыщенными растворами определённых солей и кислот.

Размер единицы концентрации влаги во влажных материалах может быть определен термогравиметрическим методом. Для сухих материалов – методом Фишера. Они в этом качестве будут использованы единожды.

Исходный метод измерения влажности

В качестве исходного метода измерения влажности могут быть использованы два: термогравиметрический (ТГМ) и (метод Фишера).

Термогравиметрический метод – наиболее распространенный, однако имеет высокую погрешность в области малых значений концентрации воды. В этой части диапазона на роль исходного более применим титрометрический метод К.Фишера.

Этот метод основан на количественной реакции между водой и реактивом, состоящим из двуокиси серы и йода в безводном пиридине и обычно метанола. Реакцию проводят в подходящем растворителе, таком, как метанол или уксусная кислота. Титрование по Карлу Фишеру – классический метод титрования в аналитической химии, используемый для определения малого количества воды в анализируемой пробе. Метод был разработан в 1935 г. немецким химиком Карлом Фишером.

Фундаментальный принцип «определения воды по Фишеру» основан на реакции Бунзена между йодом, диоксидом серы и водой. К. Фишер обнаружил, что использование избытка диоксида серы, метанола в качестве растворителя и пиридина как основания (для буферизации раствора) можно использовать для определения воды в неполярных растворителях.

Вопросы для самоконтроля:

1. Три группы величин, характеризующие состав.
2. Принципы и методология построения систем воспроизведения и размеров единиц аналитических величин.
3. Физический смысл измеряемого свойства.
4. Принципы построения системы, обеспечивающей единство измерений.
5. Применение единицы мутности в пищевой промышленности.
6. Принцип передачи размера единицы от эталона рабочим приборам измерений.
7. Измеряемое свойство и физическая величина во влагометрии пищевых производств.
8. Выбор материального носителя единицы измерений.

Аккредитация испытательных и измерительных лабораторий

Развитие системы аккредитации испытательных и измерительных лабораторий в России

В 2017 году вышла очередная версия стандарта ISO/IEC17025 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий». Позже было установлено ограничение – трёхлетний период для обязательного перехода всех испытательных и калибровочных лабораторий на работу по новой версии стандарта ISO/IEC17025–2017. Это означало, что все испытательные лаборатории, научные центры и калибровочные лаборатории должны были получить оценку на соответствие по ISO/IEC17025–2017 уже к ноябрю 2020 года.

Ещё до наступления данного срока был подготовлен документ ГОСТ ISO/IEC17025–2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» при участии Республиканского унитарного предприятия «Белорусский государственный центр аккредитации» на основе их собственного аутентичного перевода на русский язык английской версии стандарта ISO/IEC17025–2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. На расширенном пятьдесят пятом заседании Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в период (27 – 28) июня 2019 года в городе Пятигорске был принят к действию новый стандарт ГОСТ ISO/IEC17025–2019, заменивший собой ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009. Документ официально был введён в действие 1 сентября 2019 года согласно решению Росстандарта от 15 июля 2019 года.

Позже, приказом Росаккредитации от 9 августа того же года, № 144 утверждён План перехода участников национальной системы аккредитации на ISO/IEC17025:2017.

Самое важное, что здесь необходимо было учитывать – обязательное применение стандарта всеми аккредитованными лабораториями, начиная со дня вступления в силу изменений, в соответствии с полученными ими критериями аккредитации.

Для успешного проведения аккредитации лабораториям необходимо было прежде всего провести самооценку, если это ещё не было предварительно сделано, оформить анкету самообследования на соответствие положениям ГОСТ ISO/IEC17025–2019, то есть определиться, какие ещё необходимо будет внести изменения в документацию системы менеджмента качества, актуализировать документацию, провести внутренний аудит по путям реализации обновленных требований, разработать план дальнейших мероприятий, направленных на повышение уровня компетентности персонала.

Сопоставительный анализ ГОСТ ISO/IEC17025–2019 и ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 представлен в приложении 3.

Современные требования к аккредитации лаборатории. Технические требования. Развитие системы менеджмента качества

Требования, предъявляемые к аккредитации лабораторий, подробно отображены в ГОСТ ISO/IEC17025–2019. Основные из них следующие:

Беспристрастность

Лабораторная деятельность должна проводиться беспристрастно, а также организовываться таким образом, чтобы обеспечивать требования беспристрастности. Руководство каждой конкретной лаборатории должно взять на себя обязательства по беспристрастности. Это должно включать все возможные риски, которые только могут возникать в процессе её деятельности, в результате её отношений или её персонала. При обнаружении риска для беспристрастности руководство лаборатории должно быть в состоянии продемонстрировать то, как она способна устранять или минимизировать такой риск.

Конфиденциальность

Лаборатория должна взять на себя обязательство о том, что она заранее будет информировать заказчика об информации, которую она намерена распространить в свободном доступе. Исключение составляет информация, которая неизбежно становится общедоступной по решению самого заказчика либо по согласованию между лабораторией и заказчиком (например, с целью реагирования на поступающие от населения жалобы). Вся иная информация является конфиденциальной. Если в соответствии с принятыми законодательными нормами или договорами лаборатория должна раскрыть конфиденциальность, она обязана уведомить об этом заказчика или иное заинтересованное лицо.

Требования к структуре

Лаборатория должна быть лицом, которое несёт юридическую ответственность за свою деятельность. В лаборатории должно быть руководство, которое несёт полную ответственность за всю работу лаборатории. Лаборатория должна определить область лабораторной аккредитованной деятельности. Лаборатория должна нести ответственность за работу во всех местах её постоянного дислоцирования, а также вне мест её постоянного размещения, на временных или передвижных площадках своих или заказчика.

Персонал

Весь, как постоянный, так и привлекаемый персонал лаборатории, который может повлиять на её деятельность, должен действовать беспристрастно, компетентно и работать в соответствии с утверждённой системой менеджмента лаборатории. Лаборатория должна документировать требования к компетентности персонала для каждой позиции, влияющей на результаты лабораторной работы, в том числе требования к уровню

образования, техническим знаниям, навыкам, опыту, квалификации, профессиональной подготовке. Руководство лаборатории должно доводить до каждого сотрудника его должностные обязанности, ответственность и полномочия и вести записи по:

- подбору и подготовке персонала;
- наделению персонала полномочиями;
- периодичности мониторинга компетентности персонала и повышения квалификации.

Лаборатория должна уполномочить персонал для выполнения конкретной лабораторной работы, включая перечисленное, но не ограничиваясь этим:

- разработку, изменения, верификацию и валидацию методик;
- анализ получаемых результатов;
- подготовку отчётов о результатах, их обсуждение и утверждение.

Помещения и условия окружающей среды

Условия окружающей среды и сами помещения должны быть пригодными для осуществления лабораторной работы в области аккредитации и не должны негативно сказываться на достоверность результатов. Такие требования должны документироваться. Лаборатория должна с установленной периодичностью осуществлять мониторинг окружающей среды в соответствии с техтребованиями и МИ.

При осуществлении деятельности на объектах вне лаборатории, должно быть обеспечено соответствие помещений и условий требованиям.

Оборудование

Лаборатория должна иметь постоянный доступ к оборудованию. В случае, когда лаборатория использует оборудование вне её зоны постоянного управления, она должна обеспечить его соответствие требованиям ГОСТ ISO/IEC 17025–2019. Должны иметься процедуры обращения с оборудованием хранения, его транспортировки, эксплуатации и надлежащего обслуживания, в целях обеспечения нормального функционирования. Используемое для измерений оборудование должно гарантированно обеспечивать достаточную точность и/или неопределённость измерений. Оно должно быть откалибровано.

Оборудование, которое подверглось перегрузке или неправильному обращению, выдаёт несоответствующие результаты, а также в случае, если оно не соответствует установленным требованиям, должно быть выведено из обращения.

Должны вестись записи о состоянии всего оборудования, влияющего на лабораторную работу. Записи должны включать:

- идентификацию оборудования, включая программное обеспечение, в том числе встроенного;
- наименование изготовителя, идентификацию типа, серийный номер или иную определяющую идентификацию;
- данные, что оборудование соответствует установленным требованиям;

- текущее местонахождение оборудования;
- даты и результаты калибровок, регулировок, критерии приёмки и планируемую дату следующей калибровки;
- документацию на СО, результаты, критерии приёмки, даты и сроки годности;
- план технического обслуживания;
- информацию о повреждениях, модификациях или ремонте оборудования.

Метрологическая прослеживаемость

В лаборатории должна осуществляться и поддерживаться метрологическая прослеживаемость результатов измерений по Международной системе единиц (СИ) посредством:

- калибровок;
- сертифицированных значений СО;
- непосредственной реализации единиц, подтверждённой сличениями, прямыми или косвенными, с национальными эталонами или международными.

Продукция и услуги, предоставляемые внешними поставщиками

В лаборатории должна обеспечивать пригодность используемых продуктов и услуг внешних поставщиков, которые оказывают влияние на работу лаборатории.

Выбор и проверка

Лаборатория должна применять МИ для всех видов лабораторной работы и оценивания неопределённости измерений. Все методики и сопутствующие нормативные документы должны поддерживаться в надлежащем состоянии и быть легкодоступными для персонала. Лаборатория должна работать по действующей редакции метода. При необходимости должны быть разработаны дополнительные уточнения. Записи о верификации должны сохраняться.

Валидация МИ

В лаборатории должны проводиться валидации нестандартных МИ, разработанных лабораторией, и стандартных МИ, используемых за пределами их области применения или модифицированных.

Лаборатория должна сохранять следующие записи о валидации:

- процедуру валидации;
- перечень указанных требований;
- характеристики метода;
- полученные результаты;
- заключение о пригодности МИ.

Отбор образцов

Метод отбора образцов в идеале должен учитывать факторы, обеспечивающие достоверность результатов. Методы отбора образцов должны описывать:

- выбор образцов или точек отбора;

- план отбора;
- пробоподготовку или обработку веществ, материалов или продукции.

В лаборатории должны сохраняться соответствующие записи об отборе образцов, включающие:

- ссылку на применённый метод отбора;
- дату и время отбора;
- данные для идентификации;
- данные о лице, выполнившего отбор;
- данные об оборудовании отбора;
- условия среды и транспортировки;
- схемы места отбора образцов, если необходимо.

Обращение с объектами испытаний или калибровки

В лаборатории должна быть отработана и задокументирована процедура транспортировки, получения объектов испытаний или калибровки, обращения с объектами испытаний или калибровки, защиты, обеспечения сохранности, уничтожения или возврата объектов испытаний или калибровки, включая все условия, необходимые для защиты целостности объектов испытаний или калибровки и защиты интересов лаборатории и заказчика.

Технические записи

Лаборатория должна обеспечивать наличие технических записей для каждого вида лабораторной работы, позволяющей идентифицировать факторы, влияющие на результат измерений и связанную с ними неопределённость, а также возможность повторного проведения данной лабораторной работы в условиях близких к первоначальным.

Оценивание неопределённости измерений

В лаборатории персонал должен уметь определять вклады в неопределённость измерений. В тех случаях, когда МИ исключает строгую оценку неопределённости измерений, оценивание должно проходить на основе понимания теоретических принципов или практического опыта.

Обеспечение достоверности результатов

В лаборатории должна иметься процедура для мониторинга достоверности результатов своей работы. Полученные данные должны регистрироваться, чтобы возможно было выявлять тенденции, должны применяться статистические методы анализа результатов. Мониторинг должен включать:

- использование СО;
- использование альтернативного оборудования, откалиброванного, для обеспечения прослеживаемости результатов;
- проверку функционирования измерительного и испытательного оборудования;
- использование контрольных карт;
- промежуточные проверки измерительного оборудования;
- повторные испытания или повторную калибровку хранящихся образцов;

- корреляцию результатов для различных характеристик образца;

Должен осуществляться и мониторинг своей деятельности путём сравнения с результатами других лабораторий, если это возможно и применимо.

Представление отчётов

Результаты должны быть изучены и утверждены до их выдачи заказчику. Отчёты должны включать в себя всю информацию, согласованную с заказчиком и необходимую для интерпретации результатов.

Все оформленные отчёты должны сохраняться в виде техзаписей.

Общие требования к отчётам

Каждый отчёт должен включать, как минимум:

- наименование и адрес лаборатории;
- место осуществления лабораторной работы, в том числе осуществлённой на площадках заказчика;
- уникальную идентификацию отчёта;
- контактные данные заказчика;
- идентификацию применяемых МИ;
- описание и состояние образцов;
- дату получения образцов для испытаний или объектов калибровки и дату отбора образцов;
- даты осуществления лабораторной работы;
- дату выдачи отчёта;
- план и метод отбора образцов;
- заявление в котором указывается, что результаты относятся только к тем объектам, которые прошли испытания, калибровку или отбор;
- результаты с единицами измерения;
- дополнения, отклонения или исключения из метода;
- идентификацию лиц(а), утвердившего(их) отчёт;
- идентификацию результатов от внешних поставщиков.

Лаборатория должна нести ответственность за всю информацию, представленную в отчёте, за исключением случаев, когда информация предоставляется заказчиком. Данные, предоставленные заказчиком, должны быть чётко идентифицированы. Кроме того, в случае, если информация предоставлена заказчиком, и она может повлиять на достоверность результатов, в отчёт должно быть включено заявление об ограничении ответственности лаборатории. В случае, если лаборатория не осуществляет и не несёт ответственности за стадию отбора образцов (например, образец был предоставлен заказчиком), в отчёте должно быть отражено, что полученные результаты относятся к предоставленному заказчиком образцу.

Представление заключений о соответствии

В лаборатории проводится документирование правил принятия решений. В заключении о соответствии должно быть чётко прописано:

- к каким результатам данное заключение применяется;

- соответствует или не соответствует объект спецификациям, стандартам или их разделам;
- использованное правило принятия решения.

Изменения в отчётах

Если необходимо переоформить отчёт, внести изменения, дополнения, любое изменение информации должно быть чётко обозначено и, если необходимо, причина внесения изменения должна быть отражена в отчёте. Изменения в отчёт должны вноситься только в виде дополнительного документа с формулировкой: «Изменение к отчёту, № (или иная идентификация)».

Жалобы

Для получения, рассмотрения жалоб и претензий лаборатория должна иметь отработанный процесс принятия решений по ним. Описание процесса обращения с жалобами всем заинтересованным сторонам по запросу должно иметь доступный характер.

Прежде всего необходимо удостовериться, входит ли жалоба в зону ответственности лаборатории, и, если это так, то должно принять её на рассмотрение. В этом случае лаборатория несёт ответственность на всех стадиях процесса рассмотрения жалобы за принятие своих решений. Процесс рассмотрения жалоб должен включать:

- описание процесса получения, рассмотрения жалобы и принятия решения об ответных действиях;
- регистрацию жалоб;
- обеспечение принятия необходимых мер.

Лаборатория должна предоставлять заявителю, когда только будет возможно, официальное уведомление о результатах рассмотрения жалобы.

Управление несоответствующей работой

В лаборатории должна иметься и такая процедура, которая применяется в том случае, если какой-либо из результатов работы не соответствуют собственным процедурам или требованиям лаборатории, согласованным с заказчиком. Такая процедура должна обеспечивать, что:

- определены зоны ответственности и полномочия в управлении несоответствующей работой;
- действия, включая приостановку, основаны на уровнях риска, установленных в лаборатории;
- принято решение о неприемлемости несоответствующей работы;
- если необходимо, аннулированы результаты работы;
- осуществлено принятие решения о возобновлении или не возобновлении работы. В отношении несоответствующей работы лаборатория должна вести записи.

Требования к системе менеджмента

Система менеджмента лаборатории должна быть установлена, документирована, внедрена и поддерживаться в соответствии с ГОСТ ISO/IEC17025–2019 по варианту А или В.

Вариант А

Система менеджмента лаборатории должна предусматривать:

- документирование системы менеджмента;
- управление документацией системы менеджмента;
- управление записями лаборатории;
- действия, связанные с рисками;
- улучшения;
- действия корректирующего свойства;
- проведение внутренних аудитов;
- анализ со стороны руководства.

Внутренние аудиты

Внутренние аудиты должны проводиться через запланированные интервалы для подтверждения того, является ли система менеджмента соответствующей собственным требованиям лаборатории к своей системе менеджмента.

Подготовка документации для Росаккредитации. Руководство по качеству. Паспорт лаборатории. Декларация независимости. Заявление о беспристрастности

Образец декларации о соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 и другие сопутствующие документы к аккредитации показаны в приложении 4.

Прохождение процедуры аккредитации

Для получения аккредитации необходимо для начала подать заявление в установленной форме. К заявлению приложить копии документов о соответствии заявителя конкретным критериям аккредитации.

Порядок предоставления госуслуги по аккредитации

1 этап: проведение проверки Росаккредитацией самого заявления об аккредитации вместе с прилагаемыми документами. Срок – 10 рабочих дней со дня приёма заявления;

2 этап: составление экспертной группы. Срок – 15 рабочих дней со дня завершения предшествующего этапа до дня направления заявителю, эксперту по аккредитации и экспертной организации сообщения об утверждении состава группы;

3 этап: проведение соответствия заявителя критериям аккредитации на документарном уровне. Срок – 25 рабочих дней со дня завершения предшествующего этапа;

4 этап: проведение выездной оценки соответствия критериям аккредитации. Срок – 40 рабочих дней со дня завершения предшествующего этапа;

5 этап: принятие решения об аккредитации госкомиссией. Срок – 10 рабочих дней со дня завершения предшествующего этапа.

Общий срок составляет 100 рабочих дней – со дня приёма заявления до дня принятия решения.

Продление сроков аккредитации. Внесение изменений. Расширение области аккредитации

Решение об аккредитации, о расширении области аккредитации или об отказе в аккредитации, в расширении области аккредитации принимается Росаккредитацией в течение 100 рабочих дней.

В общий срок по осуществлению аккредитации, расширению области аккредитации не включаются сроки приостановления осуществления аккредитации в соответствии с законом № 412-ФЗ.

Лабораторная работа

Задание:

Приготовить универсальное лекарственное средство териак по прилагаемой ниже рецептуре, изобретённой царем Митридатом VI Евпатором (126 – 64 годы до н.э.), и описанной лейб-медиком Нерона Андрوماхом. В XIX веке это было излюбленное универсальное лекарственное всеильное профилактическое средство для здоровой жизни.

Проверить его перечисленные выше свойства, дающие своему владельцу долгую здоровую жизнь:

- а) на себе;
- б) на преподавателе;
- в) на авторе.

Методика приготовления

Аппаратура: Сито из шелковой ткани, ступа с пестиком, водяная баня, термометр, весы лабораторные

Все ингредиенты измельчить в порошок и просеять через шёлковистую ткань. На 1000 частей взятого «порошкового териака» берётся 50 частей китайского терпентинного масла, 3500 частей мёда и 250 частей красного вина марки «Гренаш». Терпентинное масло нагревается на водяной бане до полного растекания, и постепенно добавляется в него половина всего порошка. Мёд тоже нагревается до текучего состояния, в него добавляется терпентинное масло и затем оставшийся порошок и вино вплоть до получения нетвёрдой пасты. В продолжение нескольких месяцев приготовленный териак настаивается, затем размягчается в ступке до полного исчезновения комочков. Приготовленный так териак должен выглядеть как мягкая черноватая паста (этот цвет ему сообщает лакрица), по консистенции похожая на мёд. Постепенно состав затвердевает, его можно разрезать на кусочки и изготавливать тонкие пастилки». Норма потребления для взрослого – до 4 г каждые сутки, для ребенка – от 50 мг до 2 г. Употребляется териак в натуральном виде, при растворении его в воде, или как микстура, которую изготавливают в соотношении 1 часть териака к 6 частям коньячного спирта.

Приложение 3.

Основной состав пищевых объектов измерений

Массовая доля основных компонентов в пищевых продуктах, г/100 г продукта												
вода	белки	жиры	углеводы						органические кислоты	экстрактивные вещества	зола	
			общие	сахариды	крахмал	лактоза	сахароза	клетчатка			общая	в том числе NaCl
Удельный вес параметра, %												
100	100	100	80	60	30	10	20	60	80	5	100	20
ЗЕРНОВЫЕ И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ												
Зерновые												
13-14	7-13	1-7	58-71	1-11	25-60	0	0	1-11	0	0	1-5	0
Зенобобовые												
12-14	20-35	1-17	26-55	3-9	2-47	0	0	4-6	0	0	3-5	0
Мука												
9-14	7-49	1-20	31-77	1-12	16-69	0	0	0,1-3	0	0	0,5-5	0
Крупа												
10-14	7-23	0,6-6	58-77	1-4	47-73	0	0	0,2-3	0	0	0,5-3	0
Макаронные изделия												
13	10-12	1-3	72-75	1,5-5	63-70	0	0	0,1-0,2	0	0	0,5-1	0
Общий диапазон												
9-14	7-49	0,6-20	26-77	1-12	2-73	0	0	0,1-11	0	0	0,5-5	0
ХЛЕБ ХЛЕБОБУЛОЧНЫЕ ИЗДЕЛИЯ												
Хлеб												
38-48	4-8	0,7-1	40-54	0,4-2	0	0	0	0,1-1	0,1-1	0	1-3	0
Булочные изделия												
34-37	7-8	1-3	51-53	0-4	0	0	0	0,2	0,3-0,4	0	1-2	0
Сдобные изделия												
23-23	6-8	4-12	54-60	2-20	0	0	0	0,2-0,3	0,3	0	1-2	0
Хлебобулочные изделия с молоком												
23-37	7-8	1-10	50-57	0,7-22	0	0	0	0,1-1	0,3-0,4	0	1-2	0
Булочные изделия с растительным маслом												
31	7-8	4-5	55	6-7	0	0	0	0,2	0,3	0	1	0
Национальные сорта												
29-37	8-10	1-2	51-58	0	0	0	0	0,2	0,3-0,4	0	1-2	0
Бараночные изделия												
12-24	8-11	1-6	60-73	0-9	0	0	0	0,2	0,2-0,3	0	1-2	0
Сухарные изделия												
8-12	8-13	1-11	67-72	0-15	0	0	0	0,1-2	0,3-12	0	1-3	0
Сырьё												
0-100	0-38	0-20	0-85	0	0	0	0	0-8	0	0	0,2-100	0
Общий диапазон												
0-100	0-38	0-20	0-85	0-22	0	0	0	0,1-8	0,1-1	0	0,2-100	0
КОНДИТЕРСКИЕ ИЗДЕЛИЯ												
Сырьё												
0,1-21	0-87	0-67	0	0,1-100	0-85	0	0	0-10	0-3	0	0,03-4	0
Карамель												
1-7	0,1-3	0,1-10	0	76-84	8-14	0	0	0,1-0,7	0,1-0,7	0	0,1-2	0
Драже												
1-7	3-12	10-38	0	30-96	1-10	0	0	3	0,4-0,9	0	1-3	0
Шоколад и какао порошок												
0,8-4,0	5-24	17-37	0	3-59	1-25	0	0	1-18	0,3-4	0	1-5	0
Конфеты, глазированные шоколадом												
0,9-14	1-8	8-40	0	47-73	1-10	0	0	0,9-3	0,2-1	0	0,5-2	0

Продолжение таблицы

Конфеты неглазированные												
1-10	2-4	4-30	0	60-87	2-7	0	0	0	0	0	0,1-0,7	0
Ирис												
4-7	3-4	7-8	0	71-75	9-11	0	0	0,7	0,1	0	0,8-0,9	0
Мармелад												
21-22	0,4	0,1	0	68-75	1-10	0	0	0,6	0,7-2	0	0,1-0,3	0
Пастила зефир												
18-20	0,5-1	0	0	73-77	3-5	0	0	0,2-0,4	0,5	0	0,2	0
Халва												
2-4	11-13	28-30	0	38-42	12-13	0	0	0,6	0,1	0	1-3	0
Мучные кондитерские изделия												
1-30	2-11	1-39	0	2-64	3-70	0	0	0,1-0,8	0,2-2	0	0,2-2	0
Общий диапазон												
0,1-30	0-87	0-67	0	0,1-100	0-85	0	0	0-10	0-4	0	0,1-5	0
МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ												
Цельномолочные продукты												
30-95	1-19	0,05-40	0	0	0	0,5-7	2-30	0	0,01-2	0	0,4-2	0
Консервы молочные												
2-74	5-32	1-75	0	0	0	1-74	10-64	0	0,2-2	0	1-7	0
Масло												
1-33	0,3-5	60-98	0	0	0	0,6-2	0	0	0,03	0	0,2-2	0
Сыры												
35-55	14-30	9-33	0	0	0	0	0	0	2-3	0	3-8	0
Мороженное												
56-71	3-6	3-20	0	0	До 0,33 %	4-6	14-18	до 0,56 %	0,07-0,3	0	0,5-1	0
Молочно-белковые концентраты												
6	76-86	1-2	0	0	0	1-2	0	0	0	0	5-10	0
Общий диапазон												
1-95	0,3-86	0,05-98	0	0	до 0,4	0,5-74	2-30	до 0,6	0,01-2	0	0,2-10	0
ЖИРЫ РАСТИТЕЛЬНЫЕ И ЖИРОВЫЕ ПРОДУКТЫ												
Масличное сырьё												
8-12	20-35	36-53	2-19	0	0	0	0	0	0	0	2-5	0
Продукты переработки масличного сырья												
1-10	0-85	0-97	13	0	0	0	0	0	0	0	5-7	0
Маргарин, кулинарные жиры и родственные продукты												
0-25	0-3	67-100	0-20	0	0	0	0	0	0-0,1	0	0,2-2	0
Растительные масла												
0,1-0,3	0	100	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Общий диапазон												
0,1-25	0-85	0-100	0-20	0	0	0	0	0	0-0,1	0	0-7	0
ОВОЩИ, КАРТОФЕЛЬ, ПЛОДЫ, ЯГОДЫ И ГРИБЫ												
Овощи												
70-97	0,6-6	0,1-0,5	2-22	1-10	0,1-19	0	0	0,1-4	0,05-1	0	0,5-3	0
Бахчевые												
88-91	0,6-1	0	6-10	4-9	2	0	0	0,5-2	0,1-0,2	0	0,6	0
Фрукты												
20-89	0,2-3	0	7-72	6-69	0,3-2	0	0	0,3-4	0,1-3	0	0,5-2	0
Цитрусовые												
87-89	0,8-1	0	3-9	3-8	0	0	0	0,6-2	1-6	0	0,5	0
Ягоды												
14-88	0,4-4	0	4-60	4-50	0	0	0	0,6-10	0,6-5	0	0,2-6	0
Грибы												
13-95	0,9-33	0,3-10	1-37	0,2-15	0	0	0	0,7-25	0	0	0,4-8	0

Продолжение таблицы

Квашенные и солёные овощи												
90-94	0,8-3	0	1-3	0,6-3	0	0	0	0,5-2	0,7-2	0	2-4	0
Вкусовые продукты												
7-9	13-20	3-15	4-7	2-4	0	0	0	4-13	1-10	0	4-6	0
Общий диапазон												
70-97	0,2-20	0,1-10	1-72	0,2-69	0,1-19	0	0	0,1-25	0,1-10	0	0,2-8	0
МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ												
Мясо												
38-78	11-22	1-50	0	0	0	0	0	0	0	0	0,6-2	0
Мясные отруби												
29-79	8-21	1-63	0	0	0	0	0	0	0	0	0,4-2	0
Жиры животные												
0,3-6	0-2	90-100	0	0	0	0	0	0	0	0	0,1-3	0
Субпродукты												
8-83	9-84	2-17	0	0	0	0	0	0	0	0,5-6	0,4-9	0
Колбасные изделия												
21-72	7-29	13-67	1-3	0	0	0	0	0	0	0	2-7	1-6
Консервы мясные												
28-69	8-25	10-62	0,4-4	0	0	0	0	0	0	0	1-3	1-3
Общий диапазон												
0,3-79	0-84	1-100	0,4-4	0	0	0	0	0	0	0,5-6	0,1-9	0
ПТИЦА И ЯЙЦЕПРОДУКТЫ												
Птица												
45-74	15-22	5-39	0,4-1	0	0	0	0	0	0	0	0,6-2	0
Яйцепродукты												
5-74	11-74	1-53	0,6-7	0	0	0	0	0	0	0	1-6	0
Общий диапазон												
5-74	11-74	1-53	0,4-7	0	0	0	0	0	0	0	0,6-6	0
РЫБА, РЫБНЫЕ И ДРУГИЕ ПРОДУКТЫ МОРЯ												
Рыба свежая, охлажденная и мороженая												
55-89	8-23	0,3-31	0	0	0	0	0	0	0	0	0,8-3	0
Продукты из нерыбных объектов промысла												
72-88	0,9-23	0,2-7	0	0	0	0	0	0	0	0	1-4	0
Рыба. Солёная продукция												
42-63	15-25	0,6-25	0	0	0	0	0	0	0	0	5-19	4-18
Икра. Солёная продукция												
19-63	23-36	2-41	0	0	0	0	0	0	0	0	4-14	3-12
Рыба. Продукция горячего копчения												
43-70	15-33	1-36	0	0	0	0	0	0	0	0	2-5	1-3
Рыба. Продукция холодного копчения												
41-61	18-31	2-16	0	0	0	0	0	0	0	0	7-14	6-13
Рыба. Сушеная и вяленая продукция												
27-43	32-47	3-9	0	0	0	0	0	0	0	0	13-22	11-17
Балычные изделия вяленые (провесные) и холодного копчения												
47-57	17-22	10-26	0	0	0	0	0	0	0	0	9-14	8-12
Пресервы рыбные												
62-66	14-15	8-13	0	0	0	0	0	0	0	0	10-11	9-10
Рыбные консервы натуральные												
58-79	4-29	0,7-66	0,6-3	0	0	0	0	0	0-0,6	0	2-3	1-3
Рыбные консервы в масле												
46-62	13-22	15-34	0,4	0	0	0	0	0	0,3	0	2-3	1-3
Рыбные консервы в томатном соусе												
65-75	12-16	3-12	2-8	0	0	0	0	0	0,4-0,6	0	2-3	1-2

Продолжение таблицы

Общий диапазон												
19-79	0,9-47	0,2-66	0,4-8	0	0	0	0	0	0,-0,6	0	0,8-22	1-18
ПЛОДООВОЩНЫЕ КОНСЕРВЫ И ПИЩЕВЫЕ КОНЦЕНТРАТЫ												
Консервы овощные натуральные												
81-96	0,5-3	0-0,5	1-16	0,3-7	0,2-10	0	0	0,3-1	0,1-0,3	0	1-2	0-2
Соки овощные												
83-95	1	0	3-15	0	0	0	0	0,2	0,2-0,5	0	0,7-0,8	0
Консервы овощные закусочные												
70-81	1-2	6-16	6-12	4-11	0,4-0,7	0	0	0,9-2	0,3-0,5	0	2-3	1-2
Продукты томатные концентрированные, соусы и прочие консервы												
69-80	0,4-3	0-17	5-23	20	0	0	0	0,6-3	0,2-3	0	0,4-4	0-3
Консервы для общественного питания. Полуфабрикаты												
40-84	0,3-6	0-22	1-36	1-25	3-27	0	0	0,3-1	0,2-1	0	0,3-5	0-5
Консервы для общественного питания. Салаты												
76-84	1-3	4-7	5-11	0	0	0	0	0,7-1	0,5-0,7	0	2-3	1,5
Консервы обеденные												
73-79	2-7	5-14	6-14	0	0	0	0	1-2	0,4-0,6	0	2-4	2-3
Консервы первых и вторых блюд для специального контингента												
65-79	3-8	4-10	0	0	0	0	0	0	0,3-0,5	0	1-3	0,9-2
Консервы. Фруктовые компоты												
75-80	0,1-0,6	0	19-26	18-25	0	0	0	0,2-2	0,3-2	0	0,2-0,5	0
Консервы. Фруктовые соки												
80-92	0,3-0,8	0	3-20	2-19	0	0	0	0,2-0,3	0,5-5	0	0,3-0,7	0
Варенье, джем, повидло, пюре												
23-82	0,3-0,6	0	15-75	13-74	0	0	0	0,2-2	0-2	0	0,2-0,5	0
Быстрозамороженные обеденные закусочные блюда, гарниры и десертные полуфабрикаты												
34-87	0,3-14	1-12	1-56	10-29	0,8-2	0	0	0,1-4	0,1-2	0	0,3-5	0-3
Овощи сушеные												
11-14	5-35	0,3-3	39-82	1-56	24-69	0	0	2-14	1-2	0	3-7	0
Фрукты сушеные												
18-25	1-6	0	62-73	46-66	0	0	0	1-5	1-5	0	1-4	0
Пищевые концентраты. Обеденные блюда												
10-13	6-25	10-16	42-69	0,6-24	0	0	0	0,2-4	0	0	4-12	3-10
Концентраты сладких блюд и полуфабрикаты мучных изделий												
6-10	0,4-10	0-8	74-90	44-64	0,9-23	0	0	0,1-0,3	0,2-0,4	0	0,2-2	0
Пищевые концентраты "Сухие завтраки" и "Хрустящий картофель"												
5-8	6-15	0,3-39	48-86	0,2-6	40-86	0	0	0,5-2	0	0	1-5	0-2
Пищевые концентраты специального назначения. Высокобелковые мясные и рыбные концентраты												
10-12	6-62	9-26	8-63	0	0	0	0	0,1-5	0,4-2	0	2-10	1-7
Смеси питательные для специального лечебного питания												
12	9-39	5-37	24-60	0	0	0	0	0	0	0	1-5	0-3
Общий диапазон												
5-96	0,1-39	0,3-39	1-90	0,3-66	0,2-86	0	0	0,1-5	0,1-5	0	0,2-12	0-7
Всего диапазон												
0-100	0-87	0-100	0-90	0-100	0-86	0-19	0-30	0-10	0,1-5	0,5-6	0-22	0-18
Удельный вес параметра в общей номенклатуре, %												
100	100	100	80	60	30	10	20	60	80	5	100	20

Сравнение основных требований ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 с ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
Предисловие	<p>Обновленные положения</p> <p>Трактовка слова "customer", переведённого как "заказчик" и применяемого как одно из значений термина "потребитель", поскольку (как правило) лаборатории взаимодействуют непосредственно с заказчиком услуг по испытаниям и калибровке, а не с конечным пользователем. Кроме того, учтена общепринятая практика применения слова "заказчик" в лабораторной деятельности.</p>	Предисловие
<i>Пункт отсутствует*</i>		Предисловие к международному стандарту
Содержание	Изменения в структуре стандарта значительные	Содержание
Введение	<p>Обновлённые и расширенные положения</p> <p>Указывается на роль и место в лабораторной деятельности действий по управлению рисками и возможностям.</p> <p>Акцентировано внимание на положении, что ответственность за принятие решения о том, какие риски и возможности необходимо рассматривать несёт лаборатория.</p> <p>Дана трактовка используемых в стандарте глагольных форм.</p>	<i>Пункт отсутствует*</i>

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
<i>Пункт отсутствует*</i>		Введение к международному стандарту ИСО/МЭК 17025:2005
1 Область применения	<p>Существенные изменения</p> <p>Использованы более всеобъемлющие требования, исключаящие излишнюю детализацию и снижающие возможность некорректной трактовки.</p> <p>Исключено понятие технической компетентности лабораторий.</p> <p>Введено требование к стабильному функционированию лабораторий.</p> <p>В тексте стандарта требование к стабильному функционированию раскрыто через ряд конкретных положений, выполнение которых обеспечивает выполнение указанного требования.</p>	1 Область применения
2 Нормативные ссылки	Несущественные изменения	2 Нормативные ссылки

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
3 Термины и определения	<p>Новые требования</p> <p>Введено 9 терминов с соответствующими определениями, наиболее важными из них для понимания стандарта являются:</p> <ul style="list-style-type: none"> - беспристрастность (impartiality); - лаборатория (laboratory); - правило принятия решения (decision rule); - верификация (verification); - валидация (validation). <p>В определениях большинства терминов приведены примеры и/или примечания, облегчающих их понимание.</p> <p>Термин лаборатория (laboratory) к органу (организации), который осуществляет один или несколько из следующих видов деятельности:</p> <ul style="list-style-type: none"> - испытания; - калибровка; - отбор образцов, связанный с последующими испытаниями или калибровкой. <p>В контексте стандарта понятие "лабораторная деятельность" относится к всем трем вышеуказанным видам деятельности.</p> <p>Следует иметь в виду, что термин (также как и соответствующая деятельность) "поверка" в контексте требований стандарта не рассматривается.</p>	3 Термины и определения

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
4 Общие требования		4 Требования к менеджменту
4.1 Беспристрастность	<p>Существенные изменения</p> <p>Требования к беспристрастности осуществления лабораторной деятельности конкретизированы, структурированы и сгруппированы в отдельный подраздел, введено требование к идентификации рисков для беспристрастности на постоянной основе. При обнаружении риска для беспристрастности лаборатория должна быть в состоянии продемонстрировать то, как она устраняет или минимизирует такой риск.</p>	4.1 Организация
4.2 Конфиденциальность	<p>Существенные изменения</p> <p>Требования к конфиденциальности информации, поступившей извне или полученной в процессе выполнения лабораторной деятельности конкретизированы, структурированы и сгруппированы в отдельный подраздел.</p>	4.1 Организация

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
5 Требования к структуре	<p>Значительные изменения</p> <p>Требования к структуре лаборатории конкретизированы, структурированы и сгруппированы, необходимость назначения конкретных должностных лиц (менеджера по качеству) заменена требованиями к наличию персонала для выполнения конкретных обязанностей (функций).</p> <p>Включено новое требование к организационной и управленческой структуре лаборатории, определению её места в головной организации и установлению взаимосвязей между управленческими, техническими и вспомогательными службами, обеспечивающими лабораторную деятельность.</p> <p>Однозначно определены требования к документированию области лабораторной деятельности (области аккредитации), при осуществлении которой лаборатория соответствует стандарту.</p>	4.1 Организация
6 Требования к ресурсам		5 Технические требования
6.1 Общие требования	<p>Существенные изменения</p> <p>Включено требование к наличию в лаборатории систем и вспомогательных служб, необходимых для управления лабораторной деятельностью и для её осуществления.</p>	5.1 Общие положения

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
6.2 Персонал	<p>Несущественные изменения</p> <p>Объём требований незначительно сократился с учётом того, что некоторые из них перенесены в другие пункты стандарта.</p> <p>Конкретизировано содержание процедуры (документированной) по управлению персоналом и соответствующим записям.</p> <p>Введено требование к уполномочиванию персонала на выполнение конкретной лабораторной деятельности.</p>	5.2 Персонал
6.3 Помещения и условия окружающей среды	<p>Несущественные изменения</p> <p>Требования к помещениям и условиям окружающей среды конкретизированы и структурированы, некоторые из них перенесены в другие пункты стандарта.</p>	5.3 Помещения и условия окружающей среды

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
6.4 Оборудование	<p>Существенные изменения</p> <p>К оборудованию отнесены такие технические (и не только) средства как, программное обеспечение, справочные данные, реактивы, расходные материалы и вспомогательные устройства, которые необходимы для осуществления лабораторной деятельности и которые могут повлиять на результаты этой деятельности.</p> <p>Включено требование к наличию в лаборатории процедуры обращения с оборудованием, его транспортировки, хранения, эксплуатации и планового обслуживания в целях обеспечения надлежащего функционирования и предотвращения загрязнения или повреждения. Уточнен состав записей о состоянии оборудования, которое может повлиять на лабораторную деятельность.</p> <p>Конкретизированы требования к обязательной калибровке измерительного оборудования, применяемого при осуществлении лабораторной деятельности.</p>	5.5 Оборудование
6.5 Метрологическая прослеживаемость	<p>Существенные изменения</p> <p>Требования к метрологической прослеживаемости результатов измерений (испытаний, исследований, анализа и т.п.) конкретизированы, структурированы и сгруппированы.</p>	5.6 Прослеживаемость измерений

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
6.6 Продукция и услуги, предоставляемые внешними поставщиками	<p>Несущественные изменения**</p> <p>Объём требований подраздела значительно сокращён, в него включены минимальные требования к субподрядчикам (внешним поставщикам) и конкретизированы условия использования субподрядных работ.</p>	<p>4.5 Заключение субподрядов на проведение</p> <p>4.6 Испытаний и калибровки</p> <p>Приобретение услуг и запасов</p>
7 Требования к процессу		
7.1 Рассмотрение запросов, тендеров и договоров	<p>Существенные изменения</p> <p>Требования к процедуре рассмотрения запросов, тендеров и договоров, а также к отдельным её положениям конкретизированы, структурированы и сгруппированы.</p> <p>Значительно увеличен объём требований к порядку взаимодействия с заказчиком и ведущимся при этом записей.</p> <p>Введен термин "постоянный заказчик" при работе с которым, также, как и с "внутренним заказчиком" рассмотрение запросов, тендеров и договоров может быть выполнено в упрощенном виде.</p>	<p>4.4 Анализ запросов, заявок на подряд и контрактов</p> <p>4.7. Обслуживание 1 заказчиков</p>
7.2 Выбор, верификация и валидация методов	<p>Существенные изменения</p> <p>Сохранившие силу положения подраздела 5.4.2 ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 перенесены в другие подразделы раздела 7.2 ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 .</p>	<p>5.4 Методики испытаний и калибровки, а также оценка пригодности методик</p>

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
7.2.1 Выбор и верификация методов	<p>Несущественные изменения**</p> <p>Требования к процедуре выбора и верификации методов конкретизированы, структурированы и сгруппированы, термин "метод", используемый в стандарте, и термин "методика измерений", рассматриваются как синонимы.</p> <p>Положения подраздела распространяются на методы, методики и сопутствующие документы, такие как инструкции, стандарты, руководства по эксплуатации и справочные данные, имеющие отношение к лабораторной деятельности.</p>	<p>5.4.2 Выбор</p> <p>5.4.3 методик</p> <p>Методики, разработанные лабораторией</p> <p>5.4.4 Нестандартные методики</p>
7.2.2 Валидация методов	<p>Несущественные изменения</p> <p>Требования к проведению валидации методов конкретизированы, структурированы и сгруппированы.</p> <p>Уточнены возможные способы валидации методов, их рабочие характеристики и требования к ведущимся при этом записям.</p>	<p>5.4.5 Оценка пригодности методик</p>
7.3 Отбор образцов	<p>Несущественные изменения**</p> <p>Требования к отбору образцов (проб, анализов, объектов и т.п.) конкретизированы, структурированы и сгруппированы.</p> <p>Уточнены требования к записям, ведущимся при отборе образцов, который составляет часть проведенных испытаний или калибровки.</p>	<p>5.7 Отбор образцов</p>

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
7.4 Обращение с объектами испытаний или калибровки	<p>Существенные изменения</p> <p>Требования к процедуре для транспортировки, получения объектов испытаний (образцов, проб, и т.п.), обращения с объектами испытаний или калибровки, защиты, хранения, обеспечения сохранности, уничтожения или возврата объектов испытаний или калибровки, включая все условия, необходимые для защиты целостности объектов испытаний или калибровки конкретизированы, структурированы и сгруппированы. Включены требования к защите интересов как лаборатории, так и заказчика при обращении с объектами испытаний или калибровки.</p>	5.8 Обращение с объектами испытаний и калибровки
7.5 Технические записи	<p>Существенные изменения</p> <p>Требования к техническим записям выведены из записей системы менеджмента и оформлены в виде самостоятельного подраздела. Регламентирован порядок ведения технических записей в любом виде, как на бумажном носителе, так и в электронном виде. Добавлено требование к регистрации даты и сведений о персонале лаборатории, который несёт ответственность за каждый вид лабораторной деятельности и за проверку данных и результатов.</p>	4.13.2 Технические записи

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
7.6 Оценивание неопределённо- сти измерений	<p>Несущественные изменения**</p> <p>Включено требование к лаборатории, выполняющей калибровку, в том числе собственного оборудования, по обязательной оценке неопределённости измерений для всех калибровок.</p>	5.4.6 Оценка неопределённо- сти измерений
7.7 Обеспечение достоверности результатов	<p>Существенные изменения</p> <p>Требования, изложенные в этом подразделе, значительно расширены, гармонизированы с положениями других подразделов и пунктов стандарта, а также позволяют более полно обеспечить достоверности результатов лабораторной деятельности [метрологическую прослеживаемость и воспроизводимость, а в необходимых случаях и сходимость результатов измерений (испытаний, анализов, исследований и проч.)].</p> <p>Конкретизированы требования к планированию, мониторингу и анализу результатов такого мониторинга, а также проведению корректирующих действий и действий для внесения улучшений в работу лабораторий.</p>	5.9 Обеспечение качества результатов испытаний и калибровки
7.8 Представление отчётов о результатах		5.10 Отчётность о результатах

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	№ ГОСТ ИСО 17025-2009
7.8.1 Общие положения	<p>Несущественные изменения</p> <p>Включено требование к сохранению отчётов о результатах [Отчётов об испытаниях, свидетельствах (сертификатов) о калибровке или актов отбора образцов (проб, объектов испытаний)] в качестве технических записей (отличных от записей системы менеджмента).</p>	5.10.1 Общие положения
7.8.2 Общие требования к отчётам (об испытаниях, калибровке или отборе образцов)	<p>Несущественные изменения</p> <p>Общие требования к отчётам (об испытаниях, калибровке или отборе образцов) конкретизированы и структурированы. Регламентированы действия лаборатории в случаях, когда информация предоставляется заказчиком.</p>	5.10.2 Протоколы испытаний и сертификаты о калибровке
7.8.3 Специальные требования к отчётам об испытаниях	<p>Несущественные изменения</p> <p>Специальные требования к отчётам об испытаниях конкретизированы и структурированы.</p> <p>Включено требование к лаборатории, выполняющей испытания, о документировании неопределённости измерений и определены условия, когда такое требование является обязательным.</p>	5.10.3 Протоколы испытаний

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
7.8.4 Специальные требования к свидетельствам (сертификатам) о калибровке	<p>Несущественные изменения</p> <p>Специальные требования к свидетельствам (сертификатам) о калибровке конкретизированы и структурированы. Включено требование к лабораториям, выполняющей калибровку, о документировании информации о том, каким образом обеспечивается метрологическая прослеживаемость измерений.</p>	5.10.4 Сертификаты о калибровке
7.8.5 Представление результатов по отбору образцов - специальные требования	<p>Существенные изменения</p> <p>Специальные требования к представлению результатов по отбору образцов (проб, объектов испытаний) конкретизированы, структурированы и сгруппированы. Включено требование к лабораториям, выполняющей отбор образцов (проб, объектов испытаний) о документировании информации, необходимой для оценки неопределённости измерений для последующих испытаний или калибровки.</p>	5.10.3 Протоколы испытаний
7.8.6 Представление заключений о соответствии	<p>Новые требования</p>	Пункт и требования отсутствующую*

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
7.8.7 Представление мнений и интерпретаций	<p>Существенные изменения</p> <p>Включено требование о наличии персонала, уполномоченного на представление мнений и интерпретаций, а также соответствующих заявлений.</p> <p>Включены требования к защите интересов как лаборатории, так и заказчика при представлении мнений и интерпретаций.</p>	5.10.5 Мнения и толкования
7.8.8 Изменения к отчётам	<p>Несущественные изменения</p> <p>Изменения относятся к изложению требований без изменения их содержания.</p>	5.10.9 Изменения к протоколам испытаний и сертификатам о калибровке
7.9 Жалобы (претензии)	<p>Значительные изменения</p> <p>Требования к процедуре получения, рассмотрения жалоб (претензий) и принятия решений по ним конкретизированы, структурированы и сгруппированы.</p> <p>Включены требования к информированию заявителя о ходе и результатах рассмотрения.</p> <p>Оговорена возможность рассмотрения жалоб (претензий) и принятия решений по ним внешним персоналом (по отношению к лаборатории).</p>	4.8 Претензии

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
7.10 Управление несоответствующей работой	<p>Несущественные изменения**</p> <p>Изменения относятся к изложению требований без изменения их содержания.</p>	4.9 Управление работами по испытаниям и/или калибровке, не соответствующим и установленным требованиям
7.11 Управление данными и информацией	<p>Существенные изменения</p> <p>Требования к управлению данными и информацией конкретизированы, структурированы и сгруппированы.</p> <p>Включены требования к управлению данными и информацией, содержащимися как в компьютеризированных, так и в некомпьютеризированных системах.</p> <p>Отговорена возможность дистанционного управления системой данных и информации лаборатории и её поддержания или осуществления такого управления через внешнего поставщика при условии обеспечения лабораторией соответствия поставщика или оператора системы всем применимым требованиям.</p> <p>Включено требование о систематических проверках расчётов и передачи данных.</p>	5.4.7 Управление данными
8 Требования к системе менеджмента		4.2 Система менеджмента

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019		Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
8.1	Варианты		<i>Пункт и требования отсутствуют*</i>
8.1.1	Общие положения	Новые требования	<i>Пункт и требования отсутствуют*</i>
8.1.2	Вариант А	Существенные изменения Минимальные требования к системе менеджмента лаборатории конкретизированы, структурированы и сгруппированы в виде требований, коррелированных с положениями международного стандарта ISO 9001:2015 [Quality management systems - Requirements (Системы менеджмента качества. Требования)].	<i>Пункт и требования отсутствуют*</i>
8.1.3	Вариант В	Новые требования	<i>Пункт и требования отсутствуют*</i>
8.2	Документация системы менеджмента (вариант А)	Несущественные изменения** Минимальные требования к документации системы менеджмента лаборатории конкретизированы, структурированы и сгруппированы в виде требований, коррелированных с положениями международного стандарта ISO 9001:2015 [Quality management systems - Requirements (Системы менеджмента качества. Требования)].	4.2 Система менеджмента

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
8.3 Управление документами системы менеджмента (вариант А)	<p>Несущественные изменения**</p> <p>Минимальные требования к управлению документацией системы менеджмента лабораторий конкретизированы, структурированы и сгруппированы в виде требований, коррелированных с положениями международного стандарта ISO 9001:2015 [Quality management systems - Requirements (Системы менеджмента качества. Требования)].</p>	4.3 Управление документацией
8.4 Управление записями (вариант А)	<p>Несущественные изменения**</p> <p>Минимальные требования к управлению записями системы менеджмента лабораторий конкретизированы, структурированы и сгруппированы в виде требований, коррелированных с положениями международного стандарта ISO 9001:2015 [Quality management systems - Requirements (Системы менеджмента качества. Требования)].</p>	4.13.1 Общие положения

Продолжение таблицы

<p>ГОСТ ISO/IEC 17025-2019</p>	<p>Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009</p>	<p>По ГОСТ ИСО 17025-2009</p>
<p>8.5 Действия, связанные с рисками и возможностями (вариант А)</p>	<p>Новые требования</p> <p>Положения подраздела содержат требования к целям рассмотрения рисков и возможностей, связанных с лабораторной деятельностью, а также к планированию действий, связанных с рисками и возможностями.</p> <p>Предпринимаемые действия, связанные с рисками и возможностями, должны быть соразмерны их потенциальному влиянию на достоверность лабораторных результатов.</p> <p>Лаборатория должна интегрировать и внедрять действия, связанные с рисками и возможностями, в свою систему менеджмента.</p> <p>Требования к формальным методам управления рисками или документированному процессу управления рисками в стандарте отсутствуют (не установлены). Лаборатория может самостоятельно решить, следует ли разрабатывать более обширную методологию управления рисками, чем это требуется в стандарте, например, посредством применения каких-либо руководств или стандартов.</p>	<p>Пункт и требования отсутствуют*</p>

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
8.6 Улучшения (вариант А)	<p>Несущественные изменения**</p> <p>Минимальные требования к идентификации и выбору возможностей для улучшения лабораторной деятельности, а также выполнения необходимых действий конкретизированы, структурированы и сгруппированы в виде требований, коррелированных с положениями международного стандарта ISO 9001:2015 [Quality management systems - Requirements (Системы менеджмента качества. Требования)] .</p>	4.10 Улучшение 4.7.2 Обслуживание заказчиков
8.7 Корректирующие действия (вариант А)	<p>Несущественные изменения**</p> <p>Требования к планированию и выполнению корректирующих действий, а также документированию их результатов конкретизированы, структурированы и сгруппированы в виде требований, коррелированных с положениями международного стандарта ISO 9001:2015 [Quality management systems - Requirements (Системы менеджмента качества. Требования)] .</p>	4.11 Корректирующие действия

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
8.8 Внутренние аудиты (вариант А)	<p>Несущественные изменения</p> <p>Минимальные требования к планированию и проведению внутренних аудитов, а также документированию и реализации их результатов, структурированы и сгруппированы в виде требований, коррелированных с положениями международного стандарта ISO 9001:2015 [Quality management systems - Requirements (Системы менеджмента качества. Требования)].</p>	4.14 Внутренние проверки
8.9 Анализ со стороны руководства (вариант А)	<p>Существенные изменения</p> <p>Требования к планированию и проведению анализа со стороны, а также документированию его результатов конкретизированы, структурированы и сгруппированы в виде требований, коррелированных с положениями международного стандарта ISO 9001:2015 [Quality management systems - Requirements (Системы менеджмента качества. Требования)].</p> <p>Исключены рекомендации по периодичности проведения анализа со стороны.</p> <p>Включены требования к регистрации и анализе информации о результатах идентификации рисков и итогов деятельности по обеспечению достоверности результатов лабораторной деятельности.</p>	4.15 Анализ со стороны руководства

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
Приложение А (справочное) Метрологическая прослеживаемость	Новые требования Содержание приложения коррелировано с положениями международного стандарта ISO 9001:2015 [Quality management systems - Requirements (Системы менеджмента качества. Требования)].	<i>Приложение отсутствует*</i>
<i>Пункт и требования отсутствуют*</i>		Приложение А Соответствие ИСО 9001:2000
Приложение В (справочное) Варианты системы менеджмента	Новые требования	<i>Приложение отсутствует*</i>
<i>Пункт и требования отсутствуют*</i>		Приложение В Руководящие указания по применению в отдельных областях
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам	Несущественные изменения	Приложение С Сведения о соответствии межгосударственным стандартам ссылочным международным (региональным) стандартам

Продолжение таблицы

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019	Степень новизны по отношению к ГОСТ ИСО 17025-2009	По ГОСТ ИСО 17025-2009
Библиография	Существенные изменения Актуализированы ссылочные документы, перевод значительной части которых на русский язык отсутствует.	Библиография

Примечания:

- * Требование (пункт) отсутствует в ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 или ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 .
- ** Требования практически не изменились, но включены в другие пункты ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 .

Приложение 5.

Особенности ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий»

Одним из новых требований (понятий) является требование к стабильному функционированию лабораторий с точки зрения заказчика и аккредитующего органа. К сожалению, это требование не раскрыто через определение, однако практически все изменения направлены на его реализацию, от лаборатории требуется выполнять работу всегда со стабильным качеством и в оговоренные сроки. То есть необходимо удовлетворять требования заказчика (потребителя) к лабораторной деятельности.

Наиболее важным с точки зрения установившихся понятий и сложившейся многолетней практики применения является отказ от использования термина *"погрешность"* и переход к применению термина *"неопределённость"* как для оценки показателей точности измерений при испытаниях, так и при калибровке средств измерений. Изменяется не только термин, изменяются и все связанные с ним понятия и технические процедуры, что требует пересмотра целого ряда положений множества нормативных и законодательных документов. Известно, что за пределами Российской Федерации и небольшого числа членов ЕАЭС понятие и процедуры *калибровки* прочно связаны с законодательно регулируемой сферой деятельности, а в Российской Федерации в этой сфере господствует понятие и процедуры *поверки*. Неустранение этого противоречия может привести и, скорее всего, приведет к полному непринятию результатов каких бы то ни было испытаний любой продукции, выполненных аккредитованными российскими лабораториями, за пределами России. Реализация этого изменения может и должна вызвать наибольшие трудности при внедрении ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» в лабораториях (центрах).

К следующей особенности ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 можно отнести отсутствие требования разрабатывать Руководство по качеству лаборатории. Данный документ прочно вошёл в практику работы не только лабораторий, но и всех органов по аккредитации. Руководство по качеству лаборатории упоминается во всех критериях, процедурах и регламентах работы аккредитующих лаборатории органов. Вместе с тем следует отметить, что и запрета на разработку и использования столь привычного документа не существует, следовательно, лаборатория не следует отказываться от столь удобного документа, тем более, что его разработка требуется Критериями аккредитации.

Введена теперь возможность работы лаборатории по системе менеджмента качества, соответствующей требованиям указанного стандарта,

по таким вопросам, как управление документацией и записями, проведение внутренних аудитов и анализа со стороны руководства, а также улучшения и корректирующие действия. Применение такого варианта существенно облегчает адаптацию системы менеджмента качества лаборатории (центра) в систему менеджмента качества организации (предприятия), внедрившей ISO 9001:2015, что позволит сократить затраты на реализацию новых требований ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 и повысить результативность работы лаборатории (центра).

Введение нового раздела "Требования к процессу" и обновление его содержания позволит облегчить внедрение процессного подхода в деятельность как лаборатории (центра), так и организации (предприятия), в состав которой входит лаборатория (центр).

Если лаборатория (центр) является самостоятельным юридическим лицом, то она имеет возможность разработать и внедрить несколько упрощенную систему менеджмента качества, что весьма существенно для небольших лабораторий. Но и для таких лабораторий реализация процессного подхода представляется полезной, так как позволяет объединить разрозненные ранее процедуры в единый процесс лабораторной деятельности в соответствии с областью аккредитации.

К особенностям новой версии стандарта также следует отнести введение раздела (в рамках системы менеджмента качества), регламентирующего требования к реализации риск-ориентированного подхода в деятельности лаборатории (центра). Однако требуемые действия в отношении рисков и возможностей относятся исключительно к лабораторной деятельности в рамках области аккредитации и не предполагают применения каких-либо систем менеджмента рисков, регламентированных какими-либо стандартами.

Отдельно следует отметить необходимость оценки рисков при обеспечении беспристрастности и, целесообразно, конфиденциальности в лабораторной деятельности, требования к которым выделены в отдельный раздел и существенно конкретизированы, что позволит лабораториям (центрам) облегчить их реализацию и снизить возможность неправильной трактовки всеми заинтересованными сторонами.

Существенно изменилась и трактовка метрологической прослеживаемости результатов измерений при отборе образцов, а также при испытаниях и калибровке. Введено новое приложение А "Метрологическая прослеживаемость", положения которого ориентированы на сложившуюся международную практику и трактовку этого понятия. Вместе с тем определение прослеживаемости результатов измерений в законе Российской Федерации N 102-ФЗ, не в полной мере соответствует положениям ГОСТ ISO/IEC 17025-2019, или наоборот (это зависит от позиции экспертов по аккредитации и сотрудников Росаккредитации).

Рассмотренное и перечисленное выше не исчерпывает абсолютно всех изменений в положениях ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 (ISO/IEC 17025:2017) относительно предыдущей версии ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 (ISO/IEC

17025:2005), рассмотрены (упомянуты) только наиболее значимые или непривычные для российских лабораторий изменения.

Документы по аккредитации

**ДЕКЛАРАЦИЯ
О СООТВЕТСТВИИ ЛАБОРАТОРИИ ТРЕБОВАНИЯМ
ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 «ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К КОМПЕТЕНТНОСТИ
ИСПЫТАТЕЛЬНЫХ И КАЛИБРОВОЧНЫХ ЛАБОРАТОРИЙ»**

1. _____
заявитель (для юридического лица) – полное и (в случае, если имеется) сокращенное наименование,
в том числе фирменное наименование,
_____ идентификационный номер налогоплательщика, адрес (место нахождения),
_____ номер телефона, адрес электронной почты,
_____ адрес (адреса) места (мест) осуществления деятельности в заявленной области аккредитации

2. _____
заявитель (для индивидуального предпринимателя) – фамилия, имя и (в случае, если имеется) отчество, данные
_____ документа, удостоверяющего его личность, страховой номер индивидуального лицевого счета в системе
_____ обязательного пенсионного страхования, идентификационный номер налогоплательщика,
_____ адрес места жительства,
_____ номер телефона, адрес электронной почты,
_____ адрес (адреса) места (мест) осуществления деятельности в заявленной области аккредитации

3. _____
уникальный номер записи об аккредитации в реестре аккредитованных лиц (номер аттестата аккредитации)
(в случае, если имеется)

заявляет, что деятельность лаборатории соответствует требованиям ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» (далее – ГОСТ ISO/IEC 17025-2019), система менеджмента является соответствующей собственным требованиям лаборатории к своей системе менеджмента, в том числе лабораторной деятельности, результативно внедренной и реализуемой.

Основание:

1. Анкета самообследования соответствует требованиям ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 (прилагается).
2. Результаты внутреннего аудита соответствуют требованиям ГОСТ ISO/IEC 17025-2019

в соответствии с программой аудита _____
утверждена (когда, кем)

**Руководитель
юридического лица
или индивидуальный
предприниматель**

подпись

Ф.И.О (при наличии)

и.л. (в случае, если имеется)

«...» 20__ г.

**ПРИМЕР ЗАПОЛНЕНИЯ СПРАВКИ СОБЛЮДЕНИЯ КРИТЕРИЕВ
АККРЕДИТАЦИИ И ГОСТ ИСО/ИЕС 17025-2019
(ПРИЛОЖЕНИЕ К АКТУ ВЫЕЗДНОЙ ЭКСПЕРТИЗЫ ИЛИ АКТУ ЭКСПЕРТИЗЫ)**

№ пункта критерия аккредитации	Требования критерия аккредитации	Требования ГОСТ ИСО/ИЕС 17025 – 2019	Результаты документов и/или иные сведения*	Соответствие/ несоответствие	Соблюдение/ несоблюдение
2)	Наличие разработанного руководства по качеству, содержащего требования системы менеджмента качества, которое оформлено в виде единого документа или в виде совокупности документов, подготавливаемых руководителем лаборатории, охватывающих печатью юридического лица или индивидуального предпринимателя (при наличии)	<p>8.1.1 Лаборатория должна установить, документировать, внедрить и поддерживать систему менеджмента, которая способна обеспечивать и демонстрировать постоянное выполнение требований настоящего стандарта и обеспечивать качество выполненных лабораторией работ.</p> <p>5.5 с) лаборатория должна документировать свои процедуры в области, необходимой для обеспечения стабильного осуществления своей деятельности и достоверности результатов.</p> <p>5.7 Руководство лаборатории должно обеспечить:</p> <p>б) сохранение целостности системы менеджмента при планировании и внедрении изменений в нее.</p> <p>8.2.4 Все документация, процессы, системы, файлы, относящиеся к выполняемым требованиям настоящего стандарта, должны быть включены в систему менеджмента, соотносены или связаны с ней.</p>	Руководство по качеству (далее – РК) редакции РК от «...» 20... г. с приложениемми Раздел 1,2 РК Утвержденными приказом №... от «...» 20... г.	Соответствует/ не соответствует	Соблюдение/ не соблюдение

* Указанные в скобках документы и/или иные сведения, которые подтверждаются соответствием критериям аккредитации и ГОСТ ИСО/ИЕС 17025 – 2019 при условии выполнения деятельности в определенной области аккредитации в том числе системы менеджмента и процедуры с указанием конкретных объектов/наименований соответствия лабораториям Требованиям ГОСТ ИСО/ИЕС 17025 – 2019

* Комментарию в случае несоответствия критериям аккредитации и/или требованиям ГОСТ ИСО/ИЕС 17025 – 2019

* Комментарию в случае несоблюдения Руководства по качеству в том числе критериям аккредитации и/или требованиям ГОСТ ИСО/ИЕС 17025 – 2019

23. РУКОВОДСТВО ПО КАЧЕСТВУ ДОЛЖНО ПРЕДУСМАТРИВАТЬ СЛЕДУЮЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ СИСТЕМЫ МЕНЕДЖМЕНТА КАЧЕСТВА

<p>23.1</p> <p>Уставо в области применения системы менеджмента качества, которая должна распротраняться на все места осуществления деятельности в области акредитации, а также на места осуществления временных работ</p>	<p>5.3 Лаборатория должна определить и документировать область лабораторной деятельности, при осуществлении которой она соответствует настоящему стандарту.</p> <p>5.4 Лаборатория должна нести ответственность за деятельность, осуществленную во всех ее постоянных подразделениях, а также ее постоянное размещение, на временных или порозданных площадках и на объектах заказчика.</p>	<p>Раздел 1 РК п. 11, 1.3, 1.3, 1.4 РК</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдение/ не соблюдение</p>
---	---	--	--	----------------------------------

23.2 НАЛИЧИЕ ПОЛИТИКИ В ОБЛАСТИ КАЧЕСТВА ДЕЯТЕЛЬНОСТИ ЛАБОРАТОРИИ, УСТАНОВЛЕННОЙ

<p>23.2. а)</p> <p>цели и задачи в области качества деятельности лабораторий</p>	<p>8.2.1 Руководство лаборатории должно установить, документировать и по мере необходимости для выполнения требований настоящего стандарта и должно обеспечить, чтобы эти политики и цели были признаны и внедрены на всех уровнях организации лаборатории.</p> <p>8.2.2 Политики и цели должны быть направлены на обеспечение компетентности, бестрастности и стабильности деятельности лаборатории.</p>	<p>Политика в области качества приложения №1 и РК</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдение/ не соблюдение</p>
<p>23.2. б)</p> <p>обязанность лабораторий соблюдать критерии акредитации</p>	<p>5.4 Лаборатория должна осуществлять свою деятельность таким образом, чтобы соответствовать требованиям настоящего стандарта, своих законов, регулирующих органов и организацией обслуживающих организаций.</p>	<p>Политика в области качества приложения №1 и РК</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдение/ не соблюдение</p>

<p>2.3.2. в)</p> <p>требования к работникам лабораторий, участвующим в проведении исследований (аспыаний) и измерений, ознакомиться с руководством по качеству и руководству в области деятельности в области качества деятельности лабораторий</p>	<p>8.2.5. Весь персонал, участвующий в лабораторной деятельности, должен иметь доступ к тем частям документации менеджмента и соответствующей информации, которые применяются в сфере его ответственности;</p> <p>8.2.1. Весь персонал лаборатории как постоянный, так и привлеченный, который должен выполнять деятельность, должен быть компетентным и должен работать в соответствии с секцией менеджмента лабораторий.</p>	<p>п. 1.7 РК, п. 4.1 РК, «Зависимость» о независимости Приложение № 2 РК</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдение/ не соблюдение</p>
<p>2.3.2. г)</p> <p>систему управления рисками и возможностями, связанную с лабораторной деятельностью</p>	<p>4.1.4. Лаборатория должна идентифицировать риски для своей безопасности на постоянной основе.</p> <p>8.5.1. Лаборатория должна рассматривать риски и возможности, связанные с лабораторной деятельностью, для того чтобы:</p> <p>а) убедиться в том, что секция менеджмента достигает намеченных результатов;</p> <p>б) наращивать возможности для достижения целей и задач лабораторий;</p> <p>с) предрасполагать менеджмент к снижению воздействия и устранению сбоя в лабораторной деятельности;</p> <p>д) добиваться улучшения.</p>	<p>ДП 02.03.01.2019 «Организуемые действия. Действия, связанные с рисками и возможностями» ДП 02.06.01.2019 «Управление качеством»</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдение/ не соблюдение</p>

2.3.3. НА ЛИЧНЫЕ ТРЕБОВАНИЯ К ВНУТРЕННЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ ДЕЯТЕЛЬНОСТИ ЛАБОРАТОРИИ, ПРЕДУСМАТРИВАЮЩИХ

<p>права и обязанности структурного подразделения юридического лица (его работников).</p> <p>проводящего (проводящих) исследования (испытания) и измерения, при выполнении действий исполнительным органом юридического лица, иным структурным подразделением юридического лица (их работниками) в целях исполнения конф. лица и персонала;</p>	<p>5.1 Лаборатория должна быть юридическим лицом или подразделением юридического лица, которое несет юридическую ответственность за деятельность.</p> <p>5.2 Лаборатория должна определить руководителем, которое несет полную ответственность за лабораторию.</p> <p>5.5 Лаборатория должна:</p> <p>а) определить организационно-управленческую структуру лаборатории, ее место в головной организации и зафиксировать между управленческими подразделениями и персоналом лаборатории;</p>	<p>Раздел 5 РК, Положение по лабораториям ПП 02.01.01.2019, раздел 4, 7, 8</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p> <p>Соблюдение/ не соблюдение</p>
<p>наличие документов, подписанных работниками и поручающими функциями на выполнение работ, включая распределение прав, обязанностей, ответственности между работниками лаборатория;</p>	<p>5.5 б) Лаборатория должна установить ответственность, полномочия и взаимоотношения всех сотрудников, занятых в управлении, выполняющих проверочные работы, в лаборатории</p> <p>на результаты лабораторной деятельности.</p> <p>6.2.4 Руководство лабораторией должно довести до каждого сотрудника его обязанности, ответственность и полномочия.</p> <p>6.2.5 Лаборатория должна уполномочить персонал на выполнение контрольной лабораторной деятельности, включая:</p> <p>а) разработку, изменение, верификацию и валидацию методов;</p> <p>б) анализ результатов, в том числе за пределами ответственности и компетенции;</p> <p>в) подготовку отчетов о результатах, их проверку и утверждение.</p>	<p>Раздел 6.2., РК, п. 5.7 ДПО 212, 01.2019</p> <p>«Управление персоналом»</p> <p>«Должностные инструкции»</p> <p>«Матрица полномочий»</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p> <p>Соблюдение/ не соблюдение</p>

<p>наличие должностного лица (менеджера по качеству), обеспечивающего внедрение системы менеджмента качества и ее постоянное функционирование, который является руководителем лабораторий или заместителем либо уполномоченно руководителем лабораторий на осуществление указанных функций</p>	<p>5.6. Лаборатория должна иметь персонал, подготовленный, независимо от других обязанностей, имеет полномочия и ресурсы, необходимые для выполнения своих обязанностей, в том числе:</p> <ul style="list-style-type: none"> а) внедрение, поддержание и совершенствование системы менеджмента; б) выявление отклонений от системы менеджмента или от процедур для осуществления плана лабораторной деятельности; в) инициирование мер по предотвращению или минимизации таких отклонений; г) предоставление руководству лаборатории отчетов о функционировании системы менеджмента и необходимости улучшений; д) обеспечение результативности лабораторной деятельности. 	<p>п. 4.1.3, абз. в–г–и п. 5.5 РК</p>	<p>Соответствует в учет/ не соответствует</p>	<p>Соблюдение/ не соблюдение</p>
<p>2.3.3. в)</p>				

2.3.4. НАЛИЧИЕ СИСТЕМЫ ОБЕСПЕЧЕНИЯ НЕЗАВИСИМОСТИ И БЕСПРИСТРАСТНОСТИ ЛАБОРАТОРИИ ПРИ ОСУЩЕСТВЛЕНИИ ДЕЯТЕЛЬНОСТИ И УСТАНОВЛЕНИЕ ТРЕБОВАНИЙ, ВЫЛЮЧАЮЩИХ

<p>меры предотвращения и разрешения конфликта интересов</p>	<p>4.11. Лаборатория должна иметь систему, обеспечивающую ее независимость и беспристрастность, а также структурироваться и управляться таким образом, чтобы обеспечивать беспристрастность.</p> <p>4.1.4. Лаборатория должна идентифицировать риски для своей беспристрастности на постоянной основе. Это должно включать риски, которые возникают в процессе ее деятельности, в результате ее отношений или отношений с персоналом. Вместо этого также должны быть определены риски, которые представляют опасность для беспристрастности лаборатории.</p> <p>4.15. При обнаружении риска для беспристрастности лаборатория должна быть в состоянии проработать и устранить то, что устраняет или минимизирует такой риск.</p>	<p>п. 4.1.2 РК</p>	<p>Соответствует в учет/ не соответствует</p>	<p>Соблюдение/ не соблюдение</p>
<p>2.3.4. б)</p>				

<p>гарантии независимости лабораторий от коммерческого, финансового, административного или иного давления, или оказать влияние на качество выполнения работ лабораторией. В случае, если лаборатория участвует в конкурсе третьей стороны и работа по исследованию (испытанию) инициирована</p>	<p>4.1.2 Руководство лабораторией должно принимать обязательства по беспристрастности.</p> <p>4.1.3 Лаборатория должна нести ответственность за беспристрастность своей лабораторной деятельности или не должна допускать конфликтов, финансовых или иных давлений, ставящих под угрозу беспристрастность по данному случаю.</p>	<p>Раздел 4.1 РК, приложение № 2 РК «Завяление о независимости» Прил</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдено/ не соблюдено</p>
<p>обязанность лабораторий участвовать в осуществлении видов деятельности, которые ставит под сомнение ее беспристрастность</p>	<p>4.1.2 Руководство лабораторией должно принимать обязательства по беспристрастности.</p>	<p>Раздел 4.1 РК, приложение № 2 РК «Завяление о независимости»</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдено/ не соблюдено</p>
<p>Наличие политических процедур выявления потребностей в дополнительной профессиональной подготовке и обучении работников лабораторий, обеспечение прохождения такой подготовки, проведение исследований, связанных с работами по исследованию (испытанию) и мониторингу соответствия.</p>	<p>6.2 Персонал</p> <p>6.2.2 Лаборатория должна документировать требования и компетентности персонала для каждой функции, влияющей на результаты лабораторной деятельности, в том числе требования к образованию, квалификации, профессиональным знаниям, навыкам, опыту.</p> <p>6.2.3 Лаборатория должна гарантировать, что персонал обладает компетентностью для выполнения лабораторной деятельности, за которую он несет ответственность, и для оценки значимости отклонений.</p> <p>6.2.5 Лаборатория должна иметь процедуру (ы) и вести запись по:</p>	<p>Раздел 6.2 РК, Документация процедура «Управление персоналом» ДЛ 03.02.01.2019</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдено/ не соблюдено</p>

<p>системы обеспечения компетентности и работная лаборатория и контроля за деятельностью работников лабораторий со стороны уполномоченных лиц.</p>	<p>а) определено требование к компетентности; б) подбору персонала; с) подго тавке персонала; д) наблюдению за персоналом; е) назначению персонала полномочными менеджерами компетентности персонала.</p>	
<p>2.3.6</p> <p>Наличие правил обеспечения конфиденциальности информации, в том числе поступающей от третьих лиц.</p>	<p>4.2 Конфиденциальность 4.2.1 Лаборатория должна на основе юридически значимых обязательств нести ответственность за управление всей информацией, поступившей извне или полученной в процессе выполнения лабораторной деятельности. 4.2.2 Доступ к записям должен соответствовать обязательствам в области конфиденциальности, и записи должны быть легкодоступными.</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p> <p>Раздел 4.2 РК</p> <p>Соблюдение / не соблюдение</p>
<p>23.7. НАЛИЧИЕ У ЛАБОРАТОРИИ СИСТЕМЫ УПРАВЛЕНИЯ ДОКУМЕНТАЦИЕЙ (ПРАВИЛ ДОКУМЕНТОБОРОТА), КОТОРЫЯ ДОЛЖНА ВКЛЮЧАТЬ В СЕБЯ</p>		
<p>2.3.7 а)</p> <p>правила утверждения и регистрации документов;</p>	<p>8.31 Лаборатория должна управлять документами (внутренними и внешними), относящимися к выполнению требований настоящего стандарта. 8.3.2 Лаборатория должна обеспечить, что: а) документы проверены на пригодность, уполномоченный персонал до их издания; с) идентифицируются их значения и статус текущей информации; е) документы уникальным образом идентифицированы.</p> <p>8.2.4 Вся документация, относящаяся к системам, записям, относящимся к выполнению требований настоящего стандарта, должны быть включены в систему менеджмента, чтобы они были связаны с ней.</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p> <p>п. 8.2 РК, ДП 0.201.01.2.019 «Управление документацией СМЭС» ДП 02.0.201.2019 «Управление внешней документацией»</p> <p>Соблюдение / не соблюдение</p>

<p>2.3.3 в)</p>	<p>правила учета результатов исследований (испытаний) и измерений, требований к содержанию таких протоколов;</p>	<p>7.8 Представление отчетов о результатах 7.8.1.1 Результаты должны быть рассмотрены и утверждены до их выхода. 7.8.1.2 Результаты должны быть представлены точно, четко, недвусмысленно и объективно, как правило, в форме отчета (например отчет об испытаниях, свидетельство (сертификат) о квалификации или акт о браке образцов) и должны включать в себя всю информацию, согласованную с заказчиком и необходимую для интерпретации результатов, а также всю информацию, требующую в соответствии с применением не в том. Все оформленные отчеты должны быть сохранены в надлежащем виде в виде записей. 7.8.5 – 7.8.8 ... 7.5 Технические записи 8.4 Управление записями 7.1.3 Когда аканит запрашивает заключение о соответствии спецификации или стандарту на испытание или калибровку (например, по данным о точности и правде) документа (например, датума) то спецификация или стандарт и правила принятия решений должны быть четко определены. Если правило принятия решения не определено спецификацией или стандартом, то оно должно быть сообщено заказчику и согласовано с ним.</p>	<p>п. 7.8 РК п. 5.5.5 ДП 02.01.01.2019 «Управление записями», п. 6.5.6 и Приложения №2 ДП 02.06.01.2.01 «Управление несоответствиями»</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p>	<p>Соблюдение / не соблюдение</p>
<p>2.3.3 в)</p>	<p>правила оказания услуг лабораторией для обеспечения доступа к тем частям документации системы менеджмента и соответствующей информации, которые применены в сфере его ответственности. 5.7 Руководство лаборатории должно обеспечить обмен информацией о результатах испытаний системы менеджмента и возможности удовлетворения требований заказчика и других требований; б) сохранение целостности системы менеджмента при планировании и внесении изменений в нее.</p>	<p>8.2.5 Весь персонал, участвующий в лабораторной деятельности, должен иметь доступ к тем частям документации системы менеджмента и соответствующей информации, которые применены в сфере его ответственности. 5.7 Руководство лаборатории должно обеспечить обмен информацией о результатах испытаний системы менеджмента и возможности удовлетворения требований заказчика и других требований; б) сохранение целостности системы менеджмента при планировании и внесении изменений в нее.</p>	<p>п. 8.3.1. РК п. 6.7 – 6.8 ДП 02.01.01.2019 «Управление документацией системы менеджмента качества»</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p>	<p>Соблюдение / не соблюдение</p>

<p>2.3.7 г)</p> <p>правила резервного копирования и восстановления документов</p>	<p>8.4.2 Лаборатория должна осуществлять управление, но без доступа для идентификации, хранения, защиты, резервного копирования, архивирования, поиска, срока хранения и уничтожения своих записей.</p>	<p>п. 7.11 РК, ДП 02.04.01.2.019 «Правила хранения и архивирования документов»</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдение/ не соблюдение</p>
<p>2.3.7 д)</p> <p>правила обеспечения актуальности используемых версий документов (в том числе, правила обеспечения актуальности используемых версий документов, содержащихся в федеральном информационном ресурсе телемедицинского регулирования стандартов), на уровне отдельных документов в местах их применения в лабораториях</p>	<p>8.3.2 в) документы периодически анализируются при необходимости пересматриваются; б) актуальные версии принятых документов доступны на всех рабочих местах при необходимости их распространения управляется.</p>	<p>п. 8.3 РК, п. 6, ДП 02.02.01.20.19 «Управление внешней документацией»</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдение/ не соблюдение</p>
<p>2.3.7 е)</p> <p>правила, обеспечивающие наличие баз данных и (или) электронных копий, в том числе с использованием электронных справочно-правовых систем, нормативных правовых актов, документов в области стандартизации, правил и методов исследования (испытаний) и измерений в том числе правил отбора образцов (проб), и иных документов, указанных в области аккредитации, заявленных об аккредитации в реестре аккредитованных лиц.</p>	<p>8.3.2 б) актуальные версии принятых документов доступны на всех рабочих местах при необходимости их распространения управляется;</p>	<p>п. 8.3 РК, п. 6, ДП 02.02.01.20.19 «Управление внешней документацией»</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдение/ не соблюдение</p>

2.3.7 ж)	<p>правила, предусмотренные в системе хранения и внесения изменений в документы.</p>	<p>8.3.2 Лаборатория должна обеспечить, что:</p> <p>б) документы периодически анализируются и при необходимости пересмотрены.</p> <p>Судифицируются изменения и статус текущей редакции документа</p> <p>5.7 Руководство лаборатории должно обеспечить:</p> <p>б) сохранение целостности системы менеджмента при планировании и внесении изменений в нее.</p>	<p>п. 8.3.1.2. РК, п. 6. и Приложение № 3 «Лист актуализации вносимых изменений ДП 0.201.01.2.019 «Управление документацией СМК» п. 5.4 ДП 02.09.01.2.019 «Управление записями»</p>	Соответствует/ не соответствует	Соблюдение/ не соблюдение
2.3.7 з)	<p>правила, предусмотренные в системе фиксации в системе управления документацией даты внесения в документ сведений о вносимых изменениях и номерного рапорта, и иного соответствующего содержания.</p>	<p>7.5.2 Лаборатория должна обеспечивать прослеживаемость изменений, внесенных в технические записи, к предыдущим версиям либо к первоначальным наблюдениям. Итеративные, итеративные данные и файлы должны сохраняться с указанием даты внесения изменений, сведений об авторах, ответственных за разработку изменений и лицах, ответственных за данные изменения.</p>	<p>п. 8.3.1.2. РК, п. 6. и Приложение № 3 «Лист актуализации вносимых изменений ДП 0.201.01.2.019 «Управление документацией СМК»</p>	Соответствует/ не соответствует	Соблюдение/ не соблюдение
2.3.7 и)	<p>систему хранения и архивирования документов, в том числе правила хранения и архивирования, предусмотренные хранением на бумажных носителях и/или в форме электронных документов, подписанных электронной цифровой подписью (подпись, по месту (местам) осуществления деятельности в области аккредитации в области хранения документов, представленных документами, полученными в лабораторию из лабораторий исследованной</p>	<p>8.4.2 Лаборатория должна осуществлять управление, необходимое для идентификации, хранения, защиты, резервного копирования, архивирования, поиска, срока хранения и утилизации своих записей. Лаборатория должна создавать записи в течение периода, установленного договорными обязательствами. Доступ к данным записям должен соответствовать обязательствам в области конфиденциальности, и записи должны быть легкодоступными.</p>	<p>п. 7.11.3 РК, ДП 02.04.01.2.019 «Правила хранения и архивирования документов»</p>	Соответствует/ не соответствует	Соблюдение/ не соблюдение

(испытаний и измерений), в течение трех лет со дня выдачи соответствующего документа о результатах исследований (испытаний) измерений или принятия решения об отказе в его выдаче.				
правила системы хранения и ведения архива документов, в том числе условия передачи документов в архив, условия выдачи документов из архива, сроки хранения в архиве документов (групп документов), правила регистрации документов, условия хранения документов.	8.4.2 ...Лаборатория должна сохранять запись в течение периода, установленного договорными обязательствами. Доступ к данным записям должен соответствовать областям конфиденциальности, и запись должна быть легкодоступными	ДП 02.04.01.2019 «Правила хранения и архивирования документов»	Соответствует/ не соответствует	Соблюдение/ не соблюдение
систематизированное ведение сведений о работниках лаборатории, непосредственно осуществляющих исследовательский (испытательный) и измерительный	6.2.2 Лаборатория должна документировать требования к компетенции персонала для каждой функции, выполняющей результаты лабораторной деятельности, в том числе требования к образованию, квалификации, профессиональной подготовке, техническим знаниям, навыкам, опыту. 6.2.5 Лаборатория должна иметь процедуру (ы) и вести запись по: а) определению требований к компетенции; б) подбору персонала; в) подготовке персонала; г) наблюдению за персоналом; е) назначению персонала полномочиями; ж) мониторингу компетенции персонала.	п. 6.2 РК, п.п. 5.3, 5.1.2, ДА 02.12.01.2019 «Управление персоналом»	Соответствует/ не соответствует	Соблюдение/ не соблюдение

<p>23.8</p> <p>Наличие требований к юридическим лицам индивидуальным предпринимателям, привлеченным лабораторией в целях выполнения отдельных работ по исследованию (испытаниям) измерением, и права ведения записей о соответствии выполненной работе установленным требованиям</p>	<p>6.6.1 Лаборатория должна обеспечить пригодность помещений для выполнения услуг, предоставляемых внешним поставщикам, которые являются деятельностью лаборатории, когда они:</p> <p>а) предназначены для исследования в собственной лабораторной деятельности;</p> <p>б) предоставлены в лаборатории, частично или полностью, напрямую заказчику в том состоянии, в котором они были получены от внешнего поставщика.</p>	<p>п. 6.6 РК</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдена/ не соблюдена</p>
--	---	------------------	--	--------------------------------

23.9 НАЛИЧИЕ ПРАВИЛ УПРАВЛЕНИЯ ОБОРУДОВАНИЕМ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ (ИСПЫТАНИЙ) И ИЗМЕРЕНИЙ, ПРЕДУСМАТРИВАЮЩИХ

<p>23.9 а)</p> <p>идентификацию каждой единицы оборудования и программного обеспечения (в том числе наименование изготовителя, идентификационный тип и серийного номера и/или другую уникальную идентификацию);</p>	<p>6.4.13 Должны вестись записи о составе оборудования, которое может размещаться на лабораторно деятельности:</p> <p>а) идентификацию оборудования, включая версию программного обеспечения, в том числе встроенного;</p> <p>б) наименование изготовителя, идентификационный, серийный номер или другую уникальную идентификацию;</p>	<p>п. 6.4 РК ДЛ СЗ.СЗ. 01.2019 «Управление оборудованием»</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдена/ не соблюдена</p>
<p>23.9 б)</p> <p>определение места нахождения оборудования (при необходимости);</p>	<p>6.4.13 Должны вестись записи о составе оборудования, которое может размещаться на лабораторно деятельности:</p> <p>б) текущее местонахождение;</p>	<p>Приложение 2 «Источники информации на оборудование» ДЛ СЗ.СЗ. 01.2019 «Управление оборудованием»</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдена/ не соблюдена</p>

2.3.9. в)	наличие инструкции по использованию и управлению оборудованием;	6.4.3 Лаборатория должна иметь процедуры обращения с оборудованием, его транспортировки, хранения, эксплуатации ...	п. 6.4.2 РК, п. 4.3.4 ДП 02.08.01.2019 «Управление оборудованием» наличие рабочих инструкций по эксплуатации приборов	Соответствует/ не соответствует	Соблюдение/ не соблюдение
2.3.9. г)	указание сведений об измерениях, установленных и иных обязательных метрологических требованиях, в том числе по заявкам точности измерений, а также об утверждении типа средств измерений;	6.4.5 Оборудование, используемое для измерений, должно обеспечивать точность и/или неопределенность измерений, требуемые для обеспечения достоверного результата. 6.4.13 с) данные в сертификатах о том, что оборудование соответствует установленным требованиям;	п. 6.4. РК п. 4.3 ДП 02.08.01.2019 «Управление оборудованием»	Соответствует/ не соответствует	Соблюдение/ не соблюдение
2.3.9. д)	указание на даты, результаты или сведения о поверке и (или) сертифицирован калибровки, планируемую дату следующей поверки и (или) калибровки;	6.4.13 в) даты и результаты калибровок, регулировок и работ по поверке и планируемую дату следующей калибровки или следующей поверки;	п. 6.4. РК, форма паспорта №2 п. 4.3 Приложение 5 ДП 02.08.01.2019 «Управление оборудованием»	Соответствует/ не соответствует	Соблюдение/ не соблюдение
2.3.9. е)	наличие плана обслуживания (при необходимости) и результатов проведенного обслуживания оборудования;	6.4.13 д) план технического обслуживания и технического обслуживания, выполнение и нахождение момента времени, если это требуется для работы оборудования;	п. 6.4. РК Ф 2ДП 02.08.01.2019, приложение №4 ДП 02.08.01.2019 «Управление оборудованием»	Соответствует/ не соответствует	Соблюдение/ не соблюдение

<p>регистрация повреждений, неисправностей, модификаций или ремонта оборудования</p>	<p>6.4.13 и) подробную информацию о любых повреждениях, неисправностях, модификациях или ремонтах оборудования.</p>	<p>п. 6.4. РК Ф ДЛП 02.08.01.2.019; приложение № 2 «Картон на оборудование» в ДЛП 02.08.01.2.019 «Управление оборудованием»</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдение/ не соблюдение</p>
<p>23.9 ж)</p>				

23.10. НАЛИЧИЕ МЕХАНИЗМА ВНУТРЕННЕГО КОНТРОЛЯ СОБЛЮДЕНИЯ ТРЕБОВАНИЙ СИСТЕМЫ МЕНЕДЖМЕНТА КАЧЕСТВА. ПРЕДУСМАТРИВАЮЩЕГО: УСТАНОВЛЕНИЕ ПРАВИЛ КОНТРОЛЯ СОБЛЮДЕНИЯ ТРЕБОВАНИЙ СИСТЕМЫ МЕНЕДЖМЕНТА КАЧЕСТВА (ДАЛЕЕ – ВНУТРЕННИЙ АУДИТ), ПРОВЕДИМОГО ЛАБОРАТОРИЕЙ, ВКЛЮЧАЮЩИХ

<p>первоначальную программу проведения внутреннего аудита с указанием специализированных ответственных за проведение внутреннего аудита</p>	<p>8.8.1 Лаборатория должна проводить внутреннею аудиты через запланированные интервалы для получения информации о том, является ли система менеджмента а) соответствующей — собственным требованиям лаборатория к своей системе менеджмента, в том числе лабораторной деятельности; — требованиям настоящего стандарта; б) результативно внедренной реализуемой</p>	<p>п. 8.8 РК, п. 4.3 ДЛП 02.10.01.2.019 «Внутренние аудиты» Приказ «О провозе данных внутреннего аудита»</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдение/ не соблюдение</p>
<p>программу проведения внутреннего аудита в, включающую процедуры, объекты, участников проведения внутреннего аудита</p>	<p>8.8.2 Лаборатория должна а) планировать, разрабатывать, внедрять и реализовывать программу аудита, в том числе в отношении периодичности, методов, сфер ответственности, планируются требования и отчетности, которая должна учитывать актуальность соответствующей лабораторной деятельности, из нее, влияющие на лабораторию, а также результаты предыдущих аудитов б) определять критерии аудита и область проведения и аудита в) обеспечивать, что результаты аудита доведены до соответствующего руководства</p>	<p>ДЛП 02.10.01.2.019 «Внутренние аудиты»</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдение/ не соблюдение</p>
<p>23.10. а)</p>				

<p>правила формирования документарного отчета по итогам внутреннего аудита, включющего в том числе сведения о мероприятиях, предпринятых в связи с выявленными нарушениями; выполнение высланных рекомендаций, выявленных с нарушениями установленных требований (далее – корректирующие мероприятия);</p>	<p>в.в.2 Лаборатория д.л.в.в.2 б) выполнить соответствие в случае выявления нарушений действий без обоснованных задержек; в) сохранить запись в качестве подтверждения реализации программы аудита и результатов аудита.</p>	<p>ДП 02.10.01.2019 «Внутренние аудиты» План корректирующих действий – ДП 02.07.01.2019 «Корректирующие действия» Действия, связанные с рисками и возможностями</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p> <p>Соблюдена/ не соблюдена</p>
--	--	---	---

УСТАНОВЛЕНИЕ ПРАВИЛ ПРОВЕДЕНИЯ АНАЛИЗА СИСТЕМЫ МЕНЕДЖМЕНТА КАЧЕСТВА, ОРГАНИЗУЕМОГО РУКОВОДИТЕЛЕМ ЛАБОРАТОРИИ ИЛИ ЕЕ ЗАМЕСТИТЕЛЕМ, ВКЛЮЧАЮЩИХ

<p>2.3.10. а)</p>	<p>8.9.2 Вводные данные анализа со стороны руководства должны быть зарегистрированы и включать информацию относительно:</p> <ul style="list-style-type: none"> а) изменений во внутреннем и внешнем вопросах, имеющих отношение к лаборатории; б) достижение поставленных целей; в) пригодности политики процедур; г) статуса действий, запланированных после предыдущих анализов со стороны руководства; д) результатов (или) последствий внутренних аудитов; е) корректирующих действий; ж) оценок, проводимых внешними органами; з) изменений объема и вида работ/миссии/области деятельности лаборатории; и) обратная связь от персонала заказчика; й) жалоб (претензий); к) результативности реализованных улучшений; л) доступности ресурсов; м) результатов идентификации рисков; н) уровня деятельности по обеспечению достоверности результатов теста; а также о) других значимых факторов, такие как мониторинг деятельности/обучение. 	<p>П. 8.9 РК ДП 02.11.01.2019 «Анализ со стороны высшего руководства»</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p> <p>Соблюдена/ не соблюдена</p>
<p>2.3.10. б)</p>	<p>наличие методик проведения анализа;</p>		

<p>порядочность проведения анализа:</p>	<p>8.9.1 Руководство лаборатории должно анализировать систему менеджмента с запланированной периодичностью, чтобы обеспечить ее постоянную пригодность. Анализ должен быть и результативность, включая запланированные полные цели, связанные с выполнением требований настоящего стандарта.</p>	<p>п. 8.9.3 РК, п. 4.1 ДП 02.11.01.2019 «Анализ со стороны высшего руководства»</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдение/ не соблюдение</p>
<p>2.310. 6)</p> <p>порядок формирования документарного отчета за, в том числе учета заalem сведениям о корректирующих мероприятиях.</p>	<p>8.9.3. Выходные данные анализа со стороны руководства должны включать запись обо всех решениях и действиях, относящихся по крайней мере к:</p> <ul style="list-style-type: none"> а) результативности системы менеджмента и ее процессам; б) улучшению лабораторной деятельности, относящейся к выполнению требований настоящего стандарта; в) предоставлению необходимых ресурсов; г) любой необходимости изменений. 	<p>п. 8.9.5 РК, п. 5.6 ДП 02.11.01.2019 «Анализ со стороны высшего руководства»</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдение/ не соблюдение</p>
<p>2.311</p> <p>Наличие правил управления качеством результатов испытаний и измерений в том числе правил планирования и анализа результатов контроля качества испытаний и измерений, которые могут быть предусмотрены проведение межлабораторных сравнительных испытаний, использование стандартных образцов (матрицы) в процессе контроля качества с использованием стандартных образцов, проведение повторных испытаний.</p>	<p>7.71 Лаборатория должна иметь процедуру для мониторинга достоверности результатов тае своей деятельности. Полученные данные должны регистрироваться таем образом, чтобы можно было выявить тенденции, и там, где это практически возможно, должны применяться статистические методы для анализа результатов. Должен быть составлен план такоо мониторинга и проводиться его анализ.</p> <p>Мониторинг должен включать (но не ограничиваться), где целесообразно, следующие:</p> <ul style="list-style-type: none"> а) использование стандартных образцов или образцов для контроля качества; б) использование альтернативного оборудования, которое было каллибровано, для обеспечения прослеживаемости результатов тае. 	<p>п. 7.7 РК</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдение/ не соблюдение</p>

23.12. НАЛИЧИЕ ПРАВИЛ ОБЕСПЕЧЕНИЯ И КОНТРОЛЯ НА ДЛЕЖАЩИХ ВНЕШНИХ УСЛОВИЙ ДЛЯ ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТИ ЛАБОРАТОРИИ, ОКАЗЫВАЮЩЕЙ УСЛУГИ В ОБЛАСТИ КАЧЕСТВА РАБОТЫ И РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ И КОМПОНЕНТОВ

<p>23.12. а)</p>	<p>сведения о конкретных помещениях, в которых осуществляются испытания, в том числе доступных для посещения от них, а также технических требований к помещениям;</p>	<p>6.3.1 Помещения и условия окружающей среды должны быть пригодными для осуществления лабораторной деятельности и не должны оказывать негативное влияние на достоверность полученных результатов.</p> <p>6.3.2 Лаборатория должна осуществлять мониторинг условий окружающей среды, управление ими и их регистрацию в соответствии с техническими требованиями, методами и процедурами в случаях, когда они влияют на достоверность результатов.</p> <p>6.3.3 При осуществлении лабораторной деятельности на объектах, находящихся вне территории управления, она должна обеспечить соответствие помещений условиям окружающей среды требованиям настоящего стандарта.</p>	<p>п. 6.3. РК п. 6. ДП 02.05.01.2019 «Помещения и условия окружающей среды»</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p>
<p>23.12. б)</p>	<p>правила периметральной и контр-ролевой зон, а также характерных особенностей внешних условий, в которых осуществляется деятельность, не соответствующая установленным требованиям, на результаты испытаний и энергоносителей и работ, проводимых лабораторией;</p>	<p>6.3.2 Требования, предъявляемые к помещениям и условиям окружающей среды, необходимым для осуществления лабораторной деятельности, должны быть документированы.</p> <p>6.3.4 Меры по управлению помещениями должны быть внедрены, поддержаны и контролироваться периодически по мере необходимости (но не ограничиваясь) следующими:</p> <ul style="list-style-type: none"> а) доступ и использование участка, обеспечивающий доступ к лабораторной деятельности; б) предотвращение загрязнения внешнего воздуха неблагоприятных воздействий на лабораторную деятельность; в) эффективное разграничение зон, в которых проводится несоместная лабораторная деятельность. 	<p>Приложение №1 к ДП 02.05.01.2019 « Журнал регистрации параметров окружающей среды, « Журнал регистрации параметров окружающей среды»</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p>

<p>Наличие правил по безопасному обращению, транспортированию, хранению, использованию и плановому обслуживанию средств измерений и измерительной аппаратуры с целью обеспечения надежности функционирования и предупреждения аварийных ситуаций.</p>	<p>6.4.3 Лаборатория должна иметь процедуры обращения с оборудованием, его транспортировки, хранения, эксплуатации и планового обслуживания в целях обеспечения надежного функционирования и предупреждения аварийных ситуаций.</p>	<p>п. 6.4. РК п. 4.5.6. ДП 02.05.01.2019 «Помещения и условия окружающей среды»</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдение/ не соблюдение</p>
<p>2.3.13</p>				

2.3.14. НАЛИЧИЕ ПРАВИЛ ВЫБОРА И ИСПОЛЬЗОВАНИЯ МЕТОДИК ИССЛЕДОВАНИЙ (ИСПЫТАНИЙ) И ИЗМЕРЕНИЙ СООТВЕТСТВУЮЩИХ ОБЛАСТИ ДЕЯТЕЛЬНОСТИ ЛАБОРАТОРИИ, ПРЕДУСМАТРИВАЮЩИХ

<p>правила документирования сведений об используемых методиках испытаний и измерений, а также обеспечения методиками испытаний и измерений работников лаборатории.</p>	<p>7.1.1 Лаборатория должна иметь процедуру для рассмотрения запросов, тендеров и договоров. Процедура должна обеспечивать, что: а) требования надлежащим образом определены, документированы и правильно понимаются; б) выбраны соответствующие методы или методики, и они способны удовлетворить требования заказчика. 7.1.2 Лаборатория должна информировать заказчика, когда метод, запрашиваемый заказчиком, является неактуальным или устаревшим. 7.2.1 Все методы, методики и соответствующие документы, такие как инструкции, стандарты, руководства по эксплуатации и справочные данные, должны поддерживаться актуальным состоянием и быть легкодоступными для персонала. 7.2.1.3 Лаборатория должна обеспечить применение последней действующей редакции метода, за исключением случаев, когда ее применение является нецелесообразным или невозможно.</p>	<p>п. 8.3 РК, п. 6.8. ДП 02.03.01.2019 «Применение стандартов (проб) и выдача результатов»</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p>	<p>Соблюдение/ не соблюдение</p>
<p>2.3.14. а)</p>				

2.314. а)	<p>7.2.1.4 Когда заказчик не определяет метод, который необходимо применить, лаборатория должна выбрать подходящий метод, соответствующий и проинформировать об этом заказчика. Рекомендуется использовать методы, опубликованные в международных, региональных или национальных стандартах, либо рекомендованные авторитетными учреждениями организациями, либо опубликованные в соответствующем научном журнале, либо установленные издателем оборудования. Также могут применяться методы, разработанные лабораторией или модифицированные.</p> <p>7.2.1.5 До внедрения методов в работу лаборатория должна подтвердить, что она может надлежащим образом применить выбранные методы, обеспечивая требуемое исполнение. Записи в verification должны храниться. Если изменения в метод были внесены организацией разработчиком, то verification должна быть проведена повторно по необходимому объему.</p>				
2.314. б)	<p>правила документирования сведений о зафиксированных отклонениях при проведении исследований (испытаний), измерений от требований, установленных в методиках исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила техникского обоснования указанных отклонений, одобренных со стороны заказчика исследования (испытаний) и измерений</p>	<p>7.1.5 Заказчик должен быть проинформирован о любых отклонениях от условий договора.</p> <p>7.1.6 Записи по анализу, включая любые значительные изменения, должны сохраняться. Также должны сохраняться записи соответствующих переговоров с заказчиком, касающиеся требований заказчика или результата лабораторной деятельности.</p> <p>7.2.1.7 Отклонение от методов для всех видов лабораторной деятельности должно документироваться только тогда, когда это отклонение оформлено документально, технически обосновано, утверждено и принято заказчиком.</p> <p>Примечание. Согласие заказчика на отклонение может быть заранее оговорено в договоре.</p>	<p>п. 7.2.5 РК (0) отклонения при проведении исследований не допускаются правила исполнения от условий договора прописаны)</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p>	<p>Соблюдение / не соблюдение</p>

<p>2.315</p> <p>Наличие правил разработки оценочной пригодности и использования лабораторией стандартных методов, разработанных методик, разработанных лабораторией стандартных методов, используемых за пределами области применения, расширенный методик стандартных</p>	<p>7.2.1.6 При необходимости разработки нового метода должен быть составлен план работ и назначен квалифицированный персонал, обладающий необходимыми ресурсами. В процессе разработки метода должна проводиться периодическая оценка работ с целью подтверждения того, что требования заказчика все еще выполняются. Любые изменения вносимые в план работ, должны быть одобрены и утверждены.</p> <p>7.2.2 Валидация методов</p> <p>7.2.2.1 Лаборатория должна проводить валидацию стандартных методов, методов, разработанных лабораторией, и стандартных методов, используемых за пределами области применения или климатом, либо иным образом модифицированных. Валидация должна быть настолько полной, насколько это необходимо, чтобы отечать потребностям данного применения или области применения.</p> <p>7.2.2.2 При внесении изменений в валидованный метод их вложение должно быть определено и, в случае если было установлено, что ошибка является в вложении на первоначальную валидацию, должна быть выполнена новая валидация метода.</p> <p>7.2.2.3 Характеристики валидованных методов, оцененные для предполагаемого использования, должны соответствовать потребностям заказчиков и установленным требованиям.</p> <p>7.2.2.4 Лаборатория должна хранить, следующие записи о валидации использованную процедуру валидации, перечень требований, определенных характеристик методов, полученных результатов, заключение о пригодности метода вместе с подробным описанием его использования в отношении предполагаемого использования.</p>	<p>п. 7.2 РК, ВМ ЮСО 4.08.01 «Порядок аккредитации»</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p>	<p>Соблюдение / не соблюдение</p>
--	---	---	---	-----------------------------------

23.16. НАЛИЧИЕ ПРАВИЛ НА СЛУЧАЙ ВЫЯВЛЕНИЯ РАБОТ, ВЫПОЛНЕННЫХ С НАРУШЕНИЕМ УСТАНОВЛЕННЫХ ТРЕБОВАНИЙ, УСТАНОВЛЕННЫХ

<p>2.3.16. а)</p> <p>обязанности работников лабораторий в случае выявления работ выполненных с нарушениями установленных требований (в том числе по приостановлению работ приостановлено выданы протоколы исследований (испытаний) измерений)</p>	<p>7.9. Жалобы (претензии):</p> <p>7.9.1 Лаборатория должна иметь документированный процесс для получения, рассмотрения жалоб (претензий) и принятия решений по жалобам (претензиям).</p> <p>7.10.1 Лаборатория должна иметь процедуру которую применяют в случае, если какой-либо работник лабораторией выявил несоответствие результатов работы не соответствующее собственным процедурам лаборатории или требованиям, согласованным с заказчиком (например, оборудование или условия окружающей среды не соответствуют установленным пределам, результаты мониторинга не отвечают установленным критериям). Процедура должна обеспечивать, что:</p> <p>а) определены ответственность и полномочия для управления несоответствующей работой;</p> <p>б) действия (включая приостановку или повтор работы и приостановку выдачи отчетов, если необходимо) основаны на уровнях риска, установленных лабораторией;</p>	<p>п. 7.10. РК ДП О 20 & О1 2 019 «Управление несоответствиями»</p> <p>Соответствует / не соответствует</p> <p>Соблюдение / не соблюдение</p>
<p>2.3.16. б)</p> <p>необходимость оценки влияния работ, выполненных с нарушениями установленных требований анализ, на результаты выполнения исследований (испытаний) измерений;</p>	<p>7.10.1 Справедливо оценивание значности несоответствующей установленным требованиям работы, в том числе анализе воздействия на производимые результаты;</p>	<p>п. 7.10. РК п. 6.2.2. ДП О 20 & О1 2 019 «Управление несоответствиями»</p> <p>Соблюдение / не соблюдение</p>

2.316. в)	<p>обязанность осуществления корректирующих мероприятий;</p>	<p>7.10.1 в) принять решение о приостановке работ; 7.10.3 В тех случаях, когда видно, что несоответствующая работа может повлечь за собой опасность, или есть сомнения в отношении безопасности деятельности лаборатории, лаборатория должна обеспечить выполнение корректирующих действий.</p>	<p>п. 8.7 РК, п. 7 ДП О 20.6.01.2019 «Корректирующие действия. Действия, связанные с рисками и возможностями»</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p>	<p>Соблюдение / не соблюдено</p>
2.316. г)		<p>8.7.1 Применяемые несоответствия лаборатория должна:</p> <p>а) реализовать на несоответствие и при необходимости:</p> <ul style="list-style-type: none"> — предпринять действия для управления на ответственность и его устранения; — отреагировать на последствия; 			
2.316. д)	<p>правила и положения задания работ о работах, выполненных с нарушением установленных требований;</p>	<p>7.10.1 в) когда это необходимо, уведомлен заказчик и аннулированы результаты работы; 7.9.5 Когда это возможно, лаборатория должна подтвердить полученные результаты (протограммы) и информировать заявителя о ходе и результатах рассмотрения. 7.9.7 Когда это возможно, лаборатория должна предоставить заявление официально уведомленное о результатах рассмотрения жалоб (протограммы).</p>	<p>п. 7.10. РК, п. 6.5 ДП О 20.6.01.2019 «Управление несоответствиями»</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p>	<p>Соблюдение / не соблюдено</p>
2.316. е)	<p>меры ответственности в отношении работников лабораторий, принимающих обоснованное решение о возобновлении работ;</p>	<p>7.10.1 г) определена ответственность за принятие решения о возобновлении работ.</p>	<p>п. 7.10. РК, п. 6.6 ДП О 20.6.01.2019 «Управление несоответствиями»</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p>	<p>Соблюдение / не соблюдено</p>
2.316. ж)	<p>правила описания работ, выполненных с нарушением установленных требований;</p>	<p>7.10.2 Лаборатория должна вести запись о несоответствии работ и несоответствиях, определенных в 7.10.1, перечисленных в) – д).</p>	<p>п. 7.10. РК, п. 6.2 ДП О 20.6.01.2019 «Управление несоответствиями»</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p>	<p>Соблюдение / не соблюдено</p>

2.3.17. НАЛИЧИЕ ПРАВИЛ ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ КОРРЕКТИРУЮЩИХ МЕРОПРИЯТИЙ, ПРЕДУСМАТРИВАЮЩИХ

<p>2.3.17. а)</p> <p>систему анализа причин выполнения работ, выявленных с нарушением установленных требований</p>	<p>8.7.1 Принятыми несоответствия лаборатория должна:</p> <p>а) реализовать на соответствие и при необходимости:</p> <ul style="list-style-type: none"> — предпринять действия для управления несоответствиями и его устранения; — отреагировать на последствия; б) оценить необходимость действия для устранения причин (ы) несоответствия для того чтобы предотвратить его повторное или новое проявление, посредством: <ul style="list-style-type: none"> — рассмотрения и анализа несоответствия; — выявления причин несоответствия; — выявления существующих или потенциальных возможностей и связанных с ними дополнительных несоответствий; 	<p>п. 7.10. РК, п. 6. ДП О 20.6.01.2019 «Управление несоответствиями»</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p> <p>Соблюдено/ не соблюдено</p>
<p>2.3.17. б)</p> <p>правила выбора корректирующих мероприятий;</p>	<p>8.7.1 Принятыми несоответствия лаборатория должна:</p> <p>а) реализовать на соответствие и при необходимости:</p> <ul style="list-style-type: none"> — предпринять действия для управления несоответствиями и его устранения; б) оценить необходимость действия для устранения причин (ы) несоответствия для того чтобы предотвратить его повторное или новое проявление, посредством: <ul style="list-style-type: none"> — рассмотрения и анализа несоответствия; — выявления причин несоответствия; — выявления существующих или потенциальных возможностей и связанных с ними дополнительных несоответствий; <p>8.7.2 Корректирующие действия должны соответствовать масштабам и последствиям обнаруженного несоответствия.</p>	<p>п. 8.7. РК, п. 7.2 ДП О2.07.01.2019 «Корректирующие действия. Действия, связанные с рисками и возможностями»</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p> <p>Соблюдено/ не соблюдено</p>
<p>2.3.17. в)</p> <p>правила оценки достижений целей по корректирующим мероприятиям;</p>	<p>8.7.1</p> <p>б) оценить результаты выполнения корректирующих действий;</p> <p>в) повторно оценить риски и возможности, выявленные по итогам планирования, если это необходимо;</p> <p>г) при необходимости внести изменения в систему менеджмента.</p>	<p>п.7.3 ДП О2.07.01.2019 «Корректирующие действия. Действия, связанные с рисками и возможностями»</p>	<p>Соответствует/ не соответствует</p> <p>Соблюдено/ не соблюдено</p>

<p>правила оказания результатов коррективных мероприятий.</p>	<p>8.7.3 Лаборатория должна сохранять запись в качестве свидетельства следующего:</p> <p>а) существенности этапов, применен (ой) и любых предпринятых последующих действий;</p> <p>б) результатов корректирующих действий.</p>	<p>п.7.4 ДП 02.07.01.2019 «Корректирующие действия». Действия, связанные с рисками и в зависимости</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p> <p>Соблюдение / не соблюдение</p>
<p>2.3.18. НАЛИЧИЕ ПРАВИЛ ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ МЕРОПРИЯТИЙ, НАПРАВЛЕННЫХ НА ПРЕДОТВРАЩЕНИЕ ВОЗНИКНОВЕНИЯ РАБОТ, ВЫПОЛНЕННЫХ С НАРУШЕНИЕМ УСТАНОВЛЕННЫХ ТРЕБОВАНИЙ (ДАЛЕЕ – УПРАВЛЕНИЕ РИСКАМИ), ПРЕДУСМАТРИВАЮЩИХ</p>			
<p>определенные потенциальные причины возникновения нарушений установленных требований;</p>	<p>Введение</p> <p>Согласно требованиям стандарта лаборатория должна планировать и осуществлять действия по управлению рисками в зависимости от рисков и в зависимости от значности создаст основу для выявления результатов значности не деонанта, достижены лучших результатов и предотвращение негативных последствий. Лаборатория несет ответственность за принятие решения о том, какие риски и в зависимости необходимо рассматривать.</p>	<p>п.8.5 РК, п.8 ДП 02.07.01.2019 «Корректирующие действия». Действия, связанные с рисками и в зависимости</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p> <p>Соблюдение / не соблюдение</p>
<p>2.3.18. а)</p>	<p>8.5.1 Лаборатория должна рассматривать риски множества, связанные с лабораторной деятельностью, для того чтобы:</p> <p>а) убедиться, что система менеджмента достигнет наименьших результатов;</p> <p>б) нарастить возможности для достижения целей и задач лаборатории;</p> <p>с) предотвратить или уменьшить нежелательные воздействия и возможные сбои лабораторной деятельности;</p> <p>д) добиваться улучшения.</p>		

<p>правила планирования управления рисками и возможностями, связанными с лабораторной деятельностью, направленные на предотвращение повторения работ выполняемых с нарушением установленных требований, а также описания (факшита) их результатов.</p>	<p>8.5.3 Предпринятые действия, связанные с рисками возможностями, должны быть соразмерны их потенциальному влиянию на достоверность лабораторных результатов.</p>	<p>п 8.5 РК, п. 8.2 ДЛ 02.07.01, 2019 «Корректирующие действия». Действия, связанные с рисками возможностями</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p>	<p>Соблюдение / не соблюдение</p>
<p>правила планирования управления рисками и описания (факшита) их результатов.</p>	<p>4.1.4 Лаборатория должна идентифицировать риски для своей беспристрастности на постоянной основе. Это должно включать риски, которые возникают в процессе ее деятельности, в результате ее отношений или отношений персонала. Вместе с тем такие отношения не обязательно представляют собой риск для беспристрастности лаборатории.</p> <p>8.5.2 Лаборатория должна планировать:</p> <ol style="list-style-type: none"> действия, связанные с данными рисками и возможностями; наименее затратные меры по управлению рисками и возможностями. 	<p>п 8.5 РК, п. 8.2 ДЛ 02.07.01, 2019 «Корректирующие действия». Действия, связанные с рисками возможностями</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p>	<p>Соблюдение / не соблюдение</p>

23.19. НАЛИЧИЕ ПРАВИЛ ОТБОРА ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЙ (ИСПЫТАНИЙ) И ИЗМЕРЕНИЙ (ЕСЛИ ДАННЫЙ ВИД ДЕЯТЕЛЬНОСТИ ОСУЩЕСТВЛЯЕТСЯ ИЛИ ПЛАНИРУЕТСЯ КОСВЕННО)

<p>23.19. а)</p> <p>правила выбора, извлечения и подготовки образца для исследования (испытаний) и измерений, план отбора образцов.</p>	<p>7.3.1 В случае, когда лаборатория проводит отбор образца вещества, материала или продукции для последующих испытаний или калибровки, она должна иметь план и методика отбора. Метод отбора образца должен учитывать факторы, которые необходимо контролировать, чтобы обеспечить достоверность результата той последующих испытаний или калибровки. План и метод отбора образца должны быть доступны на месте проведения отбора. Планы отбора образца должны основываться, когда это целесообразно, на соответствующим статистическим методам.</p> <p>7.3.2 Методы отбора образца должны описывать:</p> <ul style="list-style-type: none"> а) выбор отбора образца или точки отбора; б) план отбора образца; с) подготовку или обработку образца (если требуется), метода или продукции с целью получения требуемого образца для последующего проведения испытаний или калибровки. 	<p>п. 7.3 РК, п. 6 ДП 02:13.01.2.019 «Отбор образца (проб)» Базовый план отбора (План для последних исследований, ветеринарно-профилактических и противо-эпизоотических мероприятий в хозяйствах всех форм собственности на 2019 г.)</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p> <p>Соблюдение / не соблюдение</p>
<p>23.19. б)</p> <p>правила выбора, извлечения и подготовки образца для исследования (испытаний) и измерений, план отбора образцов.</p>	<p>7.3.1 В случае, когда лаборатория проводит отбор образца вещества, материала или продукции для последующих испытаний или калибровки, она должна иметь план и методика отбора. Метод отбора образца должен учитывать факторы, которые необходимо контролировать, чтобы обеспечить достоверность результата той последующих испытаний или калибровки. План и метод отбора образца должны быть доступны на месте проведения отбора. Планы отбора образца должны основываться, когда это целесообразно, на соответствующим статистическим методам.</p>	<p>п. 7.3 РК, п. 6 ДП 02:13.01.2.019 «Отбор образца (проб)»</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p> <p>Соблюдение / не соблюдение</p>

2.3.19. а)	<p>правила документирования, сведения об операциях, относящихся к отбору образцов, в том числе на случай отклонения процедуры отбора от стандартной процедуры содержания используемой процедуры отбора, и идентификации спецификаций, производящего объект, в месте отбора (применяемость), материалы для идентификации места отбора.</p>	<p>7.3.3 Лаборатория должна охранять соответствующие записи об отборе образцов, который составляет часть проведенных испытаний и для калибровки. Такие записи должны включать в себя (в том числе):</p> <ul style="list-style-type: none"> а) ссылку на примененный метод отбора образцов; б) дату и время отбора образцов; в) данные для идентификации и описания образца (например, номер образца, наименование); г) идентификацию лица, выполнявшего отбор образцов; д) идентификацию используемого оборудования; е) условия окружающей среды и транспортировки; ж) ссылки или другие эквивалентные способы идентификации места отбора образцов, если это необходимо; з) отклонения, допущенные или исключенные из метода и плана отбора образцов. 	<p>Формуляры ФН-Ф6. Акты отбора проб ДП 02.13.01.2.019 «Отбор образцов (проб)»</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p>	<p>Соблюдение / не соблюдение</p>
------------	---	---	--	---	-----------------------------------

2.3.20. НАЛИЧИЕ ПРАВИЛ ОБРАЩЕНИЯ С ОБЪЕКТАМИ ИССЛЕДОВАНИЙ (ИСПЫТАНИЙ) И ИЗМЕРЕНИЙ ПРЕДУСМАТРИВАЮЩИХ

2.3.20. а)	<p>правила транспортирования, получения, использования, защиты, хранения, сортировки (или удаления) объектов испытаний и измерения, исключение ухудшения характеристик, потерю или повреждение объектов испытаний и измерений.</p>	<p>7.4.1 Лаборатория должна иметь процедуру для транспортировки, получения объектов испытаний или калибровки, обращения с объектами испытаний или калибровки, защиты, хранения, обеспечения сохранности, учета, возврата объектов испытаний или калибровки, включая все условия, необходимые для защиты целостности объектов испытаний или калибровки и защиты интересов лаборатории и заказчика. Должны быть предприняты меры предосторожности, чтобы избежать ухудшения свойств, загрязнения, потери или повреждения объектов при обращении, транспортировке, хранении/охлаждении и подготовке испытаний и для калибровки. Инструкции по обращению с объектами, предоставленные вместе с ними, должны быть соблюдены.</p>	<p>п. 7.4 РК, п. 11 ДП 02.13.01.2.019 «Отбор образцов (проб)»</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p>	<p>Соблюдение / не соблюдение</p>
------------	--	---	---	---	-----------------------------------

	<p>7.4.4 В случае, если объекты необходимо хранить или транспортировать при определенных условиях окружающей среды, эти условия должны поддерживаться контролируемым и регистрироваться.</p>		
2.3.20. б)	<p>систему идентификации объектов испытаний и измерений;</p>	<p>7.4.2 Лаборатория должна иметь четкую систему идентификации объектов испытаний и измерений. Идентификация должна сохраняться, пока объект находится под ответственностью лаборатории. Данная система должна обеспечивать, что объекты не будут перепутаны физически или при работе на них в записях или других документах. Система идентификации должна, если это необходимо, учитывать разделение объекта и/или группы объектов и их перемещение.</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p> <p>Соблюдение / не соблюдение</p>
2.3.20. в)	<p>правила документирования работ с объектами и измерений, в том числе в случае отклонения результатов испытаний и измерений от нормативных или заданных условий;</p>	<p>7.4.3 При получении объекта испытаний или калибровки отклонения от установленных условий должны быть зарегистрированы. Если есть сомнения относительно пригодности объекта для испытаний или калибровки или если объект не соответствует представленному описанию, то лаборатория, перед тем как продолжить работу, должна обратиться за помощью к допустимым инструциям и зарегистрировать результаты этого обсуждения. Если заказчик требует провести испытание или калибровку какого-либо объекта, признавая отклонение от установленных условий, лаборатория должна включить в отчет заключение о том, на какие результаты могут повлиять данные отклонения.</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p> <p>Соблюдение / не соблюдение</p>

7.5.1 Лаборатория должна обеспечивать наличие в теоретических записях для каждого вида лабораторной деятельности результатов, описаний достаточной информации, позволяющей, если это возможно, идентифицировать факторы, влияющие на результат измерения или задание с ним не определенностью измерения, а также обеспечить возможность повторного проведения данной лабораторной деятельности в условиях, максимально близких к первоначальным. Теоретические записи должны включать дату и сведения о персонале лаборатории, который несет ответственность за каждый вид лабораторной деятельности и проверке данных и результатов. Первые наблюдения, данные и расчеты должны быть записаны в момент, когда они были получены, и должны отождествляться с конкретной работой.

7.1.3 Когда значения запрашивает заказчик о соответствии спецификации или стандарту на материалы или калибровку (например, годовой годен в пределах допуска/за пределами допуска), то спецификация или стандарт и правила принятия решений должны быть четко определены. Если правило принятия решения не определено в спецификации или стандарте, то оно должно быть сообщено заказчику и согласовано с ним.

7.5.2 Лаборатория должна обеспечивать прослеживаемость изменений, внесенных в теоретические записи, к предыдущим версиям либо к первоначальным наблюдениям.

23.21. НАЛИЧИЕ ПРАВИЛ ОРГАНИЗАЦИИ ПОВЕРКИ И (ИЛИ) КАЛИБРОВКИ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ, ОБЕСПЕЧИВАЮЩИХ ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТЬ К ГОСУДАРСТВЕННОМУ ПЕРВИЧНЫМ ЭТАЛОНАМ СООТВЕТСТВУЮЩИХ ЕДИНИЦ ВЕЛИЧИН ИЛИ, В СЛУЧАЕ ИХ ОТСУТСТВИЯ, К СТАНДАРТНЫМ ОБРАЗЦАМ И РЕФЕРЕНТНЫМ МЕТОДАМ ИЗМЕРЕНИЙ И ПРЕДУСМАТРИВАЮЩИХ

<p>меры, о бессточивающие соблюдения требований к поверки и (или) калибровке средств измерения;</p> <p>23.21. а)</p>	<p>6.4.6 Измерительное оборудование должно быть калибровано, если:</p> <ul style="list-style-type: none"> — точность измерения является значимой в плане достоянность представляемых результатов; — калибровка оборудования требуется для установления метрологической прослеживаемости представленных результатов; <p>6.4.7 Лаборатория должна разработать программу калибровки, которая должна периодически обновляться и корректироваться по мере необходимости с целью поддержания достоверности статуса калибровки.</p> <p>6.5.1 Лаборатория должна установить и поддерживать метрологическую прослеживаемость результатов своих измерений, связанных с соответствующей основой для сравнения посредством документированной непрерывной цепи калибровок к акциям из которых вытекает связь в виде и неопределенность измерения.</p> <p>Приложение А. (справочное) Метрологическая прослеживаемость.</p> <p>6.5.3 Если установлено метрологической прослеживаемости единицам СИ с технической точки зрения не представляется возможным, лаборатория должна продемонстрировать метрологическую прослеживаемость к соответствующей основе для сравнения, например:</p> <ul style="list-style-type: none"> а) результаты, полученные с применением референтных методов измерения, установленных методов или согласованных стандартов (эталонов), если они не являются применимы в качестве обеспечения результатов измерений, которые относятся к своему предполагаемому назначению и поэтому являются соответствующими измерениями. 	<p>п. 6.5 РК Лаборатория проводит самостоятельную калибровку для целей проверки работоспособности оборудования (вось, рН-метр, спектрофотометр — градуировка)</p> <p>Соответствуют / не соответствуют</p> <p>Соблюдению / не соблюдению</p>
--	--	---

<p>2.3.21. 6)</p> <p>правила обращения с эталонными данными (в случае проведения самостоятельной на лабораторной и стандартными образцами</p>	<p>6.4.11 Если результаты калибровки и сведения о стандартных образцах включают все бы опорные значения или поправочные коэффициенты, то лаборатория должна обеспечить, что опорные значения и поправочные коэффициенты обновляются и применяются должным образом в соответствии с установленными требованиями.</p> <p>6.5.2 Лаборатория должна обеспечить прослеживаемость результатов к эталонам и Международной системе единиц (СИ) посредством:</p> <ul style="list-style-type: none"> а) на калибровку предоставляемой компетентной лабораторией, или б) сертифицированных значимой сертификационных стандартных образцов компетентного производителя с указанием на родственный прослеживаемости к СИ, или в) непосредственной реализации в единицы СИ, подтвержденной слепыми пробами или косвенными, с национальными или международными эталонами. <p>6.5.3 Если установлено метрологическое прослеживаемости к единицам СИ с технической точки зрения не представляется возможным, лаборатория должна продемонстрировать метрологическую прослеживаемость к соответствующей основе для сравнения, например к:</p> <ul style="list-style-type: none"> а) результатам, полученным с применением референтных методов измерений, установленных методов или согласованных стандартов (эталонов), если они четко описаны и приняты в качестве обеспечивающих результаты измерений, которые относятся к предмету предложения, или б) подтвержденным эталонным измерениям, или 	<p>Не прописана прослеживаемость результатов измерений к Международной системе единиц (СИ)</p>	<p>Соответствует / не соответствует</p> <p>Соблюдение / не соблюдение</p>
---	--	--	---

2.3.21. а)	<p>правила оценки неопределенности и зме репей (в случае проведения самостоятельной на лабораторном средства измерений лабораторией)</p>	<p>6.4.13 Должны вестись запись о состоянии оборудования, которое может повлиять на лабораторную деятельность. Записи должны включать следующие, когда это применимо: ф) документацию на стандартные образцы, результаты, критерии приемки, соответствующие даты и сроки годности</p>	Не применимо	Соответствует/ не соответствует	Соблюдение/ не соблюдение
2.3.22	<p>Наличие правил применения оборудования знача национальная система аккредитации</p>	<p>7.6.1 Лаборатория должны отразить влад (или) в неопределенности измерения. При оценочных неопределенности измерения все суточные значения, в том числе связанные с отбором образцов, должны учитываться с применением соответствующих методов анализа 7.6.2 Лаборатория, выполняющая наработки, в том числе собственного оборудования, должна оценивать неопределенности измерения для всех наработок 7.6.3 Лаборатория, выполняющая испытания, должна оценивать неопределенности измерения. В тех случаях, когда метод испытаний исключает строгую оценку неопределенности измерения, оценка должна проводиться на основе понимания теоретических принципов или практического опыта выполнения метода</p>	Требований в стандарте нет	Соответствует/ не соответствует	Соблюдение/ не соблюдение

Эксперт по аккредитации

Руководитель юридического лица или индивидуальной предприниматель

и.п. (в случае, если имеется)

Подпись

Подпись

Ф.И.О (при наличии)

Ф.И.О (при наличии)

30

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ И РЕКОМЕНДОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Федеральный закон от 26 июня 2008 г. N 102-ФЗ "Об обеспечении единства измерений".
2. Федеральный закон от 27.12.2002 N 184-ФЗ "О техническом регулировании".
3. Бегунов А.А. Метрология. Аналитические измерения в пищевой и перерабатывающей промышленности: учебник для вузов/ А.А. Бегунов. -. СПб.: ГИОРД, 2014, - 466 с.
4. Пацовский А.П. К вопросу об обеспечении единства измерений в отраслях пищевой промышленности / А.П. Пацовский // Приборы и системы. Управление, контроль, диагностика, 2019. - № 7. - С. 29 - 37.
5. Бегунов А.А. Метрология. Методы, средства и методики аналитических измерений в пищевой и перерабатывающей промышленности /А.А. Бегунов, А.П. Пацовский, – СПб.: Гиорд, 2019. - 640 с.
6. Бегунов А.А. Метрология. Производство продукции в пищевой и перерабатывающей промышленности/ А.А. Бегунов.-СПб.: ГИОРД, 2015.
7. РМГ 29-2013 МЕТРОЛОГИЯ. Основные термины и определения.
8. ГОСТ Р 8.563-2009 Государственная система обеспечения единства измерений.
9. ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений.
10. ISO 80000-9:2009 Quantities and units — Part 9: Physical chemistry and molecular physics.
11. МИ 2630-2000 ГСИ. Метрология. Физические величины и их единицы.
12. Бегунов А.А., Лисицын А.Н., Пацовский А.П., Соколов П.А., Санова Л.Х. Методики выполнения измерений. Разработка, оформление и метрологическая аттестация/ под общей редакцией проф. Бегунова А.А. – СПб.: ГНУ ВНИИЖ Россельхозакадемии, 2001. 313 с.
13. ГОСТ Р 57164-2016 Методы определения запаха, вкуса и мутности.

14. Пацовский А.П. К вопросу об обеспечении единства измерений в отраслях пищевой промышленности / А.П. Пацовский // Приборы и системы. Управление, контроль, диагностика, 2019. - № 7. - С. 29 - 37.
15. Бегунов А.А., Пацовский А.П. Разработка унифицированной методики измерения массовой доли воды термогравиметрическим методом // Тез. докл. XV международная научно-практической конференции «Пища. Экология. Качество», Новосибирск., 28-30 июня 2018. - М.:, 2018. - С.69-72.
16. Пацовский А.П. Исследование пищевых продуктов, на предмет наличия красителей не натурального происхождения / А.П. Пацовский // Биотехносфера, 2017. - № 1(49). - С. 19 - 23.
17. Пацовский А.П. Опыт хроматографического разделения синтетических красителей в кетчупах и томатной пасте [Электронный ресурс]: Электронный научный журнал “Технологии техносферной безопасности” Академии Государственной противопожарной службы МЧС России. / А.П. Пацовский. - СПб.: Академия ГПС МЧС России. – 2017 (72). – Вып. 2. - Режим доступа к журналу: <http://ipb.mos.ru/ttb/2017-2/2017-2.html>, свободный. - (Дата обращения: 20.03.2017).
18. Пацовский А.П. Опыт хроматографического разделения синтетических красителей в составе матриц молочных продуктов / А.П. Пацовский // Качество и жизнь, 2016. - № 4. - С. 72 - 77.
19. Довбеда Л.И., Лячев В.В., Сирая Т.Н. Основы теоретической метрологии: Учеб. Пособие/ Под ред. В.В. Лячева.- СПб.: Изд-во СПб ГЭТУ «ЛЭТИ», 1999.-292 с.
20. Пацовский А.П. Текущее состояние мониторинга красителей в пищевых продуктах // Контроль. Диагностика. - 2016. - № 5. - С.68-72.
21. Бегунов А.А., Пацовский А.П. Основы построения единства измерений в пищевой и перерабатывающей промышленности // Тез. докл. XII международная научно-практической конференции «Пища. Экология. Качество», М., 20-21 марта 2015. - М.:, 2015. - Т. I - С.103-107.

22. Шишкин И.Ф. Теоретическая метрология. Ч.1. Общая теория измерений: учеб.-мет. комплекс (учеб. пособие), 4-е изд., перераб. и доп. - СПб.: Питер 2010.- 192 с. (Серия «Учебник для вузов»).

Пацовский Александр Петрович
Иванов Владимир Леонидович
Волкова Ольга Владимировна
Пашкова Евгения Александровна

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ РАБОТЫ АНАЛИТИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЙ В ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Учебное пособие

В авторской редакции
Редакционно-издательский отдел Университета ИТМО
Зав. РИО Н.Ф. Гусарова
Подписано к печати
Заказ №

Тираж

Отпечатано на ризографе

Редакционно-издательский отдел

Университета ИТМО

197101, Санкт-Петербург, Кронверкский пр., 49, литер А