

Э. В. ЗЛОБИН, А. Г. ДИВИН, В. М. ПАНОРЯДОВ

УПРАВЛЕНИЕ КАЧЕСТВОМ В ЛАБОРАТОРИИ

Учебное электронное издание



Тамбов
Издательство ФГБОУ ВО «ТГТУ»
2017

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Тамбовский государственный технический университет»

Э. В. ЗЛОБИН, А. Г. ДИВИН, В. М. ПАНОРЯДОВ

УПРАВЛЕНИЕ КАЧЕСТВОМ В ЛАБОРАТОРИИ

Утверждено Учёным советом университета
в качестве учебного пособия для руководителей,
инженерно-технических работников, специалистов служб
главного конструктора, отделов стандартизации, нормоконтроля,
конструкторских и технологических подразделений, а также бакалавров и
магистров, обучающихся по направлению «Управление качеством»

Учебное электронное издание



Тамбов
Издательство ФГБОУ ВО «ТГТУ»
2017

УДК 685.5
ББК 65.5(4Рос)29-823.2
3-68

Рецензенты:

Доктор технических наук, доцент,
профессор кафедры «КИСМ» ФГБОУ ВО «ТГТУ»
М. В. Соколов

Кандидат экономических наук, доцент кафедры управления качеством,
начальник отдела менеджмента качества образовательной
деятельности ФГБОУ ВО «МГУ им. Н. П. Огарёва» (г. Саранск)
В. И. Маколов

Злобин, Э. В.

3-68 Управление качеством в лаборатории [Электронный ресурс] : учебное пособие / Э. В. Злобин, А. Г. Дивин, В. М. Панояров. – Тамбов : Изд-во ФГБОУ ВО «ТГТУ», 2017. – 1 электрон. опт. диск (CD-ROM). – Системные требования : ПК не ниже класса Pentium II ; CD-ROM-дисковод ; 40,5 Mb; RAM ; Windows 95/98/XP ; мышь. – Загл. с экрана.
ISBN 978-5-8265-1801-4

Подготовлено в рамках реализации программы профессиональной переподготовки «Управление качеством в лаборатории».

Целью данного издания является получение читателями дополнительных знаний, умений и практических навыков, необходимых для выполнения профессиональной деятельности – применению знаний законодательства, государственных стандартов в области управления качеством в лаборатории.

Рассматриваются вопросы организации системы управления качеством в лаборатории, метрологического обеспечения химических испытательных лабораторий и физико-химических методов анализа параметров веществ и материалов.

Предназначено для руководителей, инженерно-технических работников, специалистов служб главного конструктора, отделов стандартизации, нормоконтроля, конструкторских и технологических подразделений, а также бакалавров и магистров, обучающихся по направлению «Управление качеством».

УДК 685.5
ББК 65.5(4Рос)29-823.2

*Все права на размножение и распространение в любой форме остаются за разработчиком.
Нелегальное копирование и использование данного продукта запрещено.*

ISBN 978-5-8265-1801-4 © Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Тамбовский государственный технический университет» (ФГБОУ ВО «ТГТУ»), 2017

ВВЕДЕНИЕ

Данное учебное пособие подготовлено в рамках реализации программы профессиональной переподготовки «Управление качеством в лаборатории». Категория слушателей программы – руководители, инженерно-технические работники, специалисты служб главного конструктора, отделов стандартизации, нормоконтроля, конструкторских и технологических подразделений. Целью реализации программы является получение слушателями дополнительных знаний, умений и практических навыков, необходимых для выполнения профессиональной деятельности, – применение знаний законодательства, государственных стандартов в области управления качеством в лаборатории. В результате обучения слушатели будут знать: законодательные, нормативно-методические и организационные основы управления качеством, физико-химических основ анализа и метрологической экспертизы.

Слушатели будут владеть навыками: формирования, аккредитации лаборатории в современных условиях и применения методов и средств метрологического и физико-химического контроля.

Учебным планом программы предусмотрено изучение трех разделов.

Раздел 1. Системы управления качеством в лаборатории.

Раздел 2. Метрологическое обеспечение химических испытательных лабораторий.

Раздел 3. Физико-химические методы анализа параметров веществ и материалов.

Срок обучения по программе – 256 часов, предполагаемая форма обучения – с частичным отрывом от основной работы слушателей.

Оценка качества освоения программы включает текущий контроль и итоговую аттестацию слушателей.

Текущий контроль знаний предназначен для проверки качества усвоения слушателями материала по изученной теме и получения обратной связи преподавателями программы и осуществляется в форме устного опроса. Итоговая аттестация слушателей проводится в форме защиты выпускной работы слушателя (ВРС). Выпускная

работа представляет собой самостоятельно выполненное законченное исследование на заданную тему, позволяющее в комплексе оценить профессиональные знания слушателя. ВРС свидетельствует о способности автора к систематизации и использованию полученных во время учебы на курсах повышения квалификации теоретических и практических знаний в области профессиональной деятельности по тематике программы, а также при постановке и решении разрабатываемых в ВРС вопросов и проблем.

По содержанию ВРС может быть опытно-конструкторской, технологической или комплексной, объединяющей в себе признаки двух вышеперечисленных форм работ.

Опытно-конструкторская ВРС может быть посвящена разработке экспериментальной установки, отдельного ее узла, прибора или устройства.

Содержание основной части опытно-конструкторской работы включает: теоретическую часть, включающую описание физических принципов работы проектируемого изделия, выбор и обоснование конструкторских и технологических решений, технические требования к создаваемой конструкции; экспериментальную часть, содержащую анализ и описание устройства и работы конкретной установки, технологию ее изготовления; результаты работы с изложением данных по испытаниям установки или устройства, ее параметрам, погрешностям; краткую инструкцию по эксплуатации изделия и правилам безопасной работы с ним.

Технологическая ВРС может быть посвящена разработке технологического процесса или отдельных технологических операций производства того или иного изделия, материала. Содержание основной части технологической работы включает: теоретическую часть с анализом литературных данных по способам реализации проектируемого технологического процесса, выбором и обоснованием конкретного способа; расчетно-аналитическую часть, включающую анализ физико-химических процессов и физико-химические расчеты основных процессов; технологическую часть, посвященную выбору, обоснованию и описанию конкретных технологических режимов и способов контроля; технико-экономический анализ, обоснование принятых решений с позиций экологии и охраны труда (в случае необходимости).

Авторский коллектив, учитывая специфику преподаваемой дисциплины, постарался максимально полно использовать нормативную документацию при подготовке данного учебного пособия, что позволило сконцентрировать все требования законодательства, предъявляемые управлению качеством в лаборатории в одном источнике.

1. СИСТЕМЫ УПРАВЛЕНИЯ КАЧЕСТВОМ В ЛАБОРАТОРИИ

Цель любого аналитического измерения – это получение последовательных, надежных и точных данных. Нет сомнений в том, что неправильные измеренные результаты могут привести к огромным затратам, например:

- если продукт продается с неправильно измеренными характеристиками, его, возможно, придется отозвать;
- если препараты с невыявленными примесями распределены, они могут иметь негативное влияние на здоровье людей;
- если вредные загрязняющие вещества в пробах окружающей среды или пищевых пробах не обнаружены, то они могут быть опасны для окружающей среды или потребителей.

Кроме того, некорректные результаты анализа в любой конкретный момент времени приводят к потере доверия лаборатории и действительности ее будущих результатов. Следовательно, любая лаборатория должна сделать все возможное для обеспечения надежности измерений и точности данных в пределах известного уровня доверия. Управление качеством процессов и оборудования в лаборатории способствует достижению этой цели.

Во-вторых, управление качеством в лаборатории не менее важно для тех, кто работает в регулируемой или аккредитованной внешней среде.

Несмотря на то, что показатели управления качеством часто непосредственно не прописаны в нормативных актах и официальных руководящих принципах или в стандартах по аккредитации, они, как правило, требуются, что подтверждается типичными высказываниями, такими как: «Оборудование должно быть постоянно откалибровано, осмотрено и проверено в соответствии с программой обеспечения надлежащего исполнения».

Например, из-за непосредственного влияния на качество продукции и безопасности потребителей в фармацевтической отрасли, аналитические результаты испытаний контроля качества являются записями с высокой степенью риска и часто мишенью для проверок со стороны внешних организаций.

Поэтому отсутствие таких регулирующих проверок может иметь огромное влияние на организацию, например, в фармацевтической промышленности изучение новых продуктов может быть отложено и отгрузка существующих продуктов может быть прекращена.

Из-за важности такого вида вопросов ISO разработала руководства по контрольным картам для проверки достоверности данных и справочного материала.

Проверка достоверности (валидация) является старой концепцией в аналитических лабораториях, основой которой является утверждение того, что хорошие исследования всегда подтверждаются аналитическими методами, прежде чем используются для обычного анализа, а оборудование должно быть проверено, прежде чем оно будет использовано для измерений.

В современных аналитических лабораториях существует много проблем с проверкой и оценкой квалификаций. Некоторые из этих проблем заключаются в следующем:

1. Часто отсутствуют документированные процедуры и документально оформленные результаты проверки. Аналитики часто говорят, что их методы и оборудование были проверены, но когда их спрашивают, что они использовали для эталонных участков или для точной процедуры, то документация, подтверждающая это, отсутствует или недоступна. Предметом учета существенных изменений является необходимость документирования процедур и результатов проверок.

2. Подтверждается только часть общей аналитической процедуры, но не вся процедура. Например, часто, на этапе анализа сама по себе процедура подтверждена, но отсутствует подтверждение на этапах выборки, передаче образца или этапе подготовки образца, которые очень часто вносят наибольший вклад в общую ошибку.

3. Дополнительное оборудование и материалы, используемые для оценки оборудования, не квалифицированы. Например, нет никакой гарантии качества программы для химических стандартов, используемых для калибровки оборудования.

4. Процедуры, эксплуатационные параметры и допустимые пределы для операционной квалификации аппаратного оборудования не являются известными.

5. Существует много неопределенностей в отношении процедур для программного обеспечения и проверки компьютерных систем.

6. На сегодняшний день большинство лабораторий имеют сети, которые поддерживают установленные регулируемые приложения. Информационные технологии и внешние поставщики услуг, поддерживающие эти сети, не могут быть знакомы с правилами анализа, и не существует никаких процедур для оценки сети.

7. Часто, оценка и проверка выполняются только на один конкретный момент времени. Метод проверяется в конце разработки,

а также оборудование оценивается для соответствия техническим условиям на момент установки. Тем не менее, проверка и оценка являются непрерывным процессом и охватывают весь срок службы методов или оборудования. Аттестация оборудования начинается тогда, когда лаборатории имеют потребность в новом оборудовании и определение спецификаций; она заканчивается, когда оборудование выводится из эксплуатации.

8. Проверка аналитического оборудования и компьютерных систем не основывается на риске оборудования по качеству продукции. Часто, это приводит к слишком большому количеству испытаний среднего и низкого риска процессов и системы.

9. Существует много информации для оценки вновь приобретенных систем. Тем не менее, пользователи существующего оборудования не всегда уверены в возможности использования одних и тех же критериев для квалификации существующих систем.

Кроме того, правила и стандарты качества, а также соответствующие рекомендации, не являются специфичными и оставляют много места для аналитиков, инспекторов и аудиторов.

Так, аудиторам и аналитикам всегда задается такой вопрос, как размер воздействия, если система выходит из строя или генерирует неточные результаты анализа ввиду отсутствия или недостаточной проверки, и вероятности того, что система не сможет функционировать правильно.

Любая проверка должна быть основана на соблюдении бизнес-риска данных, генерируемых системой. Если есть какие-либо сомнения, окончательный ответ может быть получен, только если квалификация или проверка добавляет научной ценности или соответствие и стоимости бизнеса. Никогда не следует забывать, что основная цель любого аналитика заключается в создании и передаче данных анализа, которые являются или представлены регулирующим органом как часть нового применения препарата или доставлены внутренним или внешним клиентом компании.

Хорошо продуманные, разработанные и проверенные аналитические методы, оборудование и материалы, наряду с мотивированными и квалифицированными людьми, являются необходимыми условиями достижения этой цели и являются частью хорошей аналитической практики.

Поэтому информация, представленная в этом пособии, позволит получить соответствующее руководство по поиску оптимальной

системы анализа для конкретного процесса, зависящей от его сложности и риска, и скажется на повышении качества и безопасности продукции.

В настоящее время различным клиентам аналитических лабораторий требуются результаты, которые: надежны, действительны, получены с помощью стандартных процедур, сопоставимы с результатами других лабораторий, согласуются с доказательственными стандартами соответствующих судебных, административных и правовых систем, получены эффективным и действенным образом в установленные сроки, стоят затраченных средств.

Сопоставимость и приемлемость результатов лабораторных исследований разных стран обеспечиваются за счет соблюдения международного стандарта обеспечения качества для испытательных и калибровочных лабораторий EN ISO/IEC 17025:2005 (стандарт ИСО 17025) и соответствующих рекомендаций Организации по международному сотрудничеству в области аккредитации лабораторий (ИЛАК) [2]. Соблюдение стандарта ИСО 17025 обеспечивает также выполнение требований стандарта ИСО 9001, имеющих отношение к аналитическим лабораториям. Вместе с тем, соблюдение только лишь стандарта ИСО 9001 не отменяет необходимости соблюдения стандарта ИСО 17025, поскольку в нем не рассматриваются вопросы технической компетенции аналитической лаборатории.

Изложенные ниже руководящие принципы предназначены непосредственно для лабораторий экспертизы и основываются на общих принципах стандарта ИСО 17025.

Содержание настоящей главы призвано дать первоначальное общее представление о системах управления качеством в лабораториях и стать практическим руководством для национальных органов и специалистов по анализу в вопросах применения таких систем на основе оптимальных методов работы лабораторий. «Оптимальные методы» работы лабораторий могут различаться в зависимости от имеющихся в их распоряжении ресурсов и предъявляемых юридических требований. Например, с учетом современного уровня развития техники в качестве основы для оптимальных методов на международном уровне может быть предусмотрено применение такого оборудования, которое отсутствует во многих лабораториях, получающих, тем не менее, хорошие результаты. Кроме того, в некоторых странах необходимо определять количественное содержание химических веществ или выявлять конкретные изомеры, в то время как в других странах такие требования могут отсутствовать. Таким образом, поня-

тие «оптимальные методы» следует толковать как реально достижимые, оптимальные для соответствующей лаборатории и страны методы, при которых выполняемая работа отвечает требованиям руководящих документов. Конечный результат может быть получен разными способами, и изложенные в пособии руководящие принципы помогут руководителям лабораторий добиваться применения международно приемлемых способов.

Соблюдение изложенных ниже руководящих принципов всеми аналитическими лабораториями имеет важнейшее значение для унифицированного функционирования таких лабораторий во всем мире. Кроме того, эти руководящие принципы могут служить базовым руководством не только для лабораторий, но также для аудиторов и инспекторов в вопросах оценки аналитических лабораторий в рамках процесса аккредитации.

Внешняя аккредитация на соответствие стандарту ИСО 17025 – это процесс, в рамках которого полномочный орган по аккредитации официально признает, что лаборатория способна выполнять конкретные задачи. В процессе аккредитации лаборатория демонстрирует, что управление ею, ее функционирование, персонал, процедуры, оборудование, помещения, меры безопасности и процедуры обеспечения охраны здоровья и безопасности отвечают установленным стандартам качества. Хотя для аккредитации могут потребоваться значительные ресурсы, она дает руководству лаборатории, государственным органам и другим клиентам дополнительную уверенность в надлежащем функционировании лаборатории. Поэтому внешняя аккредитация является адекватной целью усилий по созданию системы управления качеством, и многие аналитические лаборатории в ряде стран уже прошли такую аккредитацию.

Вполне возможно, что в будущем в качестве аналитических лабораторий смогут выступать лишь аккредитованные лаборатории.

Итак, лаборатории, которые применяют практические руководящие принципы, описанные в настоящей главе, должны соответствовать требованиям стандарта ИСО 17025. В основе этих руководящих принципов лежат теоретические соображения, а также практический опыт, накопленный в процессе аккредитации лабораторий. Они призваны обеспечивать точность идентификации веществ, соответствие осуществляемых процессов юридическим требованиям и соблюдение гарантий защиты прав человека. Главная цель этих руководящих принципов – добиться повышения качества лабораторного обслуживания и выработать общие критерии обеспечения качества.

В настоящей главе рассматриваются как технические требования (включая важность наличия квалифицированного персонала, соответствующих помещений и внешних условий, утверждение метода, доступ к необходимому оборудованию и контрольным эталонам, контроль качества и представление результатов), так и организационно-административные требования (включая управление документооборотом, реагирование на нужды клиентов, меры профилактического характера и меры по устранению недостатков, необходимость регулярных аудиторских проверок соблюдения требований системы управления качеством и постоянное совершенствование).

Существующие в настоящее время руководящие принципы охватывают все ключевые этапы аналитического процесса: от отбора и анализа проб до интерпретации и представления полученных результатов. Лаборатории, деятельность которых включает все этапы этого процесса, должны обеспечить соблюдение всех без исключения руководящих принципов. В тех случаях, когда клиенты берут на себя один или несколько этапов процесса (например, отбор проб и интерпретацию/обзор полученных результатов), лаборатория обязана разъяснить клиенту все последствия такого решения для аналитического процесса.

1.1. СИСТЕМА УПРАВЛЕНИЯ КАЧЕСТВОМ, ПОЛИТИКА В ОБЛАСТИ КАЧЕСТВА, РУКОВОДСТВО ПО КАЧЕСТВУ

В настоящее время аналитическая лаборатория должна располагать системой управления качеством (СУК), которая охватывает всю ее деятельность, включая отбор проб, их анализ и представление полученных результатов, будь то в основных помещениях самой лаборатории, передвижных/временных сооружениях или в полевых условиях. СУК – это документация, в которой закреплены применяемые в лаборатории политика, системы, процедуры и инструкции и которая, в той мере, какой это необходимо, призвана обеспечивать высокое качество результатов, отвечать соответствующим требованиям конкретной юрисдикции, системы регулирования и правил охраны и безопасности, а также удовлетворять нужды клиентов.

Кроме соответствия структуры системы управления качеством, лаборатория должна руководствоваться четким программным заявлением высшего руководства, в котором декларируется его приверженность делу обеспечения качества во всех областях деятельности лаборатории. В нем должны быть также отражены кодексы практической деятельности или этических норм, применяемые в лаборатории. Это заявление выражает политику лаборатории в области качества [1].



Рис. 1. Общая структура системы управления качеством в лаборатории

Ответственность за соблюдение политики в области качества лежит на всем персонале, начиная с главного руководителя и заканчивая вспомогательным персоналом.

Программное заявление должно включать, по крайней мере, следующее:

- заявление руководства о его приверженности делу обеспечения качества и непрерывного совершенствования деятельности лаборатории;
- заявление руководства о том, что качество работы лаборатории будет адекватным с точки зрения научных и юридических требований, а также бюджетных требований и требований по срокам, согласованных с клиентом;
- заявление руководства о его обязательстве выделять необходимые ресурсы для управления системой качества и обеспечения ее функционирования;

– заявление о важной роли всего персонала в деле обеспечения функционирования лаборатории в соответствии с требованиями стандарта ISO 17025 и других кодексов практической деятельности, применимых к данному виду работ, а также соответствующими юрисдикционными и нормативно-правовыми требованиями и требованиями техники безопасности, предусмотренными в системе управления качеством лаборатории.

Сотрудники, отвечающие за применение системы управления качеством, должны иметь прямой доступ к высшему руководству для рассмотрения вопросов лабораторной политики.

Также лаборатория должна иметь руководство с описанием системы управления качеством. Руководство по качеству должно содержать описание структуры и формата документов, используемых в системе управления качеством, а также функций и обязанностей персонала, отвечающих за применение системы управления качеством и технических процедур. В руководстве по качеству должны быть также отражены административные, организационные и научно-технические аспекты работы лаборатории, необходимые для надлежащего управления ею.

Такая документация должна быть доступна для всего соответствующего персонала лаборатории и следует регулярно проводить обзор и обновление такой документации, с тем, чтобы отражать в ней происходящие изменения.

Благодаря применению процедур, закрепленных в документации, выполняемые работы находятся под контролем и достигают предполагаемой цели, кроме того, обеспечивается выполнение требований международных стандартов качества и возможность с уверенностью применять результаты анализа материалов или биологических проб в рамках любой последующей проверки.

1.2. ОРГАНИЗАЦИОННО-АДМИНИСТРАТИВНЫЕ ТРЕБОВАНИЯ К СИСТЕМЕ УПРАВЛЕНИЯ КАЧЕСТВОМ ЛАБОРАТОРИИ

1.2.1. ТРЕБОВАНИЯ К ОРГАНИЗАЦИИ ЛАБОРАТОРИИ

В руководстве по качеству, с точки зрения организации лаборатории, должно быть определено следующее:

– организация и структура управления лаборатории и ее место в любой более крупной организации, а также существующие связи между подразделениями, которые занимаются вопросами управления

качеством, техническими операциями и вспомогательным обслуживанием. Кроме того, если лаборатория входит в состав более крупной организации, следует определить круг обязанностей лица этой организации, которое участвует в работе лаборатории или может оказать на нее влияние;

- кто несет юридическую ответственность за работу лаборатории в случае предъявления иска (например, клиентом). Юридическая ответственность может быть возложена, например, на директора организации, в состав которой входит лаборатория, руководителя лаборатории или одного из научных работников;

- обязанности, полномочия и служебные отношения тех сотрудников, которые исполняют или проверяют работу, влияющую на качество результатов, или управляют ею;

- кто из сотрудников обладает управленческими и техническими полномочиями для выполнения функций управления качеством, в чем именно заключаются их обязанности, кто выполняет функции их заместителей и какие ресурсы имеются в их распоряжении для выполнения ими своих обязанностей, к их числу относятся:

- заведующий по вопросам качества, который независимо от других функций и обязанностей имеет четко оговоренные обязанности и полномочия обеспечивать постоянное применение и соблюдение требований системы качества, имеет прямой доступ на самый высокий уровень руководства, на котором принимаются решения относительно лабораторной политики или ресурсов, следит за применением и обновлением руководства по качеству, следит за деятельностью лаборатории, обеспечивает утверждение новых технических процедур, отбирает, готовит и проверяет внутренних аудиторов, предлагает учебные мероприятия для повышения квалификации персонала лаборатории и вносит предложения о совершенствовании системы обеспечения качества;

- заведующий по техническим вопросам или персонал, отвечающий за выполнение конкретных технических операций, получение ресурсов, требуемых для обеспечения надлежащего качества этих операций, изучение и решение технических проблем, и оценку результатов калибровки измерительных приборов и эксплуатационных учетных записей;

- условия, исключаяющие возможность неправомерного оказания на руководство и персонал лаборатории какого-либо внутреннего и внешнего коммерческого, финансового или иного давления или влияния, которое может неблагоприятно отразиться на качестве их работы и их участия в деятельности, которая может подорвать уве-

ренность в компетентности, беспристрастности, объективности или оперативной надежности лаборатории. Подорвать репутацию лаборатории легко, а восстановить ее сложно;

- средства защиты конфиденциальной информации и прав собственности клиентов, включая процедуры защиты электронных средств хранения и передачи результатов;
- порядок, при котором надзор за сотрудниками, выполняющими лабораторную работу, осуществляется персоналом, который уже продемонстрировал свою компетентность в такой работе.

1.2.2. УПРАВЛЕНИЕ ДОКУМЕНТООБОРОТОМ

Система управления качеством может эффективно функционировать только в том случае, если все принципы, системы, процедуры и методы закреплены в соответствующих документах и постоянно обновляются. Управление документооборотом представляет собой механизм создания, исправления, обзора, утверждения, распространения и архивирования документов системы управления качеством, который призван обеспечить, чтобы все сотрудники пользовались утвержденными документами последней редакции.

Заведующий по вопросам качества должен принимать все меры к тому, чтобы в документах системы управления качеством находили отражение все аспекты лабораторной работы, чтобы подготовкой новых документов занимался квалифицированный персонал и чтобы перед распространением их утверждали соответствующие сотрудники. Заведующий по вопросам качества должен также обеспечить, чтобы все документы подвергались периодическому обзору и, при необходимости, пересмотру в целях отражения в них изменившихся обстоятельств и оптимальных методов работы. После утверждения документа заведующий по вопросам качества должен обеспечить распространение такого документа среди всех соответствующих сотрудников предприятия. В случае внесения изменений в существующие документы заведующий по вопросам качества должен обеспечить выделение внесенных изменений в документе последней редакции.

Каждый документ системы управления качеством должен иметь индивидуальный опознавательный номер и на нем должны стоять инициалы и фамилия/подпись уполномоченного лица. Каждая страница документа должна быть индивидуально пронумерована, и на ней ставится индивидуальный опознавательный номер документа системы управления качеством, дата его издания и номер редакции. Такая

система идентификации страниц позволяет свести к минимуму вероятность случайного пропуска страниц текущей редакции и случайного сохранения устаревших страниц.

Документы в электронной форме должны храниться и распространяться в версии «только для прочтения», которая может быть исправлена только уполномоченными сотрудниками.

Следует вести основной перечень, в котором указываются дата издания документа и, в соответствующих случаях, перечисляются все редакции документа, даты их принятия и инициалы и фамилия уполномоченного лица, а также перечень лиц, среди которых распространяется документ. Помимо этого, каждый документ может дополняться листом, содержащим те же данные.

Лаборатория может допускать внесение небольших изменений в печатные издания, например, исправление типографских ошибок, которое производится в документе от руки несмываемыми чернилами с указанием даты и визируется. Тем не менее, следует, по возможности, скорее подготовить пересмотренное издание документа.

Во избежание случайного использования утративших силу или устаревших документов следует оперативно изымать все имеющиеся экземпляры таких документов. В юридических или архивных целях следует сохранять один экземпляр каждого устаревшего документа с соответствующей пометой (например, «утратил силу»).

1.2.3. АНАЛИЗ ЗАПРОСОВ КЛИЕНТОВ

Лаборатория должна располагать соответствующими процедурами для обеспечения того, чтобы потребности ее клиентов были надлежащим образом определены, документально оформлены и приняты к сведению и чтобы она располагала возможностями для удовлетворения этих потребностей до выражения своего согласия (подписания контракта) на выполнение соответствующей работы. В стандарте ИСО 17025 это определяется как «анализ контракта». Соглашение может быть заключено в письменной или устной форме, однако устная договоренность впоследствии должна быть оформлена документально. Если лаборатория не располагает необходимыми возможностями, то до начала каких-либо работ она должна пытаться заключить с клиентом соглашение о том, какую работу она сможет выполнить, или заключить субподрядный договор. Любые изменения, внесенные в соглашение, подлежат документальному оформлению.

Выполнение соглашения должно постоянно находиться под контролем клиента и лаборатории. Если клиент обращается с запросом

относительно новых потребностей, или если лаборатория не может выполнить первоначальное соглашение или удовлетворить новые потребности, этот факт должен быть доведен до сведения всех сторон и обсужден ими, после чего должно быть заключено пересмотренное соглашение. Следует также хранить записи о любых переговорах между клиентом и лабораторией, касающихся выполняемой работы. Это обеспечит единое понимание потребностей, существующих обязанностей и работы, которую предстоит выполнить лаборатории, среди ее клиентов и всех других заинтересованных сторон.

1.2.4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИТИЧЕСКОЙ РАБОТЫ НА ОСНОВЕ СУБПОДРЯДА

Если лаборатория использует какую-либо другую сторону (субподрядчика) для выполнения работы от своего имени, она должна действовать на основании документально оформленных принципов и процессов для обеспечения того, чтобы работа выполнялась компетентной стороной.

1.2.5. ЗАКУПКА УСЛУГ И ПРЕДМЕТОВ СНАБЖЕНИЯ

В лаборатории должен быть установлен порядок и процедуры отбора и закупки услуг, реактивов и расходных лабораторных материалов, от которых может зависеть качество ее работы, получения и хранения реактивов и расходных материалов, а также выяснения того, что услуги, реактивы и расходные материалы соответствуют техническим характеристикам, предусмотренным системой управления качеством, до их закупки и использования.

Лаборатория должна вести учет действий, предпринятых в целях проверки соблюдения существующих требований, и результатов таких проверок.

1.2.6. ОБСЛУЖИВАНИЕ КЛИЕНТОВ

Лаборатория должна принимать все меры к тому, чтобы понимать нужды своих клиентов и постоянно информировать их о ходе своей работы. Лаборатория должна также запрашивать у своих клиентов отзывы о своей работе. Для повышения эффективности лабораторного обслуживания важно учитывать как положительные, так и отрицательные отзывы. При любых обстоятельствах следует обеспечивать конфиденциальность информации клиентов.

1.2.7. ПРЕТЕНЗИИ

Лаборатория должна располагать эффективной системой рассмотрения претензий клиентов. Такая система должна предусматривать требование информировать клиентов о любых мерах, принятых для решения возникшей проблемы и предупреждения ее повторного возникновения. Следует вести учет всех претензий и принятых мер по исправлению положения, и эту информацию следует использовать для повышения эффективности управления качеством в лаборатории. Неспособность удовлетворять претензии клиентов может отрицательно сказаться на взаимоотношениях между лабораторией и клиентами.

1.2.8. КОРРЕКТИРУЮЩИЕ И ПРЕДУПРЕЖДАЮЩИЕ ДЕЙСТВИЯ

Случаи, когда работа, выполняемая лабораторией, не согласуется с требованиями системы управления качеством (например, работа осуществляется в нарушение установленной оперативной процедуры или требований клиентов лаборатории), квалифицируются в стандарте ИСО 17025 как «несоответствие». В лаборатории должны быть предусмотрены системы (например, для проверки работы лаборатории, досье по делу или результатов аудиторской проверки системы управления качеством, отзывы персонала/клиентов), позволяющие определить, когда имело место несоответствие и какие в этой связи следует принять меры. Этот процесс должен включать установление причины несоответствия и оценку его значимости, информирование клиента при необходимости, а также и принятие решения об исправлении, передаче или отзыве результатов работы, не соответствующих согласованным требованиям. Следует прилагать все усилия к тому, чтобы несоответствия выявлялись до передачи выполненной работы клиенту, поскольку передача неверных результатов может нанести серьезный ущерб отношениям между лабораторией и клиентом и привести к судебной ошибке. Если несоответствие может повториться, когда не принимаются более общие меры (например, внесение изменений в систему управления качеством или переподготовка персонала), следует разрешить предупреждающие действия на соответствующем уровне для предупреждения новых несоответствий.

Все случаи несоответствия, корректирующие действия и предупреждающие действия должны регистрироваться. Уполномоченный персонал должен контролировать корректирующие действия на предмет их эффективности и убедиться в том, что в результате их осуществления работа соответствует требованиям системы управления

качеством. Для того чтобы случаи несоответствия не повторялись, следует также следить за осуществлением предупреждающих действий (например, посредством аудиторских проверок).

Выявление случаев несоответствия и осуществление корректирующих и предупреждающих действий – важнейшие составляющие непрерывного процесса повышения эффективности работы лабораторий.

1.2.9. КОНТРОЛЬ УЧЕТНЫХ ЗАПИСЕЙ/ПОРЯДОК ХРАНЕНИЯ

Лаборатории должны располагать системами создания, идентификации, контроля, хранения, перемещения/передачи, поиска и удаления всех учетных записей как на бумаге, так и на электронных носителях.

Все лабораторные учетные записи на бумаге должны быть удобочитаемыми, четко идентифицироваться (например, по дате, составителю и номеру страницы) и должны быть сделаны стойким средством, например, чернилами. Для этих целей нельзя использовать карандаш. Учетные записи не подлежат уничтожению. Изменения или исправления ошибок, внесенные от руки, не должны скрывать первоначальную учетную запись и должны сопровождаться подписью/инициалами соответствующего лица с указанием даты. В лаборатории должны быть также предусмотрены меры для защиты оригинальных электронных учетных записей (например, путем резервного копирования компьютерных файлов), выявления любых внесенных в них изменений (например, с помощью системы электронной регистрации событий, включаемой некоторыми производителями в свое программное обеспечение) и обеспечения их целостности и конфиденциальности.

Чтобы облегчить поиск учетных записей, они должны храниться в систематизированном виде. В то же время они должны рассматриваться как конфиденциальные, в связи с чем следует соблюдать требования по защите данных и законодательные требования, касающиеся защиты права человека на неприкосновенность личной жизни и т.д., а доступ к таким учетным записям должен быть разрешен только уполномоченным сотрудникам.

Все учетные записи можно разделить на две группы: учетные записи по качественным аспектам и технические учетные записи.

К учетным записям по качественным аспектам относятся отчеты аудиторской проверки, аттестация, замечания клиентов, оценка корректирующих и предотвращающих действий и обзоры на уровне руководства. Учетные записи должны четко идентифицироваться (например, по дате, составителю и т.д.) и храниться в надежном и защищен-

ном месте, доступном для соответствующих сотрудников. В лаборатории должен быть установлен порядок, определяющий сроки хранения таких учетных записей (например, на основе юридических требований). Предназначенные для уничтожения учетные записи рассматриваются как отходы конфиденциального характера и подлежат сжиганию или измельчению.

К техническим учетным записям относятся все материалы, связанные с делами, включая бланки для представления проб, документы о порядке хранения, рабочие пометки (включая рисунки и графики), фотографии, записи телефонных разговоров, графики спектральных функций, результаты калибровки и другие данные контроля качества, рабочие параметры приборов и распечатки, отчеты, ведомости, учетные записи технического обслуживания приборов, а также учетные записи о профессиональной подготовке, квалификации и полномочиях сотрудников. Такие записи должны делаться в процессе выполнения работы.

Каждая учетная запись должна быть составлена таким образом, чтобы по ней можно было определить специалиста по анализу/эксперта и, по возможности, соответствующее конкретное дело или вещественное доказательство. Учетная запись по делу должна содержать четкую информацию о том, кто осуществлял анализ/экспертизу на всех этапах и когда имел место каждый из этапов анализа/экспертизы (например, соответствующие даты). Все учетные записи должны содержать достаточную информацию для установления «аудиторского следа», свидетельствующего о том, кто и как выполнял работу, что это была за работа и когда она была выполнена.

Важнейшие результаты (например, запахи и визуальные наблюдения, в частности, цветовые тесты, которые не могут быть независимым образом подтверждены на основе учетной записи на более позднем этапе, расчеты и операции по передаче данных, которые не являются составной частью утвержденного электронного процесса) подлежат проверке, желательно, вторым уполномоченным лицом.

В документации, которой руководствуется лаборатория, должны быть закреплены процедуры, предусматривающие общий обзор учетных записей по делу уполномоченными лицами. Учетные записи по делу должны содержать информацию о том, когда и кто проводил проверки и обзоры. Эти сведения могут быть представлены по-разному (например, напротив каждого из приведенных в отчете результатов, в резюме полученных результатов или в специальном заявлении, включенном в учетные записи). Если лицо, осуществляю-

щее проверку или обзор дела, не соглашается с каким-либо положением первоначальной записи, то должны указываться причины возникшего несогласия и любые предпринятые в связи с этим действия.

В том случае, если результаты анализа или наблюдения отклоняются, в учетных записях должны быть отражены причины. Эта информация необходима для того, чтобы другой специалист по анализу понимал, как велась работа.

Технические учетные записи должны храниться в надежном и защищенном месте для предотвращения их повреждения, ухудшения состояния, несанкционированного использования или утраты в течение периода, продолжительность которого зависит от потребностей клиента и любых соответствующих правовых норм страны, в которой находится лаборатория.

1.2.10. ВНУТРЕННИЙ АУДИТ

В лаборатории должны быть разработаны график и процедура периодической аудиторской проверки всех аспектов ее деятельности (например, каждого аналитического метода) в целях проверки того, что ее деятельность согласуется с требованиями системы управления качеством. Такие аудиторские проверки должны организовываться заведующим по вопросам качества, по крайней мере, один раз в год, и их проведением и подготовкой отчетов по ним должен заниматься подготовленный квалифицированный персонал, который, если это позволяют ресурсы, не зависит от деятельности, подлежащей аудиторской проверке. Если результаты аудиторской проверки порождают сомнения в эффективности осуществляемых операций или в точности и правильности результатов работы лаборатории, аудитор, заведующий по вопросам качества и соответствующие сотрудники должны обсудить эти результаты и согласовать соответствующие корректирующие действия. Если по итогам аудиторской проверки становится ясно, что лабораторные результаты были неверными, лаборатория должна оперативно уведомить об этом клиентов в письменной форме.

В учетных записях должны быть отражены: направление работы, охваченное аудиторской проверкой, ее результаты и корректирующие действия. В целях извлечения соответствующих уроков и повышения с учетом этого эффективности лаборатории в рамках последующих аудиторских проверок того же направления работы следует отмечать, насколько эффективными оказались предпринятые корректирующие действия.

1.2.11. ОБЗОР НА УРОВНЕ РУКОВОДСТВА

Заведующий по вопросам качества должен ежегодно организовывать обзор системы управления качеством лаборатории и ее аналитической деятельности для обеспечения их неизменной адекватности и эффективности или выявления любых потребностей в изменении или улучшении. Обзор должен проводиться старшими руководителями организации, в состав которой входит лаборатория, заведующим по вопросам качества и другими соответствующими сотрудниками. Результаты обзора и любые рекомендованные действия должны быть отражены в учетных записях, и с учетом имеющихся в наличии ресурсов в течение соответствующего периода должны быть предприняты действия, согласованные лицами, осуществляющими обзор, и заведующим по вопросам качества.

Обзор на уровне руководства должен охватывать следующее:

- изменения объема и вида работы;
- мероприятия по контролю качества, ресурсы и подготовку кадров, а также другие соответствующие факторы;
- адекватность руководящих принципов и процедур;
- отчеты руководящих и контролирующих работников;
- итоги последних внутренних аудиторских проверок;
- оценки, проведенные внешними органами;
- отзывы клиентов;
- претензии;
- результаты межлабораторных сопоставлений или аттестаций;
- корректирующие и предупреждающие действия;
- рекомендации по улучшению положения.

1.3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СИСТЕМЕ УПРАВЛЕНИЯ КАЧЕСТВОМ В ЛАБОРАТОРИИ

Точность и надежность получаемых результатов зависят от целого ряда факторов, таких как персонал, помещения и внешние условия, методы экспертизы, утверждение метода, оборудование, контрольные эталоны, отбор проб и обращение с объектами исследования, которые в значительной степени влияют также на неопределенность проводимых измерений. Все эти факторы должны учитываться при разработке методов и процедур, подготовке персонала, выборе и применении оборудования.

1.3.1. ПЕРСОНАЛ

Самым ценным ресурсом лаборатории являются ее сотрудники. В лаборатории должны создаваться такие условия работы, при которых сотрудники будут заинтересованы в том, чтобы повышать уровень своей квалификации, работать над собой и в полной мере реализовывать свой потенциал.

В лаборатории должен быть занят только такой персонал, в том числе временный, с которым у нее заключен трудовой договор. Руководство лаборатории должно принимать все меры к тому, чтобы ее сотрудники имели надлежащий уровень образования, профессиональной подготовки, опыта, знаний, навыков и умений (квалификации) для выполнения порученной работы, чтобы их деятельность надлежащим образом контролировалась и чтобы они работали в соответствии с требованиями системы управления качеством лаборатории.

В лаборатории должен быть разработан порядок и процедуры выявления потребностей в подготовке кадров и организации подготовки сотрудников для оказания им помощи в достижении и поддержании требуемого уровня квалификации (например, посредством целевых программ профессиональной подготовки без отрыва от производства, участия в научных совещаниях, конференциях и практикумах, технических учебных курсах, учебных курсах по эксплуатации и обслуживанию оборудования, организуемых поставщиками, внутренних технических совещаниях, курсах, семинарах и продолжения учебы). В процессе подготовки следует более пристально следить за сотрудниками, а также контролировать и оценивать эффективность их подготовки. В тех случаях, когда подготовка связана с обучением конкретным методам экспертизы или методикам, следует установить определенные критерии успешности подготовки (например, выполнение соответствующих экспертиз или анализов под надзором опытного сотрудника или удовлетворительное проведение анализа проб в рамках процедур контроля качества/обеспечения качества и сопоставимость результатов с результатами, полученными другими квалифицированными сотрудниками).

Необходимо вести учет образования, квалификации и подготовки каждого сотрудника, а также всех функций, для выполнения которых у них имеются навыки и полномочия (например, производить определенные виды экспертизы, составлять отчеты по результатам экспертизы, давать заключения и разъяснения, а также эксплуатировать определенные виды оборудования). Эта информация, включая даты подтверждения квалификации и полномочий, должна быть доступна

для всех сотрудников, чтобы они имели четкое представление о круге возложенных на них задач и своих обязанностях.

Каждый сотрудник должен иметь описание своей должности, согласованное с непосредственным руководителем. В этом описании должны быть определены возложенные на сотрудника функции и обязанности и требуемый от сотрудника уровень квалификации.

В стандарте ИСО 17025 отсутствует положение о требованиях к кандидатам (образовательный ценз, уровень знаний, навыков, компетенции и т.д.), предъявляемых применительно к конкретным должностям.

1.3.2. ПОМЕЩЕНИЯ И ВНЕШНИЕ УСЛОВИЯ

Потребности в помещениях, условиях для хранения и мерах безопасности зависят от видов проб, анализируемых в лаборатории (изъятых материалов и(или) биологических проб), количества сотрудников и предполагаемого объема работы.

Лабораторные помещения и внешние условия должны обеспечивать выполнение работы в соответствии с требуемыми стандартами качества. Особое внимание следует уделять работам, проводимым не в основных помещениях лаборатории, а за ее пределами. Наряду с задачей обеспечения базовых лабораторных условий (включая электроснабжение, газоснабжение, водоснабжение, телефонную связь и возможности подключения к Интернету, лабораторные столы, вытяжные шкафы, холодильники и морозильные камеры), необходимо учитывать такие факторы, как размер помещений, меры безопасности, охрана здоровья и обеспечение безопасности сотрудников, контроль температуры и влажности воздуха, освещение и вентиляция.

Лабораторные условия должны обеспечивать надлежащее выполнение работ, а в тех случаях, когда поддержание конкретных внешних условий имеет критически важное значение, такие условия должны оговариваться, документально оформляться и контролироваться (например, температурный режим хранения проб). Оборудование, подверженное воздействию внешних условий, должно находиться в местах ограниченного доступа, а микровесы должны быть защищены от вибрации и химической коррозии. Для каждой деятельности/функции и каждого сотрудника должно быть предусмотрено соответствующее и адекватное место. В целях обеспечения охраны здоровья и безопасности персонала для хранения больших количеств опасных материалов, таких как сжатый газ, растворители и опасные хими-

ческие вещества, должно быть предусмотрено отдельное место. Кроме того, необходимо выделить соответствующее место для хранения доказательственных материалов для предупреждения их утраты, разрушения или загрязнения и сохранения тем самым целостности и подлинности вещественного доказательства как до, так и после его изучения.

Для сведения к минимуму опасности загрязнения проб и обеспечения неизменно высокого качества работы, выполняемой лабораторией, в ней должны поддерживаться чистота и порядок. Поэтому должно быть обеспечено надлежащее пространственное разделение несовместимых видов деятельности, которые не должны осуществляться с использованием одних и тех же средств. Необходимо также принимать меры для предотвращения перекрестного загрязнения (например, проб двух разных партий изъятых нерасфасованных материалов или эталонных стандартов и исследуемых проб). Такие меры могут включать регулирование перемещения персонала, перемещения проб и использования оборудования (например, вскрытые биологически опасные препараты и грязную лабораторную посуду нельзя перемещать через незащищенные участки лаборатории, а лабораторную посуду, используемую для анализа изъятых материалов с высоким содержанием веществ, нельзя использовать для анализа остаточного содержания веществ в биологических пробах).

Для предотвращения хищений или несанкционированного проникновения лаборатории и помещения для хранения должны постоянно и надежно охраняться, а доступ в них должен контролироваться, и должен иметь ограниченный круг лиц. На входах в здания и выходах из них, а также между различными охраняемыми помещениями должны использоваться средства контроля (например, ключи или магнитные карты, выдаваемые уполномоченным сотрудникам для конкретных целей). Тогда пробы не попадут в руки посторонних лиц, которые не смогут попасть в помещения ограниченного доступа, в которых хранятся наркотики, пробы или учетные записи.

В лаборатории должен быть список всех сотрудников, которые имеют доступ в охраняемые лабораторные помещения. Этот список должен регулярно пересматриваться и обновляться. Лица, не имеющие соответствующих полномочий, которым требуется попасть в охраняемые помещения (например, прочий лабораторный персонал, клиенты, технический обслуживающий персонал, уборщики, административный персонал и посетители), обязательно сопровождаются уполномоченными сотрудниками, и при этом ведется учет таких посещений.

1.3.3. ОХРАНА ЗДОРОВЬЯ И БЕЗОПАСНОСТЬ

Лаборатории должны иметь руководство по безопасности, включающее процедуры, которые касаются вопросов охраны здоровья и безопасности персонала и которые призваны оберегать персонал от травматизма при исполнении служебных обязанностей и различных заболеваний. Они должны быть основаны на оценках рисков, связанных со всеми видами деятельности, и утвержденных правилах соблюдения техники безопасности на производстве (например, требования работать с опасными химическими веществами, в вытяжных шкафах).

В руководстве по безопасности должно быть указано следующее:

- имена сотрудников, ответственных за соответствующие аспекты деятельности по обеспечению безопасности (например, сотрудника по технике безопасности, сотрудника по биологической безопасности, сотрудника по пожарной безопасности, сотрудников по оказанию первой помощи). Эти функции могут выполняться несколькими лицами или одним из сотрудников;

- порядок действий в чрезвычайных ситуациях и контактная информация (например, что делать в случае пожара, утечки химических веществ, получения травмы);

- учебные мероприятия для персонала (например, учебные пожарные тревоги и занятия по оказанию первой помощи);

- местонахождение различных объектов (например, умывальников, душевых установок для обработки в случае чрезвычайной ситуации, шкафов с аптечками первой помощи, бутылок с раствором для промывания глаз, вытяжных шкафов, автоклавов, огнетушителей, хранилищ растворителей и химических веществ, мест удаления отходов, химических веществ, острых предметов и радиоактивных материалов, предупредительных знаков/табличек, указателей пожарных выходов и защитного оборудования, а также телефонные номера служб экстренной помощи);

- средства индивидуальной защиты (СИЗ) (например, лабораторные халаты, одноразовые перчатки, защитные очки, защитные маски, защитные наушники и знаки радиационной безопасности);

- общие лабораторные правила гигиены/безопасности (например, уборка и санитарная обработка поверхностей, автоклавная обработка биологически загрязненного оборудования, использование СИЗ, запрещение приема пищи, употребления напитков и курения в лаборатории, запрещение использования лабораторной одежды в определенных чистых помещениях и запрещение работать в лаборатории в одиночку);

- конкретные источники биологической опасности (например, использование микробиологических ламинарных шкафов, вакцинация персонала, безопасное уничтожение отходов клинических исследований, стерилизация оборудования и СИЗ);
- источники радиоактивной опасности (например, ссылки на соответствующие правила использования радиоактивных материалов).

1.3.4. МЕТОДЫ ЭКСПЕРТИЗЫ, УТВЕРЖДЕНИЕ МЕТОДА И ПРОЦЕДУРЫ

Вся деятельность лаборатории – отбор проб и обращение с ними, перевозка и хранение вещественных доказательств, использование оборудования, экспертиза, оценка, анализ результатов и составление отчетов – должна осуществляться с помощью соответствующих методов и процедур, которые отвечают современным требованиям, подробно описаны в соответствующей документации и доступны для использования соответствующим персоналом. В документации о применяемых методах должно быть указано следующее:

- название/кодовый номер метода;
- сфера применения метода (например, анализы, матрица, диапазон концентрации, установленная интерференция);
- теоретическое обоснование и принципы метода;
- резюме параметров утверждения и ссылка на местонахождение/название файла, содержащего данные об утверждении;
- требуемые химические вещества, приборы и оборудование, включая их технические характеристики;
- требуемые контрольные эталоны/материалы; требуемые внешние условия (например, температура воздуха) и требуемый период стабилизации;
- поэтапное описание процедур, включая:
 - любые специальные меры предосторожности, которые требуется соблюдать (например, в контексте вопросов охраны здоровья и обеспечения безопасности);
 - требования, предъявляемые к отбору, маркировке, упаковке, перевозке и хранению проб;
 - приготовление проб, эталонных материалов, контрольных проб и калибраторов для анализа;
 - требования, предъявляемые к проверке и калибровке оборудования (например, проведение анализа стандартного образца, настройка и калибровка масс-спектрометра);

- процесс анализа/процедура экспертизы и контроль качества (например, использование пустых проб, контрольных проб и калибраторов);

- регистрация и обработка результатов (например, расчеты, подготовка калибровочных кривых и карт), включая критерии и(или) требования для приемки/отклонения (например, если результаты выходят за пределы калибровочного диапазона или процедура контроля качества дает неприемлемые результаты);

- требования, касающиеся представления информации о результатах;

- требования, касающиеся представления информации о неопределенности метода.

Если процедура идентификации или количественного определения включает использование нескольких методов, должны быть даны разъяснения относительно того, как они связаны друг с другом (например, в виде блок-схемы или словесного описания), а также относительно сочетания, оценки и представления результатов.

Любые отступления от этих методов и процедур допускаются только в том случае, если они оправданы, санкционированы, согласованы с клиентом и, в соответствующих случаях, документально оформлены.

Разработка метода и утверждение метода. Желательно, применять методы и процедуры, которые основываются на работах, опубликованных в научных журналах, и в которых учитываются потребности клиента. Если нельзя воспользоваться опубликованными методами, может быть разрешено использование методов, разработанных в лаборатории собственными силами, при условии, что они соответствуют поставленной задаче и отвечают потребностям клиента. В таких случаях предпринятые действия должны регистрироваться достаточно подробно, с тем, чтобы другой специалист, имеющий соответствующую квалификацию, мог разобраться в использованном методе и полученных результатах.

Все методы, в том числе нестандартные/внутренние методы, должны пройти «утверждение» или «проверку» на предмет соответствия стоящей задаче и применимости в рабочих условиях лаборатории. Утверждение и проверка должны осуществляться в соответствии с утвержденными лабораторными процедурами и полностью протоколироваться.

Утверждение – это процесс подтверждения опытным путем и представления объективного доказательства соблюдения особых тре-

бований, предназначенных для конкретного применения. Процедура утверждения должна быть настолько подробной, насколько это необходимо. Проверка схожа с утверждением, но она используется в тех случаях, когда тот или иной метод уже прошел утверждение и было доказано, что он соответствует конкретным техническим требованиям, когда им пользуется лабораторный персонал.

В тех случаях, когда для получения, обработки, записи, представления, хранения или поиска данных экспертизы или калибровки используются компьютеры или иное автоматизированное оборудование, лаборатория должна убедиться в том, что компьютерное программное обеспечение, разработанное пользователем, достаточно подробно описано в соответствующей документации и прошло надлежащее утверждение.

Лаборатория должна протоколировать имена сотрудников, занимавшихся утверждением, сроки его проведения и полученные результаты, применявшиеся процедуры, заключение о том, насколько данный метод соответствует своему назначению, а также подписи лиц, одобрявших/утвердивших метод.

Если лаборатория принимает решение о применении метода, который уже прошел где-то утверждение, она должна прежде всего самостоятельно убедиться в надежности процесса с учетом показателей эффективности этого процесса, уже опубликованных в соответствующей литературе. Следует сохранять учетные записи о результатах такой проверки для применения в будущем в справочных целях.

Если процесс идентификации или количественного определения предполагает применение нескольких методов, валидации/проверке подлежит каждый из этих методов.

Состав опытной серии/аналитической партии проб. Опытная серия или аналитическая партия – это группа одновременно анализируемых проб. Обычно она состоит из исследуемых проб, контрольных проб и калибраторов. Состав аналитической партии зависит от намеченной методики и целей анализа. Здесь рассматриваются три методики: иммунологический анализ (для биологических проб), качественный анализ и количественный анализ. Обычно, не менее 10% всех проб партии должны составлять калибраторы и контрольные пробы. Это требование распространяется на все виды анализа.

Качественный анализ. Качественный анализ вещества должен быть основан на прямом сравнении аналитических данных представленной в лабораторию пробы с соответствующими данными, полученными при анализе контрольного эталона в то же время и в тех же

условиях. По этой причине партия проб для качественного анализа должна включать контрольные эталоны каждого из веществ, присутствие которых предполагается обнаружить.

Количественный анализ. Серия проб для количественного анализа должна содержать пустые пробы, несколько калибровочных стандартов и контрольные пробы. Рекомендуется использовать шесть калибровочных стандартов в концентрациях, находящихся в диапазоне значений, использовавшихся в процессе утверждения. Если уровень концентрации анализируемого вещества в пробе выходит за рамки диапазона концентрации в калибраторах, то проба должна быть разбавлена или подвергнута повторному анализу. Вместо этого можно провести анализ дополнительных калибраторов, чтобы охватить концентрацию в пробе, однако этот подход применяется реже.

Приемка результатов анализа. В инструкции по применению метода должны быть установлены и четко определены конкретные критерии, по которым результаты исследования признаются положительными, в том числе критерии приемлемых результатов по пробам, используемым для контроля качества. Прежде чем можно будет сообщить, что результаты анализа пробы на содержание одного или нескольких веществ являются положительными, необходимо провести анализ двух разных частей одной и той же пробы, причем каждая из частей должна быть проанализирована с помощью, по крайней мере, двух разных утвержденных методов экспертизы. В основе этих двух методов должны лежать разные научные принципы, причем желательно, чтобы один из них позволял получить информацию о химической структуре вещества.

Кроме того, прежде чем сообщать о том, что проба является положительной, результаты экспертизы должны проверить, по крайней мере, два уполномоченных сотрудника лаборатории (как правило, специалист по анализу и старший научный сотрудник), которые знакомы с этими аналитическими методами. Такая проверка должна включать изучение результатов экспертизы, результатов контроля качества, документации, касающейся работы с пробами (например, учетные записи порядка хранения и расчеты), и любых воспроизведенных данных (например, данных, скопированных в динамические электронные таблицы).

Количественный анализ с использованием контрольных карт. Считается, что аналитический метод является статистически контролируемым, если результаты исследований неизменно попадают в установленные контрольные пределы. Статистическую контролируемость можно проследить графически с помощью контрольных карт (напри-

мер, диаграмм Шухарта и карт накопленных сумм). Такие карты необходимы для контроля повседневно используемых аналитических методов, для которых характерны ошибки смещения или более высокий уровень изменчивости. На контрольной карте результаты анализа контрольных проб наносятся в зависимости от времени. Если аналитический метод является статистически контролируемым, все результаты попадают в установленные контрольные пределы, которые обычно также отмечаются на карте:

- предупредительная граница, которая соответствует ± 2 среднеквадратичным отклонениям аналитического метода от среднего значения;

- предел, при выходе за который требуется вмешательство в процесс, соответствующий ± 3 среднеквадратичным отклонениям аналитического метода от среднего значения.

Типичным примером может служить временной график уровня концентрации в контрольных пробах. В этом случае все результаты должны соответствовать истинному значению или быть близкими к нему и лежать вблизи этого значения в нормальном распределении. Вместе с тем, даже если метод является статистически контролируемым, можно ожидать, что около 5% результатов могут выйти за предупредительные границы. Если полученное значение выходит за предел, при выходе за который требуется вмешательство в процесс, должны быть немедленно выявлены причины и предприняты корректирующие действия.

Наряду с отдельными результатами, которые могут отклоняться от истинного значения, на графиках такого типа четко видно, отличается ли среднее значение от истинного значения (смещение) или наблюдается регулярная тенденция, вызывающая смещение результатов измерений в данном направлении.

Компетентность специалиста по анализу. Лабораториям надлежит утвердить процедуру выявления редко проводимых испытаний или анализов. Существует два метода проверки компетентности специалиста по анализу в проведении этих испытаний или анализов, каждый из которых является в равной степени пригодным:

- регулярный анализ контрольных проб и использование контрольных карт в те периоды, когда не проводится анализ проб;

- перепроверка перед проведением соответствующего испытания или анализа пробы, предусматривающая использование, по меньшей мере, соответствующего эталонного материала, после чего проводится повторное испытание или анализ реальной пробы.

1.3.5. ОБОРУДОВАНИЕ

Лаборатория должна обеспечивать надежность и надлежащее функционирование используемого оборудования. Оборудование и программное обеспечение, требуемые для работы, должны соответствовать ее цели, и такое оборудование желательно иметь в самой лаборатории. Если используется оборудование, которое находится за пределами лаборатории, оно должно соответствовать стандартам системы управления качеством. Необходимо наличие инвентарной описи оборудования и регистрации таких сведений, как расположение оборудования, даты его приобретения и данные о его техническом обслуживании и ремонте. У основного оборудования (например, таких приборов, как спектрометр) должен быть собственный журнал для регистрации такой информации, который должен храниться поблизости.

Сотрудники лаборатории должны пройти надлежащую подготовку для работы с оборудованием и должны допускаться к его использованию только после того, как они будут признаны достаточно компетентными. В личных делах сотрудников должны регистрироваться факты прохождения такой подготовки и получения соответствующих разрешений.

Заявленные производителем технические характеристики приобретенного оборудования должны соответствовать требованиям лаборатории или превосходить их. При установке оборудования следует убедиться в том, что оно соответствует техническим характеристикам, заявленным производителем (проверку эксплуатационной готовности, которую обычно проводит инженер по монтажу, направляемый поставщиком, называют также «предэксплуатационной проверкой» или «утверждением оборудования»). Если в дальнейшем прибор перемещается с одного места на другое, необходимо повторить осуществляемую при монтаже проверку и при необходимости сертифицировать его эксплуатационную готовность (например, в случае перемещения весов на новое место обычно требуется проверить их калибровку).

Необходимо также регулярно проводить проверку оборудования в процессе его эксплуатации, используя при этом установленные процедуры, позволяющие удостовериться в том, что функционирование оборудования остается приемлемым (например, чтобы убедиться в том, что прибор работает надлежащим образом, перед анализом каждой серии проб может проводиться его проверка). В зависимости от характера прибора может проверяться, в частности, температурный режим, давление газа, настройка, калибровка и т.д. В целях проверки

могут также анализироваться пробы для испытаний. При необходимости принимаются соответствующие корректирующие меры. Обновленные инструкции по эксплуатации, техническому обслуживанию оборудования (например, краткие инструкции по эксплуатации, подготовленные в лаборатории, а также руководства, представленные производителем) должны быть легко доступны для соответствующего персонала лаборатории и по возможности находиться поблизости от соответствующего оборудования.

Оборудование, от которого в значительной степени зависит точность результатов анализа, должно проходить плановую калибровку в соответствии с утвержденными процедурами, которые известны уполномоченным пользователям. Для того чтобы прошедшее калибровку оборудование не путали с некалиброванным оборудованием, оно должно быть снабжено этикеткой с указанием данных калибровки (например, даты последней калибровки и даты истечения срока действия определенных характеристик или даты следующей калибровки). Критически важное оборудование (например, весы, термометры, пипетки) должно иметь четкое обозначение, и следует хранить учетные записи, касающиеся его калибровки, включая сертификаты, если таковые имеются.

Сотрудники лаборатории, ответственные за оборудование, должны обеспечить проведение на регулярной основе анализа опытных проб, калибраторов и пустых проб и документирование полученных результатов, а также поддержание на требуемом уровне показателей работы оборудования. Следует хранить учетные записи любых мероприятий по калибровке, техническому обеспечению и обслуживанию, проводимых как собственным персоналом, так и персоналом других учреждений. Они должны включать:

- индивидуальное обозначение каждой единицы оборудования и составляющей системы данных, если таковая имеется;
- название изготовителя, модель и серийный номер; местонахождение в соответствующих случаях; информацию о проверках технических характеристик;
- инструкции по эксплуатации, подготовленные в лаборатории;
- руководство, представленное производителем, или указание на его местонахождение;
- дату подготовки, результаты и копии отчетов и сертификатов всех калибровок, критерии приемки, касающиеся эксплуатационных характеристик, и назначенную дату следующей калибровки;

- план технического обслуживания в соответствующих случаях и сведения об уже проведенных мероприятиях по обслуживанию;
- информацию о любых повреждениях, неисправностях, видоизменениях или ремонте оборудования.

Об обнаруженных неисправностях следует сообщать лицу, ответственному за это оборудование и устранение неисправностей. В случае обнаружения серьезной неисправности (например, если источник света в спектрометре работает неустойчиво или вакуумный насос не поддерживает достаточно высокое давление), такое оборудование должно быть выведено из эксплуатации до устранения возникшей проблемы. Методы, время и дата устранения неисправности должны быть зафиксированы в регистрационном журнале для данной единицы оборудования. Из эксплуатации должно также выводиться оборудование, которое эксплуатировалось неправильно, вследствие чего оно перестало давать надежные результаты или признано неисправным. Для предупреждения его использования следует отделить его от остального оборудования, снабдить четкой биркой или маркировкой, указывающей на неисправность этого оборудования, до тех пор, пока оно не будет отремонтировано и пока в результате калибровки или испытания не будет установлено, что оно функционирует надлежащим образом. Результаты анализа, полученные в период неисправности оборудования, подлежат проверке, и следует прибегнуть к процедуре выявления несоответствий.

1.3.6. КОНТРОЛЬНЫЕ ЭТАЛОНЫ, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Контрольные эталоны, материалы и реактивы должны соответствовать используемой процедуре и качественным характеристикам применяемого метода. Следует регистрировать номера партий/серий эталонов и наиболее важных реактивов, а также проверять степень их надежности.

Эталон и реактив должны сопровождаться этикеткой, на которой указываются:

- название;
- концентрация (в соответствующих случаях);
- дата приготовления и(или) дата истечения срока годности;
- информация об изготовителе;
- условия хранения, если это имеет значение;
- предупреждение об опасности в случае необходимости.

Каждая лаборатория должна вести регистрационный журнал приготовления растворов реактивов, который должен храниться в надлежащем месте. При приготовлении раствора реактива лицо, ответственное за эту операцию, должно занести в регистрационный журнал дату, фактический вес и объем использованных компонентов и поставить свою подпись. Эта информация необходима для отслеживания возможных ошибок в лабораторных анализах. Полезным с этой точки зрения может быть присвоение каждой партии реактивов отдельного идентификационного номера.

Контрольные эталоны, рабочие стандарты, контрольные эталоны лаборатории, реактивы и другие материалы должны храниться в надлежащих условиях, которые обеспечивают их стабильность и сохранность. Дата истечения срока годности, указываемая поставщиком/изготовителем, определяет расчетный срок службы эталона/реактива/материала, если нет возможности провести его проверку после истечения установленного срока годности. В соответствующих случаях следует также регистрировать даты вскрытия упаковок с этими продуктами и истечения срока их использования.

Важно отметить, что проблемы с эталонами и реактивами могут возникнуть после того, как они поступят в лабораторию. При вскрытии контейнера возникает опасность загрязнения или иного изменения состава данного вещества. Если бутылки с реактивами неплотно закупорены, их содержимое соприкасается с воздухом, в результате чего возможно понижение или повышение уровня влажности и поглощение двуокси углерода и других загрязнителей в парообразном состоянии. Кроме того, материал может быть извлечен или внесен загрязненной лопаточкой или пипеткой, поэтому следует решительно запрещать вставлять пипетки в бутылки, в которых хранится весь раствор или другой реактив, и выливать обратно в бутылку с реактивами неиспользованный остаток раствора. Следует регулярно менять раствор для ополаскивания инструментария (например, микропипеток, используемых в газовой хроматографии). Поэтому все сотрудники, выполняющие такую работу, должны пройти соответствующую подготовку, и их надлежит полностью проинформировать о стандартах качества, с тем, чтобы они понимали, что необходимо проявлять крайнюю осторожность для обеспечения сохранности этих материалов.

По возможности следует использовать такие контрольные эталоны, которые позволяют определить непосредственную связь с соответствующими национальными или международными стандартами.

Можно использовать сертифицированные эталонные материалы (СЭМ), если таковые имеются. СЭМ – это контрольный эталон, распространяемый обычно на коммерческой основе, содержание аналита в котором сертифицируется на основе анализа, и он сопровождается сертификатом или другим документом, выданным органом по сертификации, либо его связь с этими документами можно проследить.

В случае отсутствия СЭМ следует использовать контрольные эталоны серийного производства. Такие контрольные эталоны сопровождаются описанием, в котором указывается их химический состав, степень чистоты и концентрация (например, «спецификация и сертификат анализа»). Однако рекомендуется, чтобы лаборатория, прежде чем начинать пользоваться ими, самостоятельно проверила их химический состав и чистоту (или концентрацию) (например, путем сравнения показателей разных лабораторий или внутри лаборатории с использованием ранее применявшихся контрольных эталонов).

Контрольные эталоны, требуемые для каждого процесса/метода, используемого лабораторией, должны подкрепляться соответствующей документацией и быть в наличии в лаборатории. Они должны соответствовать характеру проводимого исследования (например, степень чистоты должна указываться очень точно, а концентрация в пробах, анализируемых на предмет содержания в них веществ, должна быть сравнительно низкой). Следует вести учет таких данных, как источник контрольных эталонов, дата их приобретения и количество эталонов, имеющиеся в лаборатории, поскольку эта информация может потребоваться национальным органам по контролю над наркотиками. Для того чтобы ввезти эталоны контролируемых веществ из-за границы или вывезти их, необходимо получить у соответствующих национальных компетентных органов разрешения на ввоз/вывоз.

Процедуры подготовки рабочих стандартов из исходных контрольных эталонов должны быть отражены в соответствующей документации, а результаты проверки конечного продукта должны регистрироваться и храниться для справочных целей.

Контрольные эталоны, приготавливаемые в лаборатории (например, из изъятых материалов), следует, насколько это технически и экономически возможно, проверять путем сопоставления с СЭМ, стандартами серийного производства или контрольными образцами.

Ответственность за приобретение и хранение контрольных эталонов должна быть возложена на специально назначенного сотрудника, который должен вести основной реестр таких материалов. Реестр должен содержать сведения о всех официальных эталонных веществах и

препаратах, а также сведения о неутвержденных контрольных эталонах, полученных из различных внешних источников, и сведения о всех вторичных контрольных эталонах или рабочих стандартах, изготовленных в лаборатории.

Калибраторы, изготовленные из контрольных эталонов или приобретенные, используют для калибровки анализа. По возможности, калибраторы, используемые при анализе проб, должны иметь матрицу, подобную матрице проб. Сначала следует провести испытания достаточного количества калибраторов, чтобы определить параметры калибровочной кривой: рекомендуется провести испытания с пустой пробой, по крайней мере, по пяти калибровочным точкам. Стабильность калибровочной кривой должна быть проверена в лабораторных условиях путем добавления как положительных, так и отрицательных контрольных проб.

Контрольные пробы изготавливают из контрольных эталонов и используют для определения линейности и стабильности во времени результатов количественных измерений. Их приобретают или получают из фонда ранее проанализированных проб, и их взвешивают или измеряют отдельно от калибраторов. Там, где это возможно, контрольные пробы должны быть согласованы по матрице с пробами и калибраторами.

1.3.7. ОБРАЩЕНИЕ С ОБЪЕКТАМИ ИССЛЕДОВАНИЯ

Отбор, маркировка и упаковка проб. В лаборатории должны быть разработаны процедуры отбора проб веществ как в полевых условиях, так и в лаборатории, и они должны соблюдаться в местах отбора проб. Процедура отбора проб должна обеспечивать репрезентативность взятой на анализ части по отношению ко всему веществу.

В учетных записях должны быть отражены план и(или) процедура отбора проб, лицо, осуществлявшее отбор проб, и внешние условия, если это имело значение.

Для отбора проб изъятых материалов рекомендуется использовать планы и процедуры отбора проб, опубликованные международно-признанными организациями.

При отборе проб следует руководствоваться следующими общими принципами:

– в тех случаях, когда имеется небольшое количество различных объектов (обычно не более 10), берутся пробы каждого из объектов. Если какой-либо из объектов является достаточно крупным, он под-

вергается гомогенизации перед отбором проб или из цельного объекта берется несколько проб;

– в тех случаях, когда имеется большое количество объектов, брать пробы каждого из объектов не представляется возможным, поэтому надлежит выработать стратегию отбора проб, которая обеспечит репрезентативность взятых проб по отношению к объекту в целом. Если объекты являются неоднородными, их следует, прежде всего, разделить на однородные группы и выработать соответствующий план отбора проб для каждой группы.

План отбора проб может иметь как нестатистическую (например, решение руководства), так и статистическую основу (например, гипергеометрический или байесовский метод), но он должен быть практическим и несложным для выполнения лицами, которые не занимаются научной работой, не должен требовать от лаборатории никакой дополнительной ненужной работы, должен быть простым для разъяснения.

Лаборатория должна установить порядок, который обеспечивает надлежащий отбор, маркировку, упаковку и хранение материалов, подлежащих анализу, перед их отправкой в лабораторию. Маркировка должна позволять безошибочно идентифицировать пробы и суб-пробы и устанавливать их связь с первоначальным источником. Важно обеспечить, чтобы упаковка исключала возможность несанкционированного доступа к пробам, их утрату или загрязнение в период перевозки.

Получение объектов исследования, обращение с ними и их обработка. В лаборатории должен быть установлен официальный порядок приемки и возвращения изъятых материалов и(или) проб. Должны быть предусмотрены специальные требования в отношении материалов, проб или инструментария (например, игл), которые могут представлять угрозу для здоровья или безопасности персонала. Документация, сопровождающая представляемые материалы, должна содержать описание каждого объекта и достаточную информацию, на основе которой лаборатория может определить, какая работа от нее требуется. Должен быть обеспечен приемлемый уровень согласованности информации на этикетках проб и информации, содержащейся в сопроводительной документации или на сопроводительных бланках.

Каждому делу должен быть присвоен индивидуальный номер и соответствующая информация должна быть занесена в лабораторную систему учета. Лицам, доставившим в лабораторию материалы на исследование, должны выдаваться письменные подтверждения о получении в отношении всех материалов с указанием даты и подписью

соответствующего лица. Позднее, представляемые материалы, относящиеся к тому же делу, должны четко маркироваться с использованием того же индивидуального номера.

Уполномоченный сотрудник лаборатории должен получить и тщательно проверить представленные пробы и документы. Один или несколько выбранных для этой цели сотрудников должны также иметь полномочия частично или полностью отказывать в приемке материалов, не отвечающих политике лаборатории в данной области. Они должны ставить руководителя лаборатории в известность о любых таких случаях отказа. Любые принятые меры по исправлению положений обязательно должны регистрироваться.

При разработке процедур приемки следует учесть ряд недостатков, подобных перечисленным ниже, которые могут стать основанием для отказа, если их невозможно устранить:

- ошибки в названии, идентификационном номере или любой иной информации на этикетке, прикрепленной к пробе, или неразборчивость надписи на этикетке;
- более одной этикетки на одной пробе;
- отсутствие этикетки на образце или пробе;
- наличие одного номера у нескольких образцов или проб;
- несоответствие между полученными пробами и пробами, указанными в сопроводительной документации;
- негерметичность упаковки, которая может быть причиной нарушения целостности образца или пробы;
- признаки несанкционированного вскрытия;
- отсутствие пробы в контейнере или сильно протекающий контейнер для проб.

В лаборатории должна действовать подкрепленная соответствующими документами эффективная система надежного хранения проб как до, так и после их исследования; привязки проб к другой представленной с ними информации (например, запросам на проведение анализа), выявления субпроб, изготовленных из проб, и регистрации хода анализа, даты составления отчета об анализе, а также даты и соответствующих средств уничтожения любых оставшихся после анализа проб. Система должна быть разработана и должна функционировать таким образом, чтобы исключать возможность возникновения путаницы с пробами при работе с ними или их упоминании в учетных записях или других документах.

В лаборатории должны также действовать закрепленные в соответствующих документах процедуры и должны быть созданы соответ-

ствующие условия для сведения к минимуму порчи и предотвращения утраты или повреждения проб в процессе их хранения, обращения с ними и их анализа.

В случае представления на анализ двух одинаковых биологических проб одну из них следует использовать для анализа, а вторую, при необходимости, сохранить в замороженном состоянии для последующего анализа.

Если объекты анализа остаются после исследования в лаборатории, они должны храниться в течение срока, оговоренного в соответствующих правовых нормах или указанного клиентом.

В лаборатории должны применяться закрепленные в соответствующих документах процедуры удаления контролируемых веществ и проб, которые согласуются с применимым законодательством и процедурами соответствующей страны. Необходимо вести учет каждой операции по удалению таких веществ.

Если объекты исследования забирают из лаборатории для отправки в соответствующее место назначения, в регистрационный журнал вносится информация о том, когда и кому были переданы объекты, и ставится подпись получающего их лица.

1.3.8. ПРЕДСТАВЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Представляемые результаты анализа, проведенного лабораторией, должны быть точными, ясными, недвусмысленными и объективными и отвечать требованиям клиента. Форма представления результатов анализа должна соответствовать виду проведенного анализа и сводить к минимуму вероятность неверного истолкования или неправомерного использования этих результатов.

Если предполагается, что результаты анализа будут использоваться для доказательств, отчет должен содержать по меньшей мере следующее:

- название отчета;
- идентификационные номера, присваиваемые лабораторией соответствующему делу и каждому образцу или каждой пробе;
- название ведомства или фамилию и инициалы лица, представившего пробы;
- дату получения проб лабораторией;
- дату подготовки отчета;
- опознавательные обозначения отдельных страниц отчета;

- описание и четкую идентификацию каждого из проанализированных предметов;
- результаты анализа;
- подпись и должность или эквивалентные им идентифицирующие данные и напечатанные фамилию и инициалы лица, несущего ответственность за содержание отчета, и название лаборатории, сотрудником которой оно является.

Когда это необходимо и целесообразно, следует также представить интерпретацию результатов анализа для данного дела.

Терминология. В случае выявления определенного вещества в соответствии с протоколами лабораторной практики следует сообщить, что «в пробе/образце обнаружено» или что «анализ дал положительный результат на» содержание данного вещества. Для обозначения отсутствия аналита или аналитов могут использоваться такие формулировки, как «отрицательный», «не обнаружено» или «ничего не обнаружено». Более предпочтительна формулировка «ничего не обнаружено», поскольку она означает, что в пробе отсутствовали конкретные вещества в пределах ограничений, установленных для одного или нескольких проведенных анализов, т.е. содержание находилось ниже предела обнаружения (ПО).

Если вещество выявлено выше ПО при количественном анализе, но ниже предела вычисляемости (обычно он соответствует самой низкой точке на калибровочной кривой), то в отчете может быть упомянуто о наличии «следов» вещества.

Если необходимо сообщить о результатах отборочного/предположительного анализа, то при получении любого результата ниже установленной точки отсечки (критического значения), в отчете указывается «не обнаружено». Результаты выше точки отсечки должны проверяться с помощью соответствующего метода и указываться как «положительные».

Все единицы измерения, используемые в отчете, должны соответствовать требованиям клиента.

Заключения и интерпретация результатов. В том случае, если в отчет включаются заключения и интерпретация результатов, лаборатория должна документально обосновать такие заключения и интерпретацию. Заключения и интерпретация результатов должны быть четко обозначены в отчете.

Результаты, полученные от субподрядчиков. Если в отчете содержатся результаты анализа, проведенного субподрядчиками, такие результаты должны быть четко обозначены.

Поправки к отчетам. После опубликования отчета поправки, по существу, могут представляться только в форме нового отчета, в котором указывается, что он представляет собой дополнительный отчет и приводятся выдержки из первоначального отчета. Если необходимо выпустить новый отчет вместо прежнего, такой отчет должен иметь собственное обозначение и содержать ссылку на первоначальный отчет, который он замещает.

1.3.9. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА, АТТЕСТАЦИЯ И МЕЖЛАБОРАТОРНЫЕ СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ИСПЫТАНИЯ

Для каждого вида анализа должен быть установлен соответствующий уровень контроля качества. С помощью определенных процедур и с должной периодичностью необходимо проводить анализ контрольных образцов, используемых в целях проверки качества. В случае использования контрольных карт необходимо регистрировать результаты, которые находятся за рамками допустимых критериев.

Результаты случайного повторного анализа проб должны иметь приемлемый уровень согласования с результатами первоначального анализа.

Лаборатория должна участвовать в программах аттестации и межлабораторных сравнительных исследований.

Должен быть разработан процесс принятия соответствующих мер в тех случаях, когда выявляются недостатки или возможности улучшения качества. Мероприятия по улучшению качества и исправлению положения должны регистрироваться. Необходима также эффективная система увязки результатов аттестации с повседневной деятельностью по контролю качества.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ К ГЛАВЕ 1

1. **International** Organization for Standardization/International Electrotechnical Commission, ISO/IEC 17025:2005 General Requirements for Competence of Testing and Calibration Laboratories.

2. **International** Laboratory Accreditation Cooperation, ILAC-G19:2002 Guidelines for Forensic Science Laboratories.

2. МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ХИМИЧЕСКИХ ИСПЫТАТЕЛЬНЫХ ЛАБОРАТОРИЙ

2.1. ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Государственная система обеспечения единства измерений является одной из подсистем страны, которая функционирует в целях обеспечения единства измерений с заданной точностью во всех областях деятельности. Правовые основы функционирования подсистемы закреплены законами РФ, основными из которых являются:

1. ФЗ от 26.06.2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» [1];

2. ФЗ от 27.12.2002 № 184-ФЗ (Новая редакция – 5.04.2016 № 104-ФЗ) «О техническом регулировании» [2];

3. ФЗ от 26.06.2015 «О стандартизации» [3].

Единство измерений достигается выполнением комплекса организационных мероприятий и производственных операций с привлечением соответствующих сил и средств для решения следующих задач:

1. Разработки оптимальных принципов управления деятельностью по обеспечению единства измерений.

2. Организации и проведения фундаментальных научных исследований для создания более совершенных и точных методов и средств воспроизведения единиц и передачи их размеров.

3. Установления системы единиц и шкал измерений, допускаемых к применению.

4. Установления основных понятий метрологии, а также унификации терминов и определений.

5. Создания, утверждения, применения и совершенствования государственных эталонов.

6. Установления систем (по видам измерений) передачи размеров единиц величин от государственных эталонов средствам измерения, применяемым в стране.

7. Создания и совершенствования вторичных и рабочих эталонов, комплексных поверочных установок и лабораторий.

8. Установления общих метрологических требований к эталонам, средствам измерений, методикам выполнения измерений, методикам поверки (калибровки) средств измерений и других требований, соблю-

дение которых является необходимым условием обеспечения единства измерений.

9. Разработки и экспертизы разделов метрологического обеспечения федеральных и иных государственных программ, в том числе программ создания и развития оборонной техники.

10. Осуществления государственного метрологического контроля деятельности связанной:

- с поверкой средств измерений (см. п. 1.3);
- с испытаниями для утверждения типа средств измерений;
- с лицензированием деятельности юридических и физических лиц по изготовлению и ремонту средств измерений.

11. Осуществления государственного метрологического надзора в различных отраслях деятельности (см п. 1.3):

- за выпуском, состоянием и применением средств измерений;
- за состоянием эталонов единиц величин;
- за применением аттестованных методик выполнения измерений;
- за соблюдением метрологических правил и норм;
- за количеством товаров отчуждаемых при совершении торговых операций;
- за количеством фасованных товаров в упаковках любого вида при их фасовке и продаже.

12. Разработки принципов оптимизации материально-технической и организации подготовки кадров метрологов для органов метрологической службы.

13. Аттестации методик выполнения измерений (см. главу 2).

14. Проведение метрологической экспертизы (технической документации, см. главу 3).

15. Проведения аккредитации (кратко, см. п. 1.1):

- метрологических служб, юридических и физических лиц по различным видам метрологической деятельности (кратко, см. п. 1.1);
- поверочных, калибровочных измерительных, испытательных и аналитических лабораторий.

16. Информирования потребителей по вопросам обеспечения единства измерений.

Решение перечисленных задач направлено на охрану прав и законных интересов граждан, установленного правопорядка и экономики страны путем защиты от отрицательных последствий, вызываемых недостоверными результатами измерений во всех сферах жизни общества.

2.1.1. СОСТАВ И СОДЕРЖАНИЕ ГОСУДАРСТВЕННОЙ СИСТЕМЫ ИЗМЕРЕНИЙ

Государственная система измерений состоит из трех частей, каждая из которых отличается выполняемыми задачами, к ним относятся:

1. Правовая подсистема.
2. Техническая подсистема.
3. Организационная подсистема.

Правовой подсистемой устанавливаются согласованные требования к различным объектам деятельности по обеспечению единства измерений. Требования оформляются в соответствующих законодательных и подзаконных актах и устанавливаются к следующим взаимосвязанным объектам:

1. Совокупности узаконенных единиц величин и шкал измерения (см. п. 1.2).

2. Терминологии в области метрологии, терминам и определениям по видам измерений.

3. Воспроизведения и передачи размеров единиц величин и шкал измерений.

4. Способам и формам представления результатов измерений и характеристик их погрешности.

5. Методам оценивания погрешности и неопределенности измерений.

6. Порядку:
– измерения и аттестации методик выполнения измерений;
– лицензирования деятельности юридических и физических лиц по изготовлению и ремонту средств измерений;
– метрологических служб, поверочных, калибровочных измерительных, испытательных и аналитических лабораторий, а также лабораторий неразрушающего и радиационного контроля.

7. Комплексам нормируемых метрологических характеристик средств измерений.

8. Методам установления и корректировки межповерочных (рекомендованных межкалибровочных) интервалов.

9. Порядку проведения:
– испытаний в целях утверждения типа и сертификации средств измерений;

- проверки и калибровки средств измерений;
- осуществления метрологического контроля и надзора.

10. Государственным поверочным схемам.

11. Методикам выполнения измерений и поверки (калибровки) средств измерений.

Технической подсистемой обеспечивается осуществление функций прикладного характера (производства измерений, см. главу 2) в различных областях деятельности, которые могут быть представлены следующей совокупностью объектов:

1. Межгосударственных, государственных эталонов, эталонов единиц величин и шкал измерений.
2. Стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов.
3. Стандартных справочных данных о физических константах и свойствах веществ и материалов.
4. Средств измерений и испытательного оборудования, необходимых для проведения метрологического контроля и надзора.
5. Специальных зданий и сооружений для выполнения высокоточных измерений в метрологических целях.
6. Научно-исследовательских, эталонных, испытательных, калибровочных и измерительных лабораторий.

Организационной подсистемой осуществляется исполнительская функция, выполняемая метрологическими службами и организациями различных уровней, деятельность которых управляется государственным комитетом по стандартизации и метрологии.

Государственный комитет по стандартизации и метрологии свою деятельность осуществляет через государственную метрологическую службу, территориальные центры, а также посредством привлечения государственных инспекторов по надзору за техническим регулированием и единством измерения.

На государственный комитет по стандартизации и метрологии возлагаются следующие основные задачи (*выборочно и кратко*):

- реализация государственной политики в сфере стандартизации и метрологии;
- осуществление мер по защите прав потребителей и интересов государства в области безопасности;
- обеспечение единства измерений в стране и гармонизация с международными системами;
- организация и проведение государственного контроля и надзора за соблюдением требований безопасности;
- формирование инфраструктуры стандартизации и метрологии, аккредитации деятельности подразделений, классификации технико-экономической информации.

Государственная метрологическая служба организует метрологическое обеспечение измерений в стране и осуществляет метрологический контроль и надзор. В ее состав входят:

- государственные научные метрологические центры;
- государственные метрологические научно-исследовательские институты;
- территориальные органы государственной метрологической службы.

Метрологическая служба предприятий создается в соответствии с Законом РФ «Об обеспечении единства измерений». К основным сферам деятельности метрологической службы предприятий относятся:

- производство продукции;
- испытания и контроль качества продукции в целях определения соответствия обязательных требований;
- охрана окружающей среды и обеспечение безопасности труда.

Метрологическая служба юридических лиц может быть представлена самостоятельными структурными подразделениями, выполняющими следующие функции:

- поверки средств измерения;
- калибровки средств измерения;
- ремонта и обслуживания средств измерения.

Перечисленные подразделения метрологических служб должны пройти процедуру *аккредитации*, к которой относятся:

- проверка состава и соответствия оборудования заявленному содержанию и объему работ;
- проверка наличия и достаточности нормативных и руководящих документов для выполнения заявленных функций;
- проверка достаточности и квалификации персонала для выполнения заявленных работ;
- проверка помещений для проведения метрологических работ.

2.1.2. СИСТЕМА УЗАКОНЕННЫХ ЕДИНИЦ ФИЗИЧЕСКИХ ВЕЛИЧИН

Узаконенные единицы величин позволяют стандартизовать измерение свойств физического объекта (продукции, процесса, явления), которые обуславливают его общность или различие с другими объектами и обнаруживается в его отношениях с ним. На практике свойства физического объекта представляются физическими величинами,

а часто, просто величинами, которые подразделяются на два вида – измеряемые и оцениваемые.

Измеряемые – величины, которые могут быть измерены с использованием средств измерения и которые выражаются количественно в виде определенного числа установленных единиц измерения.

Оцениваемые – величины, которые по причинам отсутствия единиц измерения и невозможности измерения могут быть только оценены. Операции оценивания физической величины совершаются по установленным правилам, посредством приписывания данной физической величине определенного числа принятых для нее физических единиц.

Единица физической величины представляет собой физическую величину фиксированного размера, которой по определению условно присвоено стандартное числовое значение, равное единице. Это значение применяется для количественного выражения однородных физических величин. Под однородными физическими величинами понимаются, как правило, свойства объекта, а для обозначения частных особенностей физических величин на практике применяют термин *параметр*.

Параметр любого физического объекта может быть охарактеризован истинным, действительным или измеренным значениями.

Истинное значение физической величины идеальным образом отражает в качественном и количественном отношении соответствующие свойства объекта. Определить его экспериментально невозможно, поэтому на практике используется понятие действительное значение измеряемой величины.

Действительное значение измеряемой величины находится экспериментальным путем в оптимальных условиях для измерения с обязательным применением образцовых мер и приборов, погрешности которых незначительны.

Измеренное значение также находится экспериментальным путем, но при этом применяются так называемые рабочие средства измерения, на которые оказывают существенное влияние текущее состояние окружающей среды.

Для измерения параметров объектов могут применяться различные системы величин, к которым относятся:

1. Абсолютная электростатическая система величин (СГСЭ).
2. Абсолютная электромагнитная система величин (СГСМ).
3. Система величин Гаусса–Максвелла.

4. Система величин Лоренца–Хевисайда.

5. Система величин с нерационализированной записью формул и размерными электрической и магнитной постоянными.

В Российской Федерации используется единицы Международной системы величин (СИ) [4]. Эта система включает 7 основных единиц и множество производных.

Основные единицы величин определены посредством измерения эталонов, к ним относятся: *метр, килограмм, секунда, ампер, кельвин, кандела, моль*. Производные единицы рассчитываются по формулам с использованием основных единиц, рассчитанные единицы, как правило, имеют собственные названия.

Некоторые единицы, по решению Генеральной конференции, допускаются для использования совместно с единицами системы СИ, к ним относятся: минута, час, сутки, литр, тонна, атомная единица массы, градус Цельсия и др. Также разрешается применять относительные и логарифмические единицы – процент, децибел.

Представленные в прил. П1.1 единицы величин могут быть интересны для познания внесистемных единиц измерения, применяемых в разных странах.

В практике работы специалистов всех уровней применяются кратные и дольные единицы. В метрической системе мер принята десятичная кратность между большими и меньшими единицами. В приложении П1.2 приводятся наименования, а также множители и приставки для образования десятичных кратных и дольных единиц.

2.1.3. ГОСУДАРСТВЕННЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ И НАДЗОР

Государственный метрологический контроль и надзор проводятся в целях проверки соблюдения метрологических правил и норм предприятиями и организациями, перечисленными в ФЗ «Об обеспечении единства измерений» [1]. Функции метрологического контроля и надзора выполняют органы государственной метрологической службы, а также метрологические службы юридических лиц.

При проведении государственного метрологического контроля выполнению подлежат следующие задачи:

- утверждение типа средства измерения;
- поверка эталонов и средств измерений;
- лицензирование деятельности физических и юридических лиц, осуществляющих изготовление, ремонт и реализацию средств ремонта.

Надзору со стороны метрологических служб подвергаются:

- средства измерений с момента их производства до утилизации;
- методики выполнения измерений, подлежащие аттестации;
- эталоны физических единиц;
- порядок применения и соблюдения метрологических правил и норм на предприятиях и в организациях;
- товар, подлежащий отчуждению при совершении торговых операций;
- фасованный товар в упаковках любого вида при подготовке его к продаже и совершении торговых операций.

Результаты проверки обязательно документируются с раскрытием состояния дел и раскрываются причины выявленных нарушений метрологических правил и норм.

Утверждение типа средства измерения осуществляется по результатам проведения обязательных испытаний, которые проводятся по утвержденной программе, включающей следующие разделы:

- изучение технической документации на средство измерения;
- экспериментальное исследование средства измерения;
- оформление результатов испытаний средства измерения.

Испытания средства измерения проводят в следующих случаях:

- при разработке средства измерения нового поколения или после проведения глубокой модернизации используемых средств измерения;
- при наличии информации от потребителей об ухудшении качества выпускаемых средств измерения;
- при истечении срока действия сертификата об утверждении средства измерения.

Решение на утверждение типа средства измерения принимает Госстандарт России, которое подтверждается выдачей сертификата, а его срок действия устанавливают при выдаче. На утвержденное средство измерения и в документацию наносится знак установленной формы.

2.2. ОРГАНИЗАЦИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ НА ПРЕДПРИЯТИИ

Под метрологическим обеспечением предприятия понимается комплекс организационных мероприятий и технологических операций, направленных на проведение измерений с заданной точностью, выполняемых на предприятии в целях повышения эффективности производства и качества выпускаемой продукции.

2.2.1. СОДЕРЖАНИЕ «ПОЛОЖЕНИЯ О МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЕ ПРЕДПРИЯТИЯ»

Метрологическое обеспечение организуется метрологической службой предприятия (отделом главного метролога) в соответствии с планом, утвержденным техническим директором, и осуществляется в соответствии с «*Положением о метрологической службе предприятия*».

«Положение...» является организационным документом, разрабатываемым специалистами метрологической службы для конкретизации задач, подлежащих выполнению, и организации взаимодействия с другими службами и подразделениями предприятия.

Содержание «Положения...» стандартное и включает следующие основные разделы:

1. *Общие положения.* В этом разделе приводится полное наименование службы, подчиненность, непосредственное руководство, перечень руководящих документов, объекты сотрудничества.

2. *Внутренняя структура.* Как правило, структура службы приводится схематично в приложении, а в текстовой части перечисляются составные элементы с обязательным указанием подчиненности.

2. *Цели, задачи и функции.* Раскрываются функции подразделений, входящих в состав службы. Разрабатываемые функции должны обеспечивать выполнение перечисленных задач и достижение цели метрологической службы.

3. *Права.* Перечисляются правовые возможности службы.

4. *Взаимодействие с другими подразделениями.* Как правило, представляется схематично с конкретизацией вопросов взаимодействия, которые могут перечисляться как в тексте, так и в сводной таблице.

5. *Ответственность руководителя службы.* Руководитель отвечает за выполнение задач метрологического обеспечения функционирования предприятия.

6. *Заключение.* В нем размещаются указания на внесение изменений, сроки введения в действие и использования.

«Положение...» подписывается разработчиком и согласовывается с руководителями следующих подразделений предприятия:

1. Службы управления персоналом.

2. Службы менеджмента качества.

3. Юридической службы.

Юридическую силу «Положение...» приобретает после утверждения руководителем предприятия.

2.2.2. ЗАДАЧИ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ПРЕДПРИЯТИЯ

К основным *задачам метрологического обеспечения* относятся:

- разработка и осуществление мероприятий по совершенствованию метрологического обеспечения на предприятии;
- проведение анализа состояния метрологического обеспечения на предприятии;
- установление рациональной номенклатуры измеряемых параметров и оптимальных норм точности измерений;
- внедрение (разработку новых, совершенствование имеющихся) современных методик выполнения измерений, испытаний и контроля;
- применение стандартов, регламентирующих нормы точности измерений;
- проведение метрологической аттестации методик выполнения измерений и метрологической экспертизы нормативно-технической, конструкторской и технологической документации (см. п. 2.3);
- поверка и калибровка средств измерений;
- контроль технического состояния применяемых средств измерения и организация их обслуживания и ремонта.

2.2.3. МЕРОПРИЯТИЯ ПО СОВЕРШЕНСТВОВАНИЮ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Необходимые *мероприятия по совершенствованию метрологического обеспечения* разрабатываются специалистами метрологической службы, согласовываются с руководителями других служб и подразделений предприятия. К основным мероприятиям, повышающим эффективность работ по метрологическому обеспечению производства, можно отнести:

- проведение регулярных проверок технического состояния контрольного, измерительного и испытательного оборудования;
- осуществление оптимизации контрольного, измерительного и испытательного оборудования, применяемого на предприятии, и проведение замены морально устаревших образцов;
- внедрение автоматизации измерительных процессов на предприятии и применение средств измерения с нормируемой точностью, в зависимости от целесообразности их использования для получения метрологических данных;

- освоение новых методов измерения, разработка и применение новых методик выполнения измерений;
- проведение анализа важности измерительной информации и оптимизация точности измерений по экономическому критерию;
- организация проведения метрологической экспертизы технической документации предприятия;
- повышение профессиональной подготовки персонала по вопросам метрологического обеспечения;
- разработка направлений оптимизации структуры метрологической службы и направлений ее деятельности;
- разработка и поддержание в рабочем состоянии документации системы менеджмента качества метрологического обеспечения предприятия в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р ISO 9001–2014 [5].

2.2.4. АНАЛИЗ СОСТОЯНИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ НА ПРЕДПРИЯТИИ

Анализ состояния метрологического обеспечения на предприятии проводится периодически, или в случае выявления проблем, связанных с результатами измерения, испытания или контроля и оказывающих влияние на эффективность принятия управленческих решений. Основанием для проведения анализа служит приказ по предприятию, которым устанавливаются цели, анализ, и в зависимости от объема работ, создаются и утверждаются рабочие группы специалистов.

Деятельность рабочих групп регламентируется положениями ГОСТ Р 8. 892–15 [6], в котором рекомендуется проводить анализ состояния метрологического обеспечения по трем составляющим: организационной, технической и методической. Применяемая технология анализа метрологического обеспечения выпускаемой продукции конкретизируется в зависимости от исследуемой стадии жизненного цикла выпускаемой продукции.

Для достижения целей анализа подлежат выполнению следующие действия [7]:

- устанавливаются объекты предприятия. Объекты должны быть описаны, а их характеристики конкретизированы;
- выявляются внутренние и внешние условия решения задач метрологического обеспечения;
- определяются основные факторы, влияющие на состояние организационной, технической и методической составляющих метрологического обеспечения. К ним, как правило, относится набор мероприятий, выполняемых на предприятии для решения задач метрологи-

ческого обеспечения. Например, скорректированные перечни измерений, мероприятия по методическому и техническому обеспечению проверок средств измерения, контроля и аттестации оборудования и т.д.;

- формулируются требования к характеристикам метрологического обеспечения;

- оценивается соответствие значений характеристик состояния метрологического обеспечения установленным требованиям.

Предварительно до начала работ группы специалистов готовят формы документов, которые в последующем должны быть заполнены. Материалы из форм документов лягут в основу оценки состояния метрологического обеспечения.

Результаты анализа состояния метрологического обеспечения документируются, а на их основе разрабатываются предложения для выработки предупреждающих и корректирующих действий.

Особое внимание уделяется следующим составным частям метрологического обеспечения:

- установлению рациональной номенклатуры измеряемых параметров и оптимальных норм точности измерений;

- внедрению (разработке новых, совершенствованию имеющихся) современных методик выполнения измерений, испытаний и контроля.

Номенклатура измеряемых параметров определяется требованиями технологической документации на производство продукции. Оптимизацию номенклатуры параметров должны проводить специалисты предприятия, действуя по принципу целесообразности и достаточности, для обеспечения процессов управления необходимыми данными.

Норма точности измерений задается комплексом показателей, которые тесно связаны с функцией управления производством и должны способствовать эффективному достижению целей управления.

Точность результата измерений представляет собой качественный показатель, который при обработке результатов наблюдений (фиксированные единичные наблюдения превращаются в статистические данные), должен быть выражен через его количественные характеристики. В ГОСТ Р 50779.10 [8] под наблюдаемым значением понимается значение характеристики, полученное в результате единичного наблюдения при многократных измерениях.

В ГОСТ Р ИСО 5725–1 [27] точность определяется как степень близости результата измерений к принятому опорному значению. Концепция «принятого опорного значения» применяется в Междуна-

родной метрологической практике, а в России до 2003 года применялась концепция «истинного значения измеряемой величины». Вместе с тем в примечании [2.5] поясняется, что «...применительно к многократным измерениям «термин «точность», когда он относится к серии результатов измерений (испытаний), включает сочетание случайных составляющих и общей систематической ошибки, что не противоречит подходу к выражению точности через составляющие погрешности результата измерений».

В практике отечественной метрологии точность измерения является качественной характеристикой, что выражает собой близость полученного результата измерения к действительному (истинному) значению. Так как точность не может быть идеальной, поэтому используется характеристика, называемая «погрешность».

Погрешность демонстрирует существующие отклонения показаний средства измерения от имеющегося идеального значения. Вместе с тем, на отклонения измерений в промышленной среде могут влиять следующие множественные факторы: персонал, условия измерения, количество точек измерения одних и тех же параметров и т.д. Поэтому для получения общесистемных показателей измеряемой величины в ГОСТ Р ИСО 5725–1 рекомендуется показатели точности определять на основании серии результатов измерений посредством проведения экспериментов. Процедуры проведения экспериментов, порядок их планирования и обработки данных представлены в различных разделах стандарта.

2.2.5. ВЗАИМОСВЯЗЬ ТОЧНОСТИ И ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Зная класс точности прибора приведенной погрешности γ и предельное значение измеряемой величины X_{\max} , можно определить абсолютную Δ_{\max} и относительную δ инструментальную погрешность измерения по выражениям (2.1):

$$\Delta_{\max} = \frac{X_{\max} \gamma (\%)}{100\%}; \quad \delta = \frac{\Delta_{\max}}{x_{\text{Д}}} 100\% = \frac{x_{\max}}{x_{\text{изм}}} \gamma. \quad (2.1)$$

Чем ближе значение измеряемой величины к пределу измерения, тем меньше относительная инструментальная погрешность.

В зависимости от форм рассмотрения причин, вызывающих отклонения в измерениях, погрешности классифицируются по следующим признакам.

1. По форме представления – *абсолютная, относительная, приведенная* (выражения (2.2) – (2.4)).

Абсолютной погрешностью измерений называют разность между измеренным и действительным значениями измеряемой величины

$$\Delta = x - x_{\text{д}}. \quad (2.2)$$

Относительная погрешность – погрешность измерения, выраженная отношением абсолютной погрешности измерения к действительному или измеренному значению измеряемой величины

$$\delta = \frac{\Delta}{x_{\text{д}}} 100\%. \quad (2.3)$$

Приведенная погрешность – погрешность, выраженная отношением абсолютной погрешности средства измерений к условно принятому значению величины, постоянному во всем диапазоне измерений или в части диапазона

$$\delta_x = \frac{\Delta x}{X_n}. \quad (2.4)$$

где X_n – нормирующее значение, которое зависит от типа шкалы измерительного прибора и определяется по его градуировке:

– если шкала прибора односторонняя, т.е. нижний предел измерений равен нулю, то X_n определяется равным верхнему пределу измерений;

– если шкала прибора двусторонняя, то нормирующее значение равно ширине диапазона измерений прибора.

2. По причине возникновения погрешности – *инструментальные, методические, субъективные*.

Инструментальные погрешности – погрешности, которые определяются погрешностями применяемых *средств измерений* и вызываются несовершенством принципа действия, неточностью *градуировки шкалы*.

Методические погрешности – погрешности, обусловленные несовершенством метода, а также упрощениями, положенными в основу методики.

Субъективные – погрешности, обусловленные степенью внимательности, сосредоточенности, подготовленности и другими качествами оператора.

Инструментальную погрешность подразделяют на *основную* и *дополнительную* погрешности.

Основной погрешностью называют погрешность, имеющую место в случае применения средства измерений в нормальных условиях эксплуатации.

Дополнительной погрешностью называют погрешность средств измерений, которая возникает в условиях, отличающихся от нормальных, но входящих в допустимую рабочую область условий эксплуатации.

3. По характеру проявления – *случайные, систематические, прогрессирующие, грубые*.

Случайная погрешность – составляющая погрешности измерения, изменяющаяся случайным образом в серии повторных измерений одной и той же величины, проведенных в одних и тех же условиях.

Систематическая погрешность – погрешность, изменяющаяся во времени по определенному закону (частным случаем является постоянная погрешность, не изменяющаяся с течением времени). Систематические погрешности могут быть связаны с ошибками приборов (неправильная шкала, калибровка и т.п.), неучтенными экспериментатором.

Прогрессирующая (дрейфовая) погрешность – непредсказуемая погрешность, медленно меняющаяся во времени. Она представляет собой нестационарный случайный процесс.

Грубая погрешность (промах) – погрешность, возникшая вследствие недосмотра экспериментатора или неисправности аппаратуры (например, если экспериментатор неправильно прочел номер деления на шкале прибора или если произошло замыкание в электрической цепи).

4. По способу измерения:

4.1. Погрешность прямых измерений.

4.2. Погрешность косвенных воспроизводимых измерений.

4.3. Погрешность косвенных невоспроизводимых измерений – вычисляется по принципу прямой погрешности.

5. В зависимости от источников, вызывающих погрешности, – *инструментальные, методические, субъективные*.

Инструментальные погрешности вызываются несовершенством принципа действия и недостаточным качеством элементов используемого средства измерения. К основным причинам, вызывающим инструментальные погрешности можно отнести:

1. Медленно изменяющиеся внешние влияющие факторы – основные погрешности и дополнительные статические погрешности средств измерений.

2. Ограниченные разрешающие способности средств измерений.

3. Инерционность свойств средств измерений – динамические погрешности.

4. Взаимодействие средства измерений с объектом измерений.

5. Передача измерительной информации.

Методические погрешности вызываются несовершенством метода измерений и влиянием используемого средства измерения на саму измеряемую величину, зависящим от способа использования данного средства измерения. К основным причинам, вызывающим методические погрешности, можно отнести:

1. Неадекватность контролируемому объекту модели, параметры которой принимают в качестве измеряемых величин.

2. Отклонения от принятых значений аргументов функции, связывающей измеряемую величину с величиной на «входе» средства измерений (первичного измерительного преобразователя).

3. Отклонения от принятых значений разницы между значениями измеряемой величины на входе средства измерений и в точке отбора.

4. Погрешность из-за эффектов квантования.

5. Отличие алгоритма вычислений от функции, строго связывающей результаты наблюдений с измеряемой величиной.

6. Погрешности, возникающие при отборе и приготовлении проб.

7. Погрешности, вызываемые мешающим влиянием факторов пробы (мешающие компоненты пробы, дисперсность, пористость и т.п.).

Субъективные погрешности – вызываются ошибками оператора. К основным причинам, вызывающим субъективные погрешности, можно отнести:

1. Погрешности считывания значений измеряемой величины со шкал и диаграмм.

2. Погрешности обработки диаграмм без применения технических средств (при усреднении, суммировании измеренных значений и т.п.).

3. Погрешности, вызываемые воздействием оператора на объект и средства измерений (искажения температурного поля, механические воздействия и т.п.).

Кроме перечисленных погрешностей, различают случайные, систематические и динамические погрешности.

Случайной погрешностью называют составляющие погрешности измерений, изменяющиеся случайным образом при повторных измерениях одной и той же величины.

Случайные погрешности определяются совместным действием следующих *причин*:

- внутренними шумами элементов электронных схем;
- наводками на входные цепи средств измерений;
- пульсацией постоянного питающего напряжения;
- дискретностью счета.

Систематическая погрешность – составляющая погрешности измерения, остающаяся постоянной или закономерно изменяющаяся при повторных измерениях одной и той же физической величины.

Систематические погрешности являются в общем случае функцией измеряемой величины, влияющих величин (температуры, влажности, напряжения питания и пр.) и времени. В функции измеряемой величины систематические погрешности входят при поверке и аттестации образцовых приборов.

Причинами возникновения систематических составляющих погрешности измерения являются:

- отклонение параметров реального средства измерений от расчетных значений, предусмотренных схемой;
- неуравновешенность некоторых деталей средства измерений относительно их оси вращения, приводящая к дополнительному повороту за счет зазоров, имеющихся в механизме;
- упругая деформация деталей средства измерений, имеющих малую жесткость, приводящая к дополнительным перемещениям;
- погрешность градуировки или небольшой сдвиг шкалы;
- неточность подгонки шунта или добавочного сопротивления, неточность образцовой измерительной катушки сопротивления;
- неравномерный износ направляющих устройств для базирования измеряемых деталей;
- износ рабочих поверхностей, деталей средства измерений, с помощью которых осуществляется контакт звеньев механизма;
- усталостные измерения упругих свойств деталей, а также их естественное старение;
- неисправности средства измерений.

Динамическая погрешность – погрешность результата измерений, свойственная условиям динамического измерения.

Численное значение *динамической погрешности измерений* вычисляется как разность между погрешностью, возникающей при измерении непостоянной (переменной во времени) величины, и статической погрешностью (погрешностью значения измеряемой величины в определенный момент времени).

Динамическая погрешность появляется при измерении переменных величин и обусловлена инерционными свойствами средств измерений. При разработке или проектировании средства измерений следует учитывать, что увеличение погрешности измерений и запаздывание появления выходного сигнала связаны с изменением условий.

2.2.6. ПРАВИЛА СУММИРОВАНИЯ ПОГРЕШНОСТЕЙ

Перед суммированием все погрешности делятся на следующие группы:

- систематические и случайные. Случайные погрешности разделяются на коррелированные и некоррелированные;
- аддитивные и мультипликативные.

Такое деление необходимо потому, что систематические и случайные погрешности, а также коррелированные и некоррелированные, суммируются по-разному, а аддитивные погрешности нельзя складывать с мультипликативными.

Достижимая точность измерения ограничивается наличием погрешностей как систематических, так и случайных, они могут рассчитываться по выражениям (2.5) – (2.7). При суммировании погрешностей руководствуются следующими правилами:

1. Систематические погрешности Δ_c , если они известны или достаточно точно определены, суммируют алгебраически (с учетом собственных знаков)

$$\Delta_{c\Sigma} = \sum_{i=1}^n \Delta_{ci}. \quad (2.5)$$

2. Случайные погрешности (средние квадратические оценки) суммируются с учетом их взаимных корреляционных связей. Из теории вероятности известно, что дисперсия суммы двух случайных величин

$$\sigma_{\Sigma}^2 = \sigma_1^2 + 2r\sigma_1\sigma_2 + \sigma_2^2, \quad (2.6)$$

где σ_1^2 и σ_2^2 – дисперсии случайных величин; r – коэффициент корреляции между дисперсиями.

Отсюда суммарная средняя квадратическая погрешность

$$\sigma_{\Sigma} = \sqrt{\sigma_1^2 + 2r\sigma_1\sigma_2 + \sigma_2^2}, \quad (2.7)$$

при $r_{xy} = 0$ $\sigma_z = \sqrt{\sigma_x^2 + \sigma_y^2}$ (нет корреляции);

$r_{xy} = 1$ $\sigma_z = \sigma_x + \sigma_y$ (сильная положительная корреляция);

$r_{xy} = -1$ $\sigma_z = \sigma_x - \sigma_y$ (сильная отрицательная корреляция).

2.2.7. ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ПОГРЕШНОСТЕЙ ПРИ СОВМЕСТНЫХ, СОВОКУПНЫХ И КОСВЕННЫХ ИЗМЕРЕНИЯХ

Под совместными измерениями понимаются измерения, проводимые одновременно для двух или нескольких неоднородных величин для установления зависимости между ними.

Под совокупными измерениями понимаются измерения, проводимые одновременно для нескольких одноименных величин, при которых их значения находят решением системы уравнений, получаемых при прямых или косвенных измерениях различных сочетаний этих величин.

При обработке результатов перечисленных измерений рекомендуется следующая последовательность действий:

1. Если это необходимо, преобразовать формулу, связывающую измеряемые величины с искомой так, чтобы функциональная зависимость содержала все измеряемые величины непосредственно (без промежуточных формул).

2. Выполнить оценку погрешности прямых измерений всех непосредственно измеряемых величин, входящих в формулу для искомой величины, с учетом погрешности многократных и однократных измерений.

3. С помощью средних значений измеряемых величин m рассчитать значение искомой величины.

4. Получить выражение для погрешности измерений по одной из формул.

5. Записать окончательный результат.

Погрешности косвенных измерений. Косвенное измерение – это измерение, при котором искомое значение величины находится по известной зависимости между этой величиной и величинами, поддающимися прямым измерениям.

Пример получения результата косвенных измерений для случая с одним аргументом

$$y = f(x),$$

где y – результат косвенного измерения (функция); x – результат прямого измерения (аргумент).

Предполагается, что погрешность измерения аргумента x известна и составляет величину $\pm\Delta_x$.

Погрешность измерения функции y обозначить через $\pm\Delta_y$ и найти ее значение по известным значениям величин y , x и $\pm\Delta_x$.

С учетом погрешностей $\pm\Delta_x$ и $\pm\Delta_y$ выражение y принимает вид

$$y \pm \Delta_y = f(x \pm \Delta_x).$$

Разложить правую часть равенства в ряд Тейлора и, пренебрегая членами разложения, содержащими Δ_x в степени выше первой, получить

$$y \pm \Delta_y = f(x) + \Delta_x \frac{df(x)}{dx};$$

$$\Delta_y = \pm \Delta_x \frac{df(x)}{dx},$$

где Δ_y – абсолютная погрешность результата косвенного измерения величины y ; Δ_x – абсолютная погрешность результата прямого измерения величины x .

Относительная погрешность косвенного измерения δ_y определяется по выражению

$$\delta_y = \pm \frac{\Delta_y}{y} = \pm \frac{\Delta_x}{y} \frac{df(x)}{dx},$$

или

$$\delta_y = \pm \frac{\Delta_y}{y} 100\% = \pm \frac{\Delta_x}{y} \frac{df(x)}{dx} 100\% ,$$

Рассмотрение результата косвенных измерений для случая с несколькими аргументами, т.е.

$$y = f(x, z, \dots, t),$$

где x, z, \dots, t – результаты прямых измерений (аргументы); y – результат косвенного измерения (функция).

Значение суммарной абсолютной погрешности косвенного измерения Δ_y в этом случае может быть найдено по выражению

$$\Delta_y = \pm \sqrt{\left(\frac{\partial f}{\partial x}\right)^2 \Delta_x^2 + \left(\frac{\partial f}{\partial z}\right)^2 \Delta_z^2 + \dots + \left(\frac{\partial f}{\partial t}\right)^2 \Delta_t^2.}$$

Значение суммарной относительной погрешности косвенного измерения δ_y для рассматриваемого случая находится по выражению

$$\delta_y = \pm \sqrt{\left(\frac{\partial f}{\partial x}\right)^2 \left(\frac{\Delta_x}{y}\right)^2 + \left(\frac{\partial f}{\partial z}\right)^2 \left(\frac{\Delta_z}{y}\right)^2 + \dots + \left(\frac{\partial f}{\partial t}\right)^2 \left(\frac{\Delta_t}{y}\right)^2.}$$

Значения $\Delta_x, \Delta_z, \dots, \Delta_t$ – суммарные абсолютные погрешности результатов прямых измерений величин x, z, \dots, t .

Соотношения Δ_y и δ_y правомерны при условии, что рассматриваемые погрешности независимы (отсутствует связь между ними) и являются случайными величинами.

Для расчета погрешностей косвенных измерений могут использоваться выражения, представленные в табл. 2.1.

2.1. Выражения для расчета погрешностей косвенных измерений

Функция (y)	Погрешности	
	абсолютная (Δ_y)	относительная (δ_y)
$x + z$	$\pm [\Delta_x^2 + \Delta_z^2]^{1/2}$	$\pm \frac{[\Delta_x^2 + \Delta_z^2]^{1/2}}{x + z}$
$x - z$	$\pm [\Delta_x^2 + \Delta_z^2]^{1/2}$	$\pm \frac{[\Delta_x^2 + \Delta_z^2]^{1/2}}{x - z}$
xz	$\pm [x^2 \Delta_z^2 + z^2 \Delta_x^2]^{1/2}$	$\pm [\delta_x^2 + \delta_z^2]^{1/2}$
x/z	$\pm \frac{[x^2 \Delta_z^2 + z^2 \Delta_x^2]^{1/2}}{z^2}$	$\pm [\delta_x^2 + \delta_z^2]^{1/2}$
x^n	$\pm nx^{n-1} \Delta_x$	$\pm n \delta_x$
$\sqrt[n]{x}$	$\pm \frac{1}{n} x^{\frac{1}{n}-1} \Delta_x$	$\pm \frac{1}{n} \delta_x$

Функция (y)	Погрешности	
	абсолютная (Δ_y)	относительная (δ_y)
$\sin x$	$\pm \Delta_x \cos x$	$\pm \Delta_x \operatorname{ctgx}$
$\operatorname{tg} x$	$\pm \frac{\Delta_x}{(\cos x)^2}$	$\pm \frac{2\Delta_x}{(\sin 2x)^2}$
$\cos x$	$\pm \Delta_x \sin x$	$\pm \Delta_x \operatorname{tg} x$
$\operatorname{ctg} x$	$\pm \frac{\Delta_x}{(\sin x)^2}$	$\pm \frac{2\Delta_x}{\sin 2x}$
$\operatorname{arctg} x$	$\pm \frac{\Delta_x}{(1+x^2)}$	$\pm \frac{\Delta_x}{(1+x^2) \operatorname{arctg} x}$

2.2.8. ОКРУГЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ

Результаты измерений и погрешности следует округлять по сложившимся правилам. Основные положения правил заключаются в следующем:

1. Округление проводится только один раз при получении окончательных результатов. Все промежуточные результаты целесообразно представлять тем числом разрядов, которые удастся получить.

2. Округление начинается с округления погрешности результата измерения.

3. Погрешность результата измерения округляется до двух значащих цифр, если при движении слева направо первая значащая цифра округляемой погрешности меньше 3.

Погрешность результата измерения округляется до одной значащей цифры, если при движении слева направо первая значащая цифра округляемой погрешности больше 3 или равна 3.

4. Результат измерения округляется так, чтобы он оканчивался цифрой того же разряда, что и значение погрешности. Если числовое значение результата измерения представляется десятичной дробью, оканчивающейся нулями, то нули отбрасываются только до того разряда, который соответствует разряду числового значения погрешности.

5. Если цифра старшего из отбрасываемых разрядов меньше 5, то остающиеся цифры в числе не изменяют. Если эта цифра больше 5, то последнюю оставляемую цифру увеличивают на единицу. Лишние цифры в целых числах заменяют нулями, а в десятичных дробях отбрасывают. Например, результат измерения $U = 25,4587$ мВ при погрешности результата $\Delta = \pm 0,0213$ мВ. Округление начинается с погрешности. После округления погрешность $\Delta = \pm 0,021$ мВ и результат измерения $U = 25,459$ мВ. Результат измерения с учетом погрешности запишется в виде $U' = (25,459 \pm 0,021)$ мВ. Если погрешность (при том же результате измерения) $\Delta = \pm 6,25$ мВ, то после округления $\Delta = \pm 6$ мВ, $U = 25$ мВ и результат измерения с учетом погрешности $U' = (25 \pm 6)$ мВ.

6. Если отбрасываемая цифра равна 5, а следующие за ней цифры отсутствуют или нули, то последнюю сохраняемую цифру числа не изменяют.

Если отбрасываемая цифра равна 5, а следующие за ней цифры отличны от нуля, то последнюю сохраняемую цифру числа увеличивают на единицу.

Примеры округления:

а) результат измерения $A = 625,47$; погрешность $\Delta A = \pm 7,24$. После округления: $\Delta A = \pm 7$; $A = 625$ и результат измерения с учетом погрешности $A' = (625 \pm 7)$;

б) результат измерения $B = 1055,53$; погрешность $\Delta B = \pm 5,29$. После округления: $\Delta B = \pm 5$; $B = 1056$ и результат измерения с учетом погрешности $B' = (1056 \pm 5)$;

в) результат измерения $C = 72,85$; погрешность $\Delta C = \pm 0,35$. После округления: $\Delta C = \pm 0,3$; $C = \pm U' = 72,8$ и результат измерения с учетом погрешности $C = (72,8 \pm 0,3)$. Остающиеся цифры в числе не изменяют.

2.2.9. ПРОСТЕЙШИЕ МЕТОДЫ ОБРАБОТКИ РЕЗУЛЬТАТОВ МНОГОКРАТНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ

Обработка результатов измерения производится в следующей последовательности:

1. Проводится многократное измерение, полученные результаты документируются. Получаемые значения физической величины отображаются в виде

$$X = (x_1, x_2, \dots, x_N).$$

2. Исключается систематическая ошибка путем введения поправки

$$C = -\Delta x_c,$$

при этом получается исправленный ряд наблюдений

$$x'_1, x'_2, \dots, x'_N.$$

3. Вычисляется среднее арифметическое значение \bar{x}

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x'_i.$$

4. Вычисляется отклонение результата i -го измерения от среднего арифметического значения

$$\alpha_i = x'_i - \bar{x}.$$

5. Вычисляется среднее квадратическое отклонение (СКО) результата измерения

$$\sigma_x = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N \alpha_i^2}.$$

6. Оценивается нормальность результата (промах) наблюдений. Для этого выбираются наибольшие отклонения и сравниваются с СКО

$$\alpha_{i \max} \leq 3\sigma_x.$$

Если это неравенство не выполняется, то результат измерений не засчитывается.

7. Если погрешность измерения подчиняются закону Гаусса, то вероятность появления погрешности в пределах кратного стандартного отклонения σ_x (доверительный интервал $\pm \sigma_x, \pm 2\sigma_x, \pm 3\sigma_x$)

$$P(\sigma_x) = 0,68; \quad P(2\sigma_x) = 0,95; \quad P(3\sigma_x) = 0,999.$$

Записываем результат вычислений $x = \bar{x} \pm \sigma_x$.

8. Если погрешность измерения подчиняются закону Стьюдента, то СКО отклонения результата измерения

$$\sigma_S = \sqrt{\frac{1}{N(N-1)} \sum_{i=1}^N (x'_i - \bar{x})^2}.$$

9. Вычисляется доверительный интервал ε , задаваясь доверительной вероятностью (например $P = 0,95$). По ее значению и количеству измерений N предварительно по таблице определяется коэффициент Стьюдента – t_S .

Значения коэффициента Стьюдента определяются в зависимости от принятой доверительной вероятности P и числа результатов наблюдений n , по таблице. Например, для $N = 4$ и $P = 0,95$ $t_S = 3,182$; $N = 5$ при $P = 0,95$ $t_S = 2,776$; для $N = 10$ $t_S = 2,262$; $n = 15$ $t_S = 2,145$ при той же $P = 0,95$.

$$\varepsilon = t_S \sigma_S .$$

Результат вычислений записывается следующим образом:

$$x = \bar{x} \pm \varepsilon, P = 0,95.$$

2.2.10. ОСНОВНЫЕ МЕТОДЫ ОБНАРУЖЕНИЯ И УСТРАНЕНИЯ ГРУБЫХ И СИСТЕМАТИЧЕСКИХ ПОГРЕШНОСТЕЙ

Обнаружение и устранения грубых погрешностей (промахов).

Выявление промахов необходимо провести до определения погрешностей измерений. Эта операция особенно целесообразна в том случае, если среди ряда измерений встречаются отдельные значения, резко отличные от других.

Промахи возникают, как правило, из-за неверных действий оператора, но могут также явиться результатом неисправности используемых средств измерений. Во всех случаях промахи не являются характеристикой измерений, и для предотвращения появления значительных искажений результатов их отбрасывают.

Для объективного решения вопроса о том, является ли промахом какой-либо результат измерения, применяются специальные методы. Наибольшее распространение получили два из них: *метод (критерий) 3 σ и табличный метод (критерий Смирнова–Греббса)*.

В основу метода 3 σ («три сигма») положено допущение, что результаты однократных измерений x могут отклоняться от их среднего арифметического значения \bar{x} не более чем на 3σ . Если же какой-либо результат однократного измерения $x_{\text{п}}$ отклоняется от \bar{x} более чем на 3σ , то $x_{\text{п}}$ – промах.

Метод 3 σ универсален и может быть использован при любом законе распределения рассматриваемых величин. Если закон распределения рассматриваемых величин неизвестен, то метод 3 σ формально применим, но при этом остается неизвестной доверительная вероятность, с которой выявляются промахи.

Для обнаружения промахов по методу 3σ необходимо выполнить следующие операции:

- 1) подсчитать среднее арифметическое значение ряда измерений \bar{x} ;
- 2) подсчитать среднее квадратическое отклонение σ ;
- 3) найти по абсолютной величине разность A между предполагаемым промахом x_n и средним арифметическим значением ряда измерений

$$A = |x_n - \bar{x}|;$$

- 4) провести сравнение полученной величины A с 3σ ;
- 5) если выполняется условие $A < 3\sigma$, то величина x_n не является промахом;
- 6) если условие $A < 3\sigma$ не выполняется, то x_n – промах и его следует отбросить.

Обнаружение и устранения систематических погрешностей.

Систематические погрешности средств измерений являются составляющими погрешности, которые в данном ряду измерений остаются постоянными или закономерно изменяются.

Следует отметить, что систематические погрешности (как и случайные) в различных точках шкалы одного и того же прибора или измерительного устройства могут быть различны. Поэтому после проведения исследований можно с уверенностью говорить о величине погрешностей лишь в выбранных точках шкалы прибора. Что касается интервалов между точками, то здесь обычно исходят из предположения, что от точки к точке погрешности прибора изменяются плавно (без скачков).

Оценка систематической погрешности проводится в следующей последовательности:

- в каждой из выбранных точек шкалы прибора определяется среднее арифметическое значение \bar{x} ;
- систематическая погрешность средства измерений Δ_c определяется в каждой из выбранных точек шкалы как разность между средним арифметическим \bar{x} и истинным значением измеряемой величины x_0 в этой точке

$$\Delta_c = \bar{x} - x_0.$$

Систематическая погрешность Δ_c может быть как положительной (при $\bar{x} > x_0$), так и отрицательной (при $\bar{x} < x_0$).

Истинное значение измеряемой величины x_0 , как правило, неизвестно, и вместо x_0 используется действительное значение измеряемой величины, за которое принимают показания образцовых средств измерений.

Систематическая погрешность, подсчитанная по формуле $\Delta_c = \bar{x} - x_0$, является абсолютной и имеет ту же размерность, что и измеряемая величина.

Кроме абсолютных значений, подсчитываются относительная δ_c и приведенная γ_c систематические погрешности:

$$\delta_c = \frac{\Delta_c}{x_0} 100\% \quad , \quad \gamma_c = \frac{\Delta_c}{x_N} 100\% \quad ,$$

где x_N – нормирующее значение (в большинстве случаев $x_N = x_K$); x_K – верхний предел шкалы прибора.

Относительная и приведенная погрешности выражаются обычно в процентах, но могут выражаться и в относительных величинах.

На рисунке 2.1 изображена числовая ось, на которой отложено истинное значение измеряемой величины x_0 и нанесены результаты измерений этой величины исследуемым средством измерений. В результате первого измерения получено значение x_1 , второго – x_2 , третьего – x_3 , и т.д. (на рис. 2.1 обозначены результаты только первых четырех измерений). На числовой оси отложены также величины x_{Π} и \bar{x} .

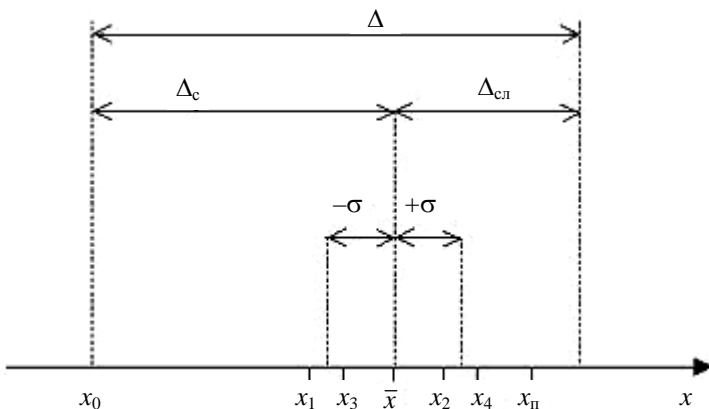


Рис. 2.1. Графическая интерпретация статических погрешностей средств измерений

На рисунке 2.1 представлены, кроме того, среднее квадратическое отклонение (σ), систематическая погрешность (Δ_c), случайная погрешность ($\Delta_{сл}$) и суммарная погрешность (Δ).

Таким образом, из приведенного рисунка следует, что систематическая погрешность является некоторой постоянно присутствующей средней величиной, но отнюдь не исчерпывает всех погрешностей измерительного устройства. Действительно, разность между результатами отдельных измерений и истинным значением измеряемой величины может превосходить систематическую погрешность (как, например, разности $x_2 - x_0$, $x_4 - x_0$ и т.д.), т.е. кроме систематической погрешности, явно видна погрешность случайная.

Устранение систематической погрешности может быть достигнуто путем введения поправки в измерение, размер которой равен абсолютной величине систематической погрешности, а знак – обратный знаку этой погрешности.

Для устранения постоянных систематических погрешностей применяют следующие методы компенсации, противопоставления, замещения, поверки.

Метод компенсации погрешности по знаку. Этот метод применяется для исключения известных по природе, но не известных по значению систематических погрешностей. При этом измерения проводят в два этапа, таким образом, чтобы погрешность Δ_c входила в результат измерения с противоположными знаками. При первом измерении результат записывается в виде

$$Y_1 = kX + \Delta_c .$$

При втором измерении $Y_2 = kX - \Delta_c .$

Тогда, полусумма этих результатов будет свободна от систематической погрешности, и результат измерения определяется как

$$Y = \frac{Y_2 + Y_1}{2} = kX .$$

Таким способом устраняется систематическая погрешность от действия внешних магнитных полей на измерительные механизмы, уменьшаются погрешности в компараторах, мостовых схемах и т.д.

Метод противопоставления (изменения знака выходной величины). Он основан на возможности изменений выходной величины при сохранении знака и величины систематической погрешности

$$\begin{aligned} Y_1 &= -kX + \Delta_c ; \\ Y_2 &= kX + \Delta_c ; \\ Y &= \frac{Y_2 - Y_1}{2} = kX . \end{aligned}$$

Этот метод используется для компенсации систематической погрешности в средствах измерения интегрирующего типа (например, в цифровых вольтметрах). Измерения также проводят в два этапа.

Метод замещения применим, если имеется регулируемая мера, выходная величина которой однородна с изменяемой величиной. Сначала измеряют неизвестную величину

$$X_{\text{д}} = X + \Delta_c .$$

Затем к СИ подключают образцовую меру и с ее помощью устанавливают такое значение меры, которое вызывает такое же показание индикатора СИ

$$X_{\text{д}} = X_0 + \Delta_0 .$$

Разница между значением меры и показанием индикатора СИ свидетельствует о наличии систематической погрешности. Наиболее широко этот способ используется при измерении R , C и L , например, с помощью мостовых схем переменного тока.

Метод проверки. Является общим для обнаружения систематической погрешности. Его суть заключается в сравнении показаний рабочего и образцового приборов. Систематическая погрешность определяется как разность показаний

$$\Delta_c = X_p - X_0 ,$$

где X_p , X_0 – результат измерения рабочим СИ и образцовым СИ соответственно. Результаты проверки позволяют выявить значение систематической погрешности, а поправку определить из графика поправок

$$C(X) = -\Delta_c(X) .$$

Затем при проведении измерений данным прибором систематическую погрешность, известную по величине и по знаку, исключают введением поправки, числовое значение которой равно значению

систематической погрешности и противоположно по знаку. Поправка вводится путем прибавления ее к результату измерения

$$X_{\text{д}} = X_{\text{п}} + C ,$$

где $X_{\text{д}}$ – исправленный результат измерения. Новый результат измерения называется «исправленным».

Следует отметить, что с применением микропроцессорной техники и автоматизацией процесса измерений удается автоматически производить коррекцию средств измерения и исключать систематические погрешности.

Точечные и интервальные оценки распределения случайных погрешностей. Погрешности средств измерений и измерительных каналов средств автоматизации могут быть выражены двумя различными способами: с помощью точечных оценок и с помощью интервальных.

К *точечным оценкам* относится среднее арифметическое значение \bar{x} (математическое ожидание погрешности) и среднеквадратическое отклонение σ .

В качестве *интервальной оценки* используют интервал погрешности $\pm \sigma$ или $\pm \epsilon$, который охватывает все возможные значения погрешности измерений с вероятностью P , которая называется *доверительной* или *надежностью* оценки погрешности.

Предел допускаемой погрешности можно рассматривать как точечную оценку или как интервальную для доверительной вероятности, равной единице.

Интервальная оценка является более гибкой, поскольку она позволяет указать погрешность измерений, в зависимости от того, какая требуется вероятность реализации этой погрешности для конкретных условий эксплуатации средства измерений.

Нормирование погрешностей и формы представления результатов измерений. Основными задачами нормирования погрешностей являются:

- выбор показателей, характеризующих погрешность;
- установление допускаемых значений этих показателей.

Решение этих задач определяется целью измерений и использованием результатов.

Если речь идет о контроле в пределах допуска, и нет информации о законах распределения параметра и погрешности, то достаточно ограничиться доверительным интервалом с доверительной вероятностью

стью. Эти показатели должны сопровождать результаты измерений тогда, когда дальнейшая обработка результатов не предусмотрена.

Для оценки погрешностей измерений выполняют следующие действия:

1. Устанавливают вид модели погрешности с ее характерными свойствами.
2. Определяют характеристики модели погрешности.
3. Оценивают показатели точности измерений по характеристикам модели.

Формы представления результатов измерений. Общая форма представления результата измерения включает:

- точечную оценку результата измерения;
- характеристики погрешности результата измерения (или их статистические оценки);
- указание условий измерений, для которых действительны приведенные оценки результата и погрешностей. Условия указываются непосредственно или путем ссылки на документ, удостоверяющий приведенные характеристики погрешностей.

В качестве точечной оценки результата измерения при измерении с многократными наблюдениями принимается среднее арифметическое значение результатов рассматриваемой серии.

Характеристики погрешности измерений можно указывать в единицах измеряемой величины (абсолютные погрешности) или в относительных единицах (относительные погрешности).

В нормативных документах рекомендованы следующие характеристики погрешностей измерений или статистической оценки:

- среднее квадратическое отклонение погрешности;
- среднее квадратическое отклонение случайной погрешности;
- среднее квадратическое отклонение систематической погрешности;
- нижняя граница интервала погрешности измерений;
- верхняя граница интервала погрешности измерений;
- нижняя граница интервала систематической погрешности измерений;
- верхняя граница интервала систематической погрешности измерений;
- вероятность попадания погрешности в указанный интервал.

Рекомендуемое значение вероятности $P = 0,95$.

Возможные характеристики погрешностей включают аппроксимации функции плотностей распределения вероятностей или статистические описания этих распределений. Функцию плотностей распреде-

ления вероятностей погрешности измерений считают соответствующей усеченному нормальному распределению, если есть основания полагать, что реальное распределение симметрично, одномодально, отлично от нуля на конечном интервале значений аргумента, и другая информация о плотности распределения отсутствует.

Если есть основания полагать, что реальное распределение погрешностей отлично от нормального, следует принимать какую-либо другую аппроксимацию функции плотностей распределения вероятностей. В таком случае принятая аппроксимация функции указывается в описании результата измерений, например: «трап.» (при трапециевидном распределении) или «равн.» (при равномерном).

В состав условий измерений могут входить: диапазон значений измеряемой величины, частотные спектры измеряемой величины или диапазон скоростей ее изменений; диапазоны значений всех величин, существенно влияющих на погрешность измерений, а также, при необходимости, и другие факторы.

Требования к оформлению результата измерений:

1) наименьшие разряды должны быть одинаковы у точечной оценки результата и у характеристик погрешностей;

2) характеристики погрешностей (или их статистические оценки) выражают числом, содержащим не более двух значащих цифр, при этом к оставляемой цифре второго разряда добавляется единица, если последующая (отбрасываемая) цифра неуказываемого младшего разряда больше нуля;

3) допускается характеристики погрешностей (или их статистические оценки) выражать числом, содержащим одну значащую цифру, при этом к цифре первого разряда добавляется единица (округление в большую сторону), если цифра неуказываемого младшего разряда равна или больше 5, а при цифре меньше 5, округление осуществляется в меньшую сторону.

Запись результатов. Результат измерения записывается в виде, определяемом формулой,

$$x = \bar{x} \mp \Delta ,$$

где x – истинное значение измеряемой величины.

При записи ошибки ее величину округляют до двух значащих цифр после запятой, если первая из них является единицей, и до одной значащей цифры во всех остальных случаях. Абсолютную ошибку эксперимента редко удастся определить с точностью лучше 20%. Округление от 0,14 до 0,1 изменяет величину погрешности на целых 40%, в то время как округление до 0,3 числа 0,26 или 0,34 изменяет ошибку менее чем на 15%.

При записи измеряемого значения последней должна указываться цифра того десятичного разряда, который использован при указании ошибки. Так, один и тот же результат, в зависимости от ошибки, запишется в виде: $5,4 \pm 0,4$; $5,45 \pm 0,05$.

Данное правило необходимо применять и в тех случаях, когда некоторые из цифр являются нулями. Если при измерении получен результат $x = 0,400 \pm 0,002$, то писать нули в конце числа 0,400 необходимо. Запись $x = 0,4$ означала бы, что о следующих значащих цифрах ничего неизвестно, в то время как показали измерения, они равны нулю.

Необходимая точность расчетов определяется тем, что расчет не должен вносить в измерения дополнительной ошибки. Обычно в промежуточных расчетах сохраняется лишний знак, который при записи окончательного результата будет отброшен.

Следует отметить, что многократное повторение измерения для исключения случайных ошибок имеет смысл только в том случае, когда ошибки отдельных измерений превышают ошибку, даваемую прибором. Обычно считают, что наибольшая ошибка измерительного прибора равна половине цены деления шкалы этого прибора. Если при повторных измерениях получается один и тот же результат, то это значит, что точность измерений приблизилась к точности прибора. В этом случае вместо абсолютных ошибок измерений берется ошибка измерительного прибора.

Правила внесения поправок в результаты измерений.

1. Определяют и исключают из результатов наблюдений известные систематические погрешности:

$$X_i = X_{i \text{ неиспр}} - \Delta_{ci},$$

где X_i – исправленный результат отдельного наблюдения; $X_{i \text{ неиспр}}$ – неисправленный результат отдельного наблюдения; Δ_{ci} – систематическая погрешность отдельного наблюдения.

2. Вычисляют среднее арифметическое значение $X_{\text{ср}}$ исправленных результатов группы наблюдений, принимаемое в качестве результата измерения,

$$X_{\text{ср}} = \sqrt{\sum_{i=1}^N \frac{X_i}{N}},$$

где N – количество наблюдений; X_i – результат отдельного наблюдения.

Если известно, что систематическая погрешность всех наблюдений постоянна, то удобнее сначала вычислить среднее арифметическое значение неисправленных наблюдений, а затем вычесть из него значение систематической погрешности

$$X_{\text{ср}} = X_{\text{ср неиспр}} - \Delta_c,$$

где

$$X_{\text{ср неиспр}} = \sqrt{\sum_{i=1}^N \frac{X_{i\text{неиспр}}}{N}}.$$

3. Рассеивание отдельных наблюдений относительно среднего значения оценивается по среднеквадратическому отклонению результатов наблюдений

$$\sigma = \sqrt{\sum_{i=1}^N \frac{(X_i - X_{\text{ср}})^2}{N-1}}.$$

Оценка σ является несмещенной и состоятельной.

Если имеется основание считать, что в результатах наблюдений могут быть грубые погрешности, необходимо произвести проверку на их наличие. При числе наблюдений от 20 до 50 можно воспользоваться критерием «трех сигм». Критерий может быть использован для результатов наблюдений, распределенных по нормальному закону. Поэтому, если $|X_i - X_{\text{ср}}| > 3\sigma$, то такой результат наблюдения можно считать промахом и его следует отбросить.

4. После проверки на отсутствие грубых погрешностей вычисляют оценки среднего квадратического значения результата измерения $\sigma_{\text{ср}}$

$$\sigma_{\text{ср}} = \sqrt{\sum_{i=1}^N \frac{(X_i - X_{\text{ср}})^2}{N(N-1)}}.$$

Оценка среднего квадратического отклонения результата измерения характеризует степень рассеивания результатов отдельных наблюдений относительно среднего арифметического значения.

Зная $\sigma_{\text{ср}}$, можно найти наибольшую возможную, или предельную погрешность $\Delta_{\text{пр}}$. Понятие предельного значения погрешности теоретически справедливо только для погрешностей, имеющих четко выраженные границы закона распределений. Для таких законов

(например, равномерного) можно указать такое значение $\pm\Delta_{\text{пр}}$, которое ограничивает возможные значения случайных погрешностей с обеих сторон от центра распределения. Для других законов распределений $\Delta_{\text{пр}}$ следует понимать как значение, выход за которое весьма маловероятен. Принято считать, что для нормального закона распределений $\Delta_{\text{пр}} = 3\sigma_{\text{ср}}$, так как при нормальном законе распределения вероятность того, что результат измерения отличается от истинного не более чем на $3\sigma_{\text{ср}}$, составляет чрезвычайно малое значение – 0,003, или 0,3%, и такой погрешностью можно пренебречь.

Можно определить также вероятное значение погрешности $\Delta_{\text{в}}$, которое соответствует доверительной вероятности 0,5, а это означает, что половина погрешностей превышает $\Delta_{\text{в}}$, а половина меньше его. Для нормального закона распределения $\Delta_{\text{в}} \approx 2/3\sigma_{\text{ср}}$.

Недостатком оценок в виде предельных и вероятных значений является то, что они не содержат информации о характере законов распределений случайных погрешностей. Например, при арифметическом суммировании предельных погрешностей получаемая сумма может значительно превысить действительные погрешности.

5. При суммировании составляющих неисключенной систематической погрешности результата измерения неисключенные систематические погрешности средств измерений каждого типа и погрешности поправок рассматривают как случайные величины. При отсутствии данных о виде распределения случайных величин их распределения принимают за равномерные.

Границы неисключенной систематической погрешности θ результата измерения вычисляют путем построения композиции неисключенных систематических погрешностей средств измерений, метода и погрешностей, вызванных другими источниками. При равномерном распределении неисключенных систематических погрешностей эти границы (без учета знака) можно вычислить по выражению

$$\theta = \sqrt{\sum_{i=1}^m \frac{\theta_i}{m}},$$

где θ_i – граница i -й неисключенной систематической погрешности; k – коэффициент, определяемый принятой доверительной вероятностью. Коэффициент k принимается равным 1,1 при доверительной вероятности $P = 0,95$.

При доверительной вероятности $P = 0,99$ коэффициент k принимается равным 1,4, если число суммируемых неисключенных систематических погрешностей более четырех ($m > 4$). Если же число суммируемых погрешностей равно четырем или менее четырех ($m < 4$), то коэффициент k определяют по графику зависимости.

Доверительную вероятность для вычисления границ неисключенной систематической погрешности принимают той же, что при вычислении доверительных границ случайной погрешности результата измерения.

2.2.11. ОЦЕНКА ПОГРЕШНОСТИ ПРЯМЫХ И КОСВЕННЫХ МНОГОКРАТНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ

Оценка погрешности прямых многократных измерений. При оценке погрешности прямых многократных измерений рекомендуется принять следующий порядок выполнения операций.

1. Проводятся измерения заданного физического параметра n раз в одинаковых условиях, и результаты записываются в таблицу.

2. Если результаты некоторых измерений резко отличаются по своему значению от остальных измерений, то они, как промахи, отбрасываются, если после проверки не подтверждаются.

3. Вычисляется среднее арифметическое \bar{x} из n одинаковых измерений. Оно принимается за наиболее вероятное значение измеряемой величины

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i .$$

4. Находятся абсолютные погрешности отдельных измерений $\Delta x_i = |x_i - \bar{x}|$.

5. Вычисляются квадраты абсолютных погрешностей отдельных измерений $(\Delta x_i)^2$.

6. Определяется средняя квадратичная ошибка среднего арифметического

$$S_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} .$$

7. Задается значение доверительной вероятности P . В лабораториях практикума принято задавать $P = 0,95$.

n	P				n	P			
	0,8	0,9	0,95	0,98		0,8	0,9	0,95	0,98
3	1,9	2,9	4,3	7,0	6	1,5	2,0	2,6	3,4
4	1,6	2,4	3,2	4,5	7	1,4	1,9	2,4	3,1
5	1,5	2,1	2,8	3,7	8	1,4	1,9	2,4	3,9

8. Находится коэффициент Стьюдента $t_{\alpha,n}$ для заданной доверительной вероятности α и числа произведенных измерений (см. табл.)

9. Определяется случайная погрешность

$$\Delta x = t_{\alpha,n} S_{\bar{x}}.$$

10. Определяется суммарная погрешность

$$\Delta_{\Sigma} x = \sqrt{\delta x^2 + \Delta x^2},$$

где δx – приборная погрешность; Δx – случайная погрешность.

11. Оценивается относительная погрешность результата измерений

$$E = \frac{\Delta_{\Sigma} x}{\bar{x}} 100\% .$$

12. Записывается окончательный результат в виде

$$\mu = \bar{x} \pm \Delta_{\Sigma} x, \text{ с } \alpha = \dots, E = \dots\%.$$

Окончательный результат измерений рекомендуется представлять в следующем виде:

$$\mu = \bar{x} + \Delta_{\Sigma} x, P = \dots, E = \dots .$$

Следует иметь в виду, что сами формулы теории ошибок справедливы для большого числа измерений. Поэтому значение случайной, а, следовательно, и суммарной погрешности определяется при малом n с большой ошибкой. При вычислении Δx при числе измерений $n \leq 10$ рекомендуется ограничиваться одной значащей цифрой, если она больше 3, и двумя, если первая значащая цифра меньше 3. Например, если $\Delta x = 0,042$, то отбрасываем 2 и пишем $\Delta x = 0,04$, а если $\Delta x = 0,123$, то пишем $\Delta x = 0,12$.

Число разрядов результата и суммарной погрешности должно быть одинаковым. Поэтому среднее арифметическое погрешности вычисля-

ется, вначале на один разряд больше, чем измерение, а при записи результата – его значение уточняется до числа разрядов суммарной ошибки.

Оценка погрешности косвенных многократных измерений.
При оценке погрешности косвенных многократных измерений $y = f(x_1, x_2, \dots, x_m)$, являющейся функцией других независимых величин x_1, x_2, \dots, x_m , можно использовать два способа.

Первый способ используется, если величина y определяется при различных условиях опыта. В этом случае для каждого из значений x_1, x_2, \dots, x_m вычисляется $y_i = f_i(x_1, x_2, \dots, x_m)$, а затем определяется среднее арифметическое из всех значений y_i :

$$\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i .$$

Систематическая (приборная) погрешность находится на основании известных приборных погрешностей всех измерений по формуле. Случайная погрешность в этом случае определяется как ошибка прямого измерения.

Второй способ применяется, если данная функция y определяется несколько раз при одних и тех же измерениях. В этом случае величина $y = f(x_1, x_2, \dots, x_m)$ рассчитывается по средним значениям x_1, x_2, \dots, x_m . Систематическая (приборная) погрешность, как и при первом способе, находится на основании известных приборных погрешностей всех измерений по формуле

$$\delta y = \sqrt{\sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \delta x_i \right)^2} ,$$

где δx_i – приборные ошибки прямых измерений величины x_i ; $\frac{\partial f}{\partial x_i}$ – частные производные функции по переменной x_i .

Для нахождения случайной погрешности косвенного измерения вначале рассчитываются средние квадратичные ошибки среднего арифметического отдельных измерений. Затем находится средняя квадратичная ошибка величины y . Задание доверительной вероятности α , нахождение коэффициента Стьюдента $t_{\alpha, n}$, определение случайной и суммарной ошибок осуществляются так же, как и в случае прямых измерений. Аналогичным образом представляется результат всех расчетов в виде

$$\mu = \bar{y} \pm \Delta_{\Sigma} y , \text{ с } P = \dots E = \dots \% .$$

2.3. МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ АТТЕСТАЦИЯ МЕТОДИК РЕШЕНИЯ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ ЗАДАЧ

Для решения измерительных задач на предприятии применяются так называемые методики выполнения измерений. *Под методикой выполнения измерений* понимается совокупность конкретно описанных действий, выполнение которых позволит получить результаты, выраженные в принятых единицах измерений.

Методики выполнения измерений разрабатываются в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р 8.563 [25] и применяются в целях обеспечения измерений с погрешностью, не превышающей нормы погрешности или прописанной характеристики погрешности (неопределенности). В зависимости от сферы применения и сложности содержания, методики измерений представляются:

- в виде отдельного документа, оформляемого по образцу стандарта, инструкции, рекомендации и т.п.;
- в виде составной части раздела или части документа (раздела стандарта, технических условий, конструкторского или технологического документа и т.п.).

Основная цель метрологической аттестации методики выполнения измерений заключается в подтверждении возможности выполнения измерений в соответствии с процедурой, регламентированной в документе на методику, с характеристиками погрешности (неопределенностью) измерений, не превышающими указанных в документе.

Аттестацию методики выполнения измерений осуществляют метрологические службы предприятий (организаций), разрабатывающих или применяющих методику. Если методика применяется в сфере распространения государственного метрологического контроля и надзора, то метрологическая служба должна быть аккредитована на право проведения аккредитации.

2.3.1. ОСНОВЫ ОРГАНИЗАЦИИ РАЗРАБОТКИ МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Разработку методики выполнения измерений осуществляют на основе технического задания, в котором должны быть изложены следующие основные исходные данные:

- назначение методики;
- требования к точности измерений;
- условия выполнения измерений – номинальные значения влияющих факторов и допустимые отклонения от них.

Техническим заданием может устанавливаться форма представления методики (разработка стандарта или другого документа) [32]. Кроме перечисленных исходных данных, для разработки могут учитываться и другие требуемые параметры измерения, которые, как правило, излагаются в технических условиях, отчетах о научно-исследовательской работе и других документах. В этих документах перечисляются позиции, подлежащие раскрытию в методике выполнения измерений:

- нормы погрешности (неопределенности) измерений и(или) приписанные характеристики погрешности (неопределенности) измерений;
- требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам;
- операции по подготовке к выполнению измерений;
- операции обработки и вычислений результатов измерений;
- процедуры и периодичность контроля точности получаемых результатов;
- требования к оформлению результатов измерений;
- требования к квалификации операторов;
- требования к обеспечению безопасности выполняемых работ;
- требования к обеспечению экологической безопасности;
- другие требования и операции (при необходимости).

В назначении методики должны быть представлены следующие сведения:

- область применения (раскрывается объект измерений), а также область использования (перечисляются предприятие или сеть отраслевых лабораторий);
- наименование измеряемой величины. При измерении величин, не установленных ГОСТ 8.417 [4], должны быть указаны развернутые определения этих величин, либо приводятся ссылки на нормативные документы;
- характеристики измеряемой величины.

Требования к точности измерений устанавливаются с учетом всех ее составляющих – методической, инструментальной, вносимой оператором, возникающей при влиянии внешних и внутренних факторов.

Условия измерений задаются в виде номинальных значений и(или) границ диапазонов возможных значений влияющих величин. При необходимости указываются предельные скорости изменений или другие характеристики влияющих величин, а также ограничения на продолжительность измерений.

Разработка методики выполнения измерений. Процесс разработки методики выполнения измерений может быть разделен на ряд этапов, в ходе которых выполняются следующие действия:

1. Формулирование измерительной задачи и описание измерительной величины, а также предварительный отбор из имеющихся возможных методов решения измерительной задачи.

2. Выбор метода и средств измерений, вспомогательных и других технических средств.

Методы и средства измерений выбирают в соответствии с действующими документами по выбору методов и средств измерений данного вида. Если методика предназначена для использования в сфере распространения государственного метрологического контроля и надзора, то типы средств измерений должны быть утверждены Госстандартом России.

3. Установление последовательности и содержания операций выполняемых:

- при подготовке и выполнении измерений;
- в ходе обработки промежуточных результатов;
- при производстве вычислений окончательных результатов измерений.

4. Организация и проведение эксперимента по оценке:

– показателей точности разработанной методики для установления приписных характеристик погрешности (неопределенности) измерений;

– характеристик составляющих погрешности. Кроме того, проводится экспериментальная апробация установленного алгоритма выполнения измерений.

Планирование экспериментов по оценке характеристик систематической и случайной составляющих погрешности методики выполнения измерений осуществляется в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р 5725 [27 – 32].

5. Установление приписной характеристики погрешности (неопределенности) измерений, а также характеристик, составляющих погрешности с учетом требований регламентирующих документов на разработку методики.

6. Разработка процедур и установление нормативов контроля точности и стабильности получаемых результатов измерений. Методы контроля стабильности результатов измерений в пределах лаборатории изложены в ГОСТ Р 5725–6 [32].

7. Проведение метрологической экспертизы документа на методику выполнения измерений.

Документы на методики выполнения измерений, не используемые в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора, подвергаются метрологической экспертизе в порядке, установленном в отрасли или на предприятии.

Документы на МВИ, предназначенные для применения в сфере обороны и безопасности, подлежат метрологической экспертизе в 32 Государственном научно-исследовательском испытательном институте (далее – 32 ГНИИИ) Минобороны России.

Метрологическую экспертизу документов на МВИ не проводят, если аттестация МВИ выполнена одним из государственных научных метрологических центров или 32 ГНИИИ Минобороны России.

8. Осуществление аттестации методики выполнения измерений.

9. Утверждение проекта документа на методику выполнения измерений в установленном порядке.

2.3.2. СОДЕРЖАНИЕ МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Методики выполнения измерений должны включать следующие обязательные разделы:

1. Назначение методики и область ее применения.
2. Показатели точности измерений.
3. Условия измерений.
4. Реализуемый метод измерений.
5. Применяемые средства измерений, стандартные образцы, вспомогательные устройства, материалы, реактивы.
6. Требования безопасности, охраны окружающей среды.
7. Требования к квалификации операторов.
8. Подготовка к выполнению измерений.
9. Приемы выполнения измерений.
10. Обработка результатов измерений.
11. Оформление результатов измерений
12. Контроль точности результатов измерений.
13. Приложения (справочные данные, схемы и др.).

2.3.3. ПРОЦЕДУРЫ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИК ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

«Измерения, относящиеся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, должны выполняться по аттестованным методикам (методам) измерений, за исключением методик (методов) измерений, предназначенных для выполнения прямых измерений...» [1].

Аттестация методик выполнения измерений является одной из форм государственного регулирования в области обеспечения измерений. Необходимость метрологической аттестации методик выполнения измерений обусловлена тем, что точность косвенных измерений зависит не только от метрологических характеристик применяемых средств измерений, но и от метода, процедуры и условий измерения, а также от профессиональной подготовки оператора.

Под аттестацией методик выполнения измерений понимается проведение исследований для подтверждения соответствия методик измерения установленным метрологическим требованиям.

На основании Федерального закона [1] для метрологической практики соответствующим приказом [28] введены новые виды методик измерений:

- референтные методики измерений (РМИ);
- первичные референтные методики измерений (ПРМИ).

К референтным методикам измерения относятся аттестованные методики измерений, применяемые для оценки правильности результатов измерений одних и тех же величин, полученных с использованием других методик измерений.

К первичным референтным методикам измерений относятся референтные методики измерений, позволяющие получать результаты измерений без прослеживаемости. Первичная референтная методика измерений, находящаяся в федеральной собственности, является государственной ПРМИ. Нововведение отражает тенденцию к распространению принципа прослеживаемости на измерения в химии. В силу особенностей этих измерений акцент переносится с иерархии эталонов на иерархию, реализуемых на универсальном оборудовании.

Аттестация методик выполнения измерений проводится в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р 8.563 [25] не зависимыми от разработчика метрологами, аккредитованными в соответствии с законодательством Российской Федерации.

На аттестацию методики выполнения измерений разработчик представляет следующие документы:

- исходные требования (данные на разработку) к методике;
- готовый проект документа, содержащий описание методики;
- технический отчет о разработке – программу и результаты оценивания показателей точности измерений, включая материалы теоретических и(или) экспериментальных исследований.

В ходе аттестации изучаются представленные документы, особое внимание уделяется проведенным теоретическим и экспериментальным исследованиям, а также оформлению результатов. Аттестация часто представляет собой итерационный процесс, заключающийся

в том, что разработчики корректируют те или иные положения проекта документа, регламентирующего методику, на основании замечаний метролога.

При проведении аттестации методики проводится исследование и подтверждение соответствия установленным требованиям:

- методик измерений – их целевому назначению, т.е. обеспечению измерения свойств объекта;
- условий выполнения измерений требованиям к применению данной методики измерений;
- показателей точности измерений установленным метрологическим требованиям;
- используемых для реализации методики измерений аттестованных эталонов, средств и единиц измерения, стандартных образцов утвержденного типа;
- записи результатов измерений;
- форм представления результатов измерений.

К основным критериям аттестации методики выполнения измерений относятся:

- полнота изложения требований и описания в документе на методику;
- наличие и обоснованность показателей точности;
- соответствие требованиям нормативно-правовых документов в области обеспечения единства измерений.

Положительные результаты аттестации оформляются Свидетельством об аттестации методики, в котором отражаются:

- выводы о соответствии документированной методики метрологическим требованиям;
- указываются метрологические характеристики методики и нормативы контроля точности измерений.

К Свидетельству об аттестации методики измерений прилагают бюджет неопределенности (структуру суммарной погрешности), а также протокол дополнительных экспериментальных исследований.

2.4. МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ ЭКСПЕРТИЗА ТЕХНИЧЕСКОЙ ДОКУМЕНТАЦИИ

В содержании названия главы включены два понятия, которые требуют особого рассмотрения и разъяснения. К ним относятся, что подвергать экспертизе – техническую документацию, и каким образом, выполнять действия по экспертизе – в данном случае метрологической экспертизе.

2.4.1. ПОНЯТИЕ «ТЕХНИЧЕСКАЯ ДОКУМЕНТАЦИЯ»

Понятие техническая документация трактуется в разных отраслях деятельности в соответствии с потребностью и решаемыми задачами.

Например, в Рекомендациях на разработку и постановку продукции на производство [16] понятие техническая документация представлена как «Совокупность документов, необходимая и достаточная для непосредственного использования на каждой стадии жизненного цикла продукции». К ней относятся *конструкторская* и *технологическая документация*, *техническое задание на разработку продукции* и т.д. В то же время техническая документация разделяется на исходную, проектную, *рабочую*, информационную.

Техническая документация на военную технику «Совокупность документов, создаваемых для непосредственного использования их на различных стадиях жизненного цикла военной техники» [18].

Основными видами технической документации на военную технику являются:

- нормативно-технические документы системы общих технических *требований* Министерства обороны, тактико-технические (технические) задания, *правила*, нормы, методические указания, *инструкции* и другие документы, утверждаемые в установленном порядке;

- конструкторская документация, определяющая назначение, устройство и принцип действия *изделия*, а также содержащая необходимые данные для его *разработки*, изготовления, *контроля*, *приемки*, *эксплуатации* (применения) и *ремонта*;

- технологическая документация, содержащая требования к *производственному процессу* и *средствам технологического оснащения*, а также устанавливающая *трудоемкость* каждой технологической операции;

- программная документация, включающая сведения, необходимые для разработки, изготовления, эксплуатации и *сопровождения программного изделия*.

В ГОСТ Р 54089–2010 дано краткое и емкое определение технической документации – «Совокупность конструкторской и технологической документации, используемой для изготовления, *испытания*, *эксплуатации* и *ремонта изделия*» [17].

Обобщенный перечень основных документов включаемых в состав технической документации в различных сферах деятельности представлен в прил. ПЗ.

2.4.2. ПОНЯТИЕ «МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ ЭКСПЕРТИЗА ТЕХНИЧЕСКОЙ ДОКУМЕНТАЦИИ»

В отличие от понятия «техническая документация», понятие «метрологическая экспертиза» в различных руководящих документах трактуется однозначно. «Метрологическая экспертиза технической документации – это анализ и оценка технических решений по выбору параметров, подлежащих измерению, установлению норм точности измерений и обеспечению методами и средствами измерений процессов разработки, изготовления, испытаний и применения продукции».

Метрологическая экспертиза входит составной частью в комплекс процессов метрологического обеспечения производства продукции. В свою очередь метрологическое обеспечение представляет собой комплекс организационных мероприятий и технологических операций, направленных на установление и применение научных основ, технических средств, правил и норм для обеспечения единства измерений с заданной точностью.

2.4.3. ЦЕЛЬ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ ЭКСПЕРТИЗЫ ТЕХНИЧЕСКОЙ ДОКУМЕНТАЦИИ

В рамках комплекса задач метрологического обеспечения метрологическая экспертиза технической документации проводится в целях исключения значительных издержек, вызванных метрологическими несоответствиями продукции, на стадии разработки технической документации.

Конкретные цели метрологической экспертизы определяются назначением и содержанием технической документации. Например, конкретная цель метрологической экспертизы чертежей простейших деталей заключается в обеспечении достоверности измерительного контроля с оптимальными значениями вероятностей брака контроля 1-го и 2-го рода [19].

Метрологическая экспертиза изделий вооружения и военной техники проводится в целях определения соответствия метрологического обеспечения изделий установленным техническим требованиям и повышения его эффективности, обеспечения качества, боевой готовности и эффективности применения [20].

2.4.4. ЗАДАЧИ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ ЭКСПЕРТИЗЫ ТЕХНИЧЕСКОЙ ДОКУМЕНТАЦИИ

Задачи метрологической экспертизы технической документации конкретизируются в зависимости от организации производства и подлежащей изготовлению продукции. В ГОСТ РВ 8.573–2000 определены следующие задачи [20]:

1. Оценка обоснованности состава измеряемых и контролируемых параметров, допустимых пределов их изменения (значений допускаемых отклонений).

2. Оценка обеспечения возможности контроля параметров в процессе изготовления, испытаний и эксплуатации изделий с помощью заданных измерительных систем, средств измерений и контроля (контролепригодности изделий).

3. Оценка правильности выбора и применения для заданных условий измерительных систем:

- средств измерений и контроля с учетом обеспечения заданных в технических заданиях (тактико-технических заданиях) требований к точности измерений и достоверности контроля параметров;

- схем передачи размеров единиц физических величин;

- возможности применения и соблюдения установленной периодичности поверки средств измерений;

- периодичности технического обслуживания средств измерения изделия;

- соответствия разрешенных для применения средств измерения утвержденной номенклатуре.

4. Установление технико-экономической целесообразности разработки и применения измерительных систем, средств измерений и контроля для испытаний и эксплуатации изделий.

5. Определение необходимости создания эталонов для обеспечения поверки средств измерений.

6. Оценка правильности организации метрологического обеспечения испытаний.

7. Определение соответствия метрологического обеспечения изделия требованиям, заданным в ТТЗ (ТЗ) на разработку (модернизацию) изделия, а также требованиям действующих нормативных документов.

В документации, по которой изготавливается выпускаемая продукция, требования к используемым сырью, материалам, комплектующим изделиям, параметрам технологических процессов, свойствам

готовой продукции, ее надежности и долговечности выражаются количественными показателями. Перечисленные показатели подлежат измерению с помощью средств измерений и контроля на всех стадиях производства, испытаний и эксплуатации продукции.

Документированная измерительная информация должна с необходимой точностью и достоверностью отражать свойства веществ, материалов и изделий, характер технологических процессов, качество и количество выпускаемой продукции. Качество получаемой измерительной информации (правильности, повторяемости, воспроизводимости) существенно влияет на правильность принятия управленческих решений.

Получение объективной информации об измеряемом показателе качества продукции зависит от следующих факторов:

- выработки и регламентации требований к измеряемому (контролируемому) параметру;
- правильного выбора средств измерений;
- качества разработки или выбора стандартных методик выполнения измерений, обеспечивающих требуемую точность;
- соблюдения комплекса метрологических правил получения, обработки и документирования результатов измерений. Материалы проверок органов государственного надзора за стандартами и средствами измерений свидетельствуют, что свыше 60% выпуска не соответствующей требованиям качества продукции происходит по причине несоблюдения метрологических правил. Значительная доля нарушений метрологических правил вносится в нормативную и другую техническую документацию на стадии разработки продукции.

Метрологическая экспертиза, будучи неотъемлемой частью технологической подготовки производства, является, по существу, ее первым этапом, и без нее невозможен объективный и достоверный контроль. Поэтому разработанная в процессе подготовки производства техническая документация, регламентирующая нормы точности, методы, средства и условия измерений, порядок обработки результатов измерений, должна быть подвергнута метрологической экспертизе.

Результаты метрологической экспертизы технической документации будут активно воздействовать на правильность принимаемых решений по метрологическому обеспечению на жизненном цикле изделия, а также способствовать управлению процессом освоения, создания и производства изделий.

Исходя из изложенного выше материала, задачи метрологической экспертизы технической документации в расширенном виде могут быть представлены следующим образом:

1. Определение оптимальной номенклатуры измеряемых параметров при контроле в целях обеспечения эффективности производства и достоверности результатов контроля качества и взаимозаменяемости.

2. Установление соответствия показателей точности измерений требованиям эффективности и достоверности контроля и взаимозаменяемости.

3. Оценка обеспечения конструкцией изделия возможности контроля необходимых параметров в процессе изготовления, испытания, эксплуатации и ремонта изделий.

4. Установление соответствия показателей точности измерений требованиям обеспечения оптимальных режимов технологических процессов.

5. Выявление возможности преимущественного применения унифицированных, автоматизированных средств измерений, обеспечивающих получение заданной точности измерений и необходимой производительности.

6. Установление правильности выбора средств и методик выполнения измерений и контроля.

7. Установление полноты и правильности требований к средствам измерений и методикам выполнения измерений.

8. Оценка обеспечения применяемыми средствами измерений минимальных трудоемкости и себестоимости контрольных операций при заданной точности.

9. Установление преимущественного применения стандартизованных или наличия аттестованных методик выполнения измерений.

10. Оценка соответствия производительности технологического оборудования.

11. Определение целесообразности обработки результатов измерений с помощью специальных программ, наличия стандартных или специальных программ обработки и соответствия требованиям, предъявляемым к обработке результатов измерений, а также к формам документирования результатов измерений, контроля и испытаний.

12. Установление правильности наименований и обозначений физических величин.

13. Установление правильности указаний по организации и проведению измерений для обеспечения безопасности труда.

2.4.5. ВИДЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ ЭКСПЕРТИЗЫ ТЕХНИЧЕСКОЙ ДОКУМЕНТАЦИИ

Метрологическая экспертиза технической документации носит обязательный (обязательная метрологическая экспертиза) или добровольный характер (добровольная метрологическая экспертиза) [1].

Обязательная метрологическая экспертиза технической документации проводится специально аккредитованными центрами метрологии и сертификации. Она организуется, если к продукции предъявляются требования в рамках технического регулирования [2].

Добровольная метрологическая экспертиза технической документации проводится силами специалистов предприятия и направлена на установление обоснованности требований предприятия к ведению документации.

2.4.6. ОРГАНИЗАЦИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ ЭКСПЕРТИЗЫ ТЕХНИЧЕСКОЙ ДОКУМЕНТАЦИИ НА ПРЕДПРИЯТИИ

В основе организации метрологической экспертизы технической документации лежат принципы метрологического контроля, которые применяют эксперты в своей деятельности.

Метрологический контроль осуществляют путем проверки технической документации на соответствие конкретным метрологическим требованиям, установленным в нормативных документах (стандартах, технических условиях, договорах и др.). Например, проверка на соответствие применяемых в стране единиц измерения [22], а также наименований и обозначений, указанных в технической документации единиц измеряемых величин или проверка методик измерения на точность (правильность, прецизионность) [23].

Решения экспертов по результатам метрологического контроля имеют обязательный характер для разработчика технической документации.

При организации метрологической экспертизы технической документации на предприятии выполняют комплекс следующих мероприятий:

- 1) назначение подразделения, специалисты которого проводят метрологическую экспертизу;
- 2) разработку порядка проведения метрологической экспертизы на конкретном предприятии и документирование его содержания;
- 3) планирование метрологической экспертизы;
- 4) определение и назначение экспертов;

5) подготовку экспертов и повышение их квалификации;

6) формирование комплекта документов и справочных материалов, необходимых для проведения метрологической экспертизы.

Формы организации метрологической экспертизы технической документации, применяемые на практике, различаются задействованным количеством специалистов. К типовым формам можно отнести проведение метрологической экспертизы следующими силами:

– экспертов-метрологов метрологической службы предприятия.

Эта форма организации метрологической экспертизы предпочтительна при сравнительно небольших объемах разрабатываемой технической документации;

– специально подготовленных экспертов из числа разработчиков документации в конструкторских, технологических, проектных и других подразделениях предприятия. Эта форма предпочтительна при больших объемах разрабатываемой технической документации;

– специально создаваемой комиссии, в которую включаются группы специалистов. Комиссия осуществляет свою деятельность при разработке технической документации, а также при приемке технических (эскизных, рабочих) проектов сложных изделий, технологических объектов или систем управления;

– группы или отдельных специалистов, привлекаемых к проведению метрологической экспертизы по договору.

2.4.7. ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ ЭКСПЕРТИЗЫ ТЕХНИЧЕСКОЙ ДОКУМЕНТАЦИИ

Порядок проведения метрологической экспертизы технической документации зависит от вида экспертизы – обязательной или добровольной. Продукция (виды объектов), требования к которой имеют обязательный характер [3], ее технические документы подвергаются метрологической экспертизе в первую очередь.

Конкретный порядок проведения метрологической экспертизы технической документации на предприятии устанавливается соответствующим документом, в котором определяется:

– техническая документация на номенклатуру продукции (виды объектов), подлежащая метрологической экспертизе;

– конкретные виды технических документов на конкретных этапах их разработки, а также порядок представления технической документации на метрологическую экспертизу;

– подразделения или лица, привлекаемые к проведению метрологической экспертизы;

- порядок рассмотрения разногласий, возникающих при проведении метрологической экспертизы;
- порядок оформления результатов метрологической экспертизы;
- права и обязанности экспертов;
- планирование метрологической экспертизы;
- порядок проведения внеплановой метрологической экспертизы.

Из перечня следует, что в документе, устанавливающем порядок и методику проведения метрологической экспертизы, не указываются требования к метрологическому обеспечению и метрологические требования к технической документации.

К проведению метрологической экспертизы технической документации привлекаются имеющие опыт работы в интересующей области, прошедшие подготовку и аттестованные специалисты, которые:

- четко представляют свои функции. Они не должны заменять конструктора, технолога, проектировщика при разработке технической документации. Ответственность, за полноту и качество отработки технической документации несет исключительно разработчик;

- осознают ответственность за правильность и объективность формирования заключений по результатам метрологической экспертизы технической документации;

- уяснили задачи метрологической экспертизы технической документации, обладают навыками решения практических задач, умеют выделить приоритетные вопросы при рассмотрении конкретных документов;

- хорошо представляют содержание конструкторских и технологических документов различных видов на конкретную продукцию, состав и содержание проектной документации (особенно, в части требований к точности измерений, методикам контроля и испытаний продукции и ее составных частей, применяемым средствам измерений);

- усвоили основные метрологические правила, ориентируются в метрологических документах, относящихся к разрабатываемым объектам;

- систематически повышают квалификацию.

Принципиальная схема этапов проведения метрологической экспертизы технической документации на стадиях жизненного цикла изделия представлена на рис. 2.2. Объекты технической документации и их элементы, подлежащие проверке, представлены в прил. П4.

При рассмотрении технического задания целью экспертизы является оценка полноты и обоснованности задания требованиям по метрологическому обеспечению разработки, испытаний, производства и эксплуатации изделия.

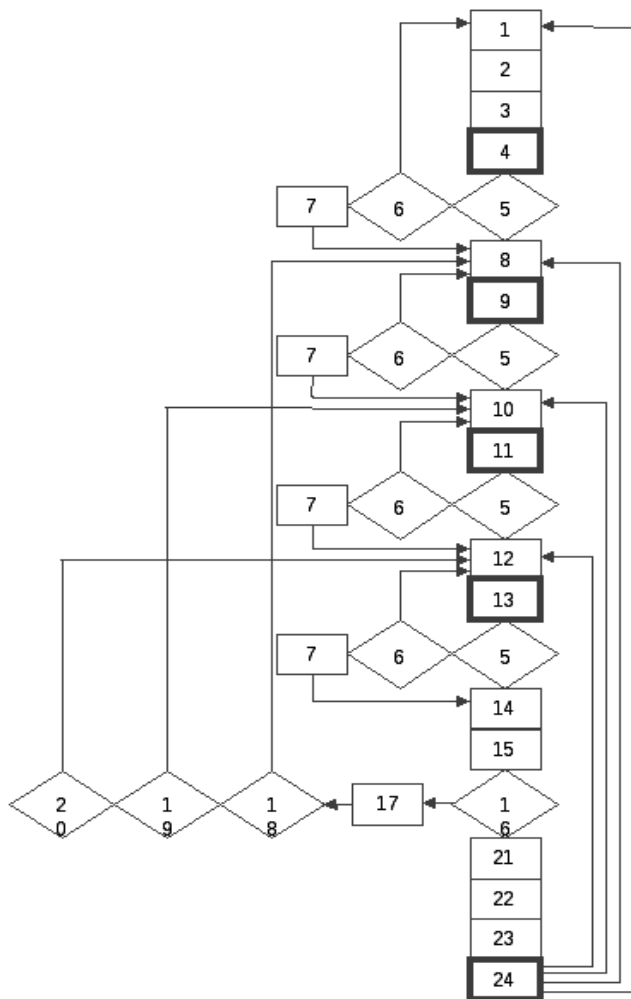


Рис. 2.2. Алгоритм проведения метрологической экспертизы на стадиях жизненного цикла изделия

Обозначения этапов:

- 1, 2, 3. Разработка технического задания.
- 4. Метрологическая экспертиза технического задания.**
- 5. Наличие замечаний по результатам метрологических экспертизы.
- 6. Замечания устранимы в рамках данного проекта.
- 7. Устранение замечаний разработчиком.

8. Разработка эскизного проекта.

9. Метрологическая экспертиза эскизного проекта.

10. Разработка конструкторской документации.

11. Метрологическая экспертиза конструкторской документации.

12. Разработка технологической документации.

13. Метрологическая экспертиза технологической документации.

14. Производство опытного образца.

15. Испытание опытного образца.

16. Результаты испытаний соответствуют требованиям, заданным в техническом задании.

17. Дифференциация причин несоответствий.

18. Несоответствие эскизного проекта.

19. Несоответствие конструкторской документации.

20. Несоответствие технологической документации.

21. Постановка на производство.

22. Производство.

23. Эксплуатация.

24. Периодическая метрологическая экспертиза документации в соответствии с изменяющимися требованиями потребителя и нормативной документации.

При проведении метрологической экспертизы технического задания должно быть предусмотрено решение следующих задач:

– оценка полноты и обоснованности задания требованиям к измеряемым (контролируемым) параметрам изделия и их допустимым отклонениям;

– оценка обоснованности требований к точности определения параметров изделия, заданных в техническом задании;

– оценка требований к методикам выполнения измерений и методам контроля;

– оценка требований к контролепригодности изделия;

– оценка полноты задания требованиям к метрологическому обеспечению испытаний изделия;

– оценка обоснованности требований к показателям метрологического обеспечения;

– оценка требований к измерительным системам, средствам измерений и контроля;

– оценка требований к возможности поверки и ремонта измерительной системы, средств измерений и контроля изделия в условиях эксплуатации.

На стадии эскизного проекта целью экспертизы является оценка конструктивно-технических решений в части выполнения заданных в техническом задании требований.

Метрологическая экспертиза эскизного проекта решает задачи:

- оценка обоснованности технических решений, обеспечивающих получение заданных в техническом задании характеристик погрешности измерений параметров изделия;
- оценка обоснованности состава параметров, подлежащих измерению при изготовлении, испытании, эксплуатации изделия;
- оценка применения стандартизованных или аттестованных методик выполнения измерений.

На стадии конструкторской документации и предварительных испытаний опытного образца цель экспертизы – оценка соответствия конструкторской документации и экспериментальных данных требованиям метрологического обеспечения и техническому заданию.

Решаемые задачи:

- оценка обоснованности номенклатуры средств измерений и контроля, необходимых для обслуживания изделия в условиях эксплуатации, правильности выбора межповерочных интервалов средств измерений;
- оценка соответствия параметров средств измерений и контроля техническим и эксплуатационным требованиям к ним, включая соответствие заданным характеристикам погрешности измерений и показателям достоверности контроля.

На стадии постановки на производство целью экспертизы является обеспечение требуемого качества изготовления изделий.

Задачи метрологической экспертизы на стадии постановки на производство изделия:

- оценка обоснованности установленных в технологической документации значений контролируемых параметров;
- оценка правильности выбора и назначения в технологических процессах методов и средств измерений;
- анализ фактических значений погрешностей измерений;
- оценка соответствия производительности операций и контроля производительности технологического процесса.

Целью метрологической экспертизы на стадии эксплуатации изделия является оценка эффективности метрологического обеспечения и его влияния на эффективность применения продукции. Метрологическую экспертизу на стадии эксплуатации выполняют министерства по отрасли или головные предприятия.

Независимо от отрасли производства сохраняется общепризнанный порядок проведения метрологической экспертизы. Многолетняя практика показала, что данный порядок является наиболее целесообразным и позволяет эксперту последовательно и объективно решать задачи метрологической экспертизы.

Качество метрологического обеспечения разрабатываемой документации зависит в равной степени от разработчика и эксперта. Заложенные во время разработки технической документации параметры метрологического обеспечения совершенствуются при метрологической экспертизе.

Представленный на рис. 2.1, порядок проведения экспертизы технической документации показывает, что эксперт должен давать рекомендации по метрологическому обеспечению разработчику. Замечания эксперта, которые невозможно исправить ввиду экономических или технических ограничений, устраняются после обоюдного согласования разработчика с заказчиком.

Типовые ошибки в конструкторской и технологической документации, как правило, излагаются в документации различных отраслей промышленности. В рамках данной главы раскрыть их невозможно, поэтому далее перечисляются наиболее часто встречающиеся метрологические ошибки, которые могут быть характерными для разных отраслей производства.

Метрологические ошибки в конструкторской документации.

1. Не выполняются требования нормативных документов в части указания допустимой погрешности измерения для параметров, заданных терминами «не более» «не менее». Необходимо указывать допустимую погрешность измерения.

2. Неверно применяется термин «истинный» при задании радиусов, имея в виду размер в нормальном сечении.

3. При задании параметров, контролируемых по контрольным образцам, должны указываться допуски, а не просто указываться, например «Размер 1 по контрольному образцу».

4. Необоснованно задаются технические требования нецилиндричности (некруглость + отклонение профиля продольного сечения: конусообразность, бочкообразность, седлообразность) или некруглость (овальность и огранка) когда, например, требуется контролировать только овальность.

5. Не указывается в чертежах методика замера допустимой неперпендикулярности в выточках, когда невозможно подвести щуп. Необходимо назначать контроль на краску с указанием процентного прилегания краски и характера ее расположения.

6. Необоснованно задаются технические требования непараллельности плоскостей, где требуется контролировать просто разноразмерность микрометром или стенкомером. При контроле непараллельности плоскостей необходимо полностью установить деталь на базовую плоскость, что не всегда можно обеспечить, особенно для жестких деталей.

7. Шероховатость поверхностей не увязана с замеряемыми допусками и отклонениями их формы.

8. В некоторых деталях указывают размеры с допусками, которые должны быть обеспечены в узлах после снятия припуска, но в узловых чертежах конструктора их уже не указывают, соответственно, они отсутствуют и в технологиях.

Метрологические ошибки в технологической документации.

1. Назначаемые средства измерений не соответствуют требуемой точности.

2. Указываются неверные методы контроля технических требований и, соответственно, неверно назначаются средства контроля.

3. Биение цилиндрических поверхностей заменяется на соосность и контролируется калибрами на вхожесть по зависимому допуску, что не предусмотрено чертежом.

4. На технические требования круглости и цилиндричности назначаются средства контроля, позволяющие проконтролировать лишь овальность и конусообразность.

5. Оформление технологических процессов не соответствуют требованиям нормативной документации.

6. Карты приемочного контроля оформляются с нарушением требований: не все размеры и технические требования, указанные в чертежах детали, выносятся и контролируются; не полностью назначаются средства контроля на контролируемые параметры.

7. Неверно указывается периодичность контроля деталей и оснастки; не все размеры, подлежащие периодическому контролю, вносятся в карту периодического контроля.

8. Замечания по средствам измерений единичного изготовления (СИЕИ):

8.1. СИЕИ не подходит по точности;

8.2. СИЕИ не обеспечивает контроль заданного технического требования в полном объеме.

9. Прочие замечания:

9.1. Не указывается изоляция от тепла рук оператора в случаях, когда это требуется.

9.2. Не полностью назначаются или вообще не назначаются средства измерений на выверку детали или приспособлений при их установке на станке.

9.3. В операционных картах отсутствуют технические требования, размеры, их контроль, на которые ссылаются в приемочном контроле.

9.4. Контролируются не все параметры, предусмотренные ГОСТами.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ К ГЛАВЕ 2

1. **Об обеспечении** единства измерений : федер. закон от 26.06.2008 г. № 102.ФЗ.
2. **О техническом** регулировании : федер. закон от 27.12.2002 № 184-ФЗ (Новая редакция – 5.04.2016 № 104-ФЗ).
3. **О стандартизации** : федер. закон от 26.06.2015.
4. **ГОСТ 8.417–2003**. Единицы величин.
5. **ГОСТ Р ISO 9001–2015**. Системы менеджмента качества. Требования.
6. **ГОСТ Р 8.892–15 ГСИ**. Метрологическое обеспечение. Анализ состояния на предприятии, в организации, объединении.
7. **ГОСТ Р 8.820 ГСИ**. Метрологическое обеспечение. Основные положения.
8. **2.4. ГОСТ Р 50779.10–2000**. Статистические методы. Вероятность и основы статистики. Термины и определения.
9. **ГОСТ 2.102–2013**. Единая система конструкторской документации. Виды и комплектность конструкторских документов.
10. **ГОСТ 2.104–2006**. Единая система конструкторской документации. Основные надписи.
11. **ГОСТ 2.051–2013**. Единая система конструкторской документации. Электронные документы. Общие положения.
12. **ГОСТ 2.612–2011**. Единая система конструкторской документации. Электронный формуляр. Общие положения.
13. **ГОСТ 2.503–2013**. Единая система конструкторской документации. Правила внесения изменений.
14. **ГОСТ 2.601–2013 ЕСКД**. Единая система конструкторской документации. Эксплуатационные документы.
15. **ГОСТ 2.610–2006**. Единая система конструкторской документации. Правила выполнения эксплуатационных документов.
16. **ПР 50.2.009**. Порядок проведения испытаний и утверждения типа средств измерения.
17. **РД 95 762–91**. Метрологическая экспертиза конструкторской и технологической документации.

18. **ГОСТ Р 54089–2010.** Электронное дело изделия. Основные положения.
19. **ГОСТ РВ 8.573–2000.** Метрологическая экспертиза образцов вооружения и военной техники.
20. **МУ 64-02-002–2002.** Организация и порядок проведения метрологической экспертизы нормативной документации.
21. **Р 50-605-80–93.** Система разработки и постановки продукции на производство. Термины и определения.
22. **ГОСТ Р 54089–2010.** Электронное дело. Основные положения.
23. **ГОСТ Р ИСО 11442–2014.** Техническая документация на продукцию. Управление документацией.
24. **РМГ 63 2003 ГСИ.** Обеспечение эффективности измерения при управлении технологическими процессами. Метрологическая экспертиза технической документации.
25. **ГОСТ Р 8.563–2009 ГСИ.** Методики (методы) измерений.
26. **ГОСТ 8.417–2003.** Единицы величин.
27. **ГОСТ Р ИСО 5725-1–2002.** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Ч. 1. Основные положения и определения.
28. **ГОСТ Р ИСО 5725-2–2002.** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Ч. 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений.
29. **ГОСТ Р ИСО 5725-3–2002.** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Ч. 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений.
30. **ГОСТ Р ИСО 5725-4–2002.** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Ч. 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений.
31. **ГОСТ Р ИСО 5725-5–2002.** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Ч. 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений.
32. **ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002.** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Ч. 6. Использование значений точности на практике.
33. **ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025–2006.** Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.
34. **Об утверждении** порядка аттестации первичных референтных методик (методов) измерений и их применения : приказ.

3. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ПАРАМЕТРОВ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

3.1. МЕТОДИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ КОНТРОЛЯ СВОЙСТВ ВЕЩЕСТВ И ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА ПРОДУКЦИИ

В общем случае под анализом состава вещества понимают определение его элементарного, функционального или молекулярного состава. Задачи анализа веществ бывают связаны с определением содержания как одного компонента анализируемой смеси, так и двух и более ее компонентов. Приборы для определения состава называются анализаторами или аналитическими приборами. Анализаторы, предназначенные для определения содержания только одного компонента в смеси, называют концентратомерами. Свойства веществ характеризуются численными значениями физических или физико-химических величин (например, плотности, вязкости, электрической проводимости и т.п.), поддающихся измерению.

Практическое выполнение аналитических измерений основано на использовании взаимосвязи между составом анализируемого вещества (концентрациями его компонентов) и величинами, характеризующими его физические и физико-химические параметры.

Анализаторы используют прежде всего для контроля показателей качества продукции, для контроля за ходом производственных процессов в диапазонах как макро-, так и микроконцентраций. Эти приборы применяют также для определения предельно допустимых концентраций вредных взрывчатых веществ.

Важнейшей целью применения анализаторов является улучшение производственных процессов. Возрастающие требования к качеству исходных материалов и готовой продукции, рациональному использованию сырья, возможно более полному использованию производственных агрегатов, совершенствование и разработка новых производственных процессов и связанные с этим задачи контроля и управления и, наконец, охрана окружающей среды способствуют дальнейшему совершенствованию конструкций и развитию аналитических приборов.

Непременным условием любого технического измерения концентраций или определения состава является представительность пробы.

Для этого необходим правильный ее отбор и соответствующая подготовка. Точность аналитической информации определяется точностью всех элементов измерительного устройства и в первую очередь точностью отбора и подготовки пробы.

Избирательность анализа – одна из важнейших характеристик автоматического анализатора. Практический выбор аналитических методик, обеспечивающих избирательное определение компонента непосредственным измерением физических или физико-химических параметров пробы, весьма ограничен. Избирательность большей части используемых аналитических методик определяется тем, что анализируемую пробу подвергают предварительно активному воздействию, в ходе которого она качественно изменяется.

Результатом воздействия на пробу может быть, например, изменение ее агрегатного или фазового состояния, ионизация, пространственное или пространственно-временное разделение пробы, обогащение, изменение ее состава.

После преобразования пробы измеряют ее физические или физико-химические параметры. При этом измерение различных параметров пробы можно сочетать с одними и теми же видами ее предварительно преобразования. Например, при хроматографическом методе анализа разделяют анализируемую смесь на компоненты в хроматографической колонке. Затем определяют концентрации компонентов в подвижной среде (газе или жидкости), выполняющей транспортные функции. Концентрация измеряется по измерению либо плотности, либо теплопроводности, либо эффективности ионизации и т.д. Для установления взаимосвязи между аналитическими методами (анализаторами) и определения их места в аналитическом приборостроении используют различные варианты их классификаций. В зависимости от целей классификации аналитические приборы можно классифицировать, например, по следующим признакам: принципу действия (методу анализа); свойствам анализируемой среды; числу определяемых компонентов; исполнению; способу унификации выходного сигнала; способу выдачи результатов измерения.

Измеряемые параметры пробы можно подразделить на механические (скорость и поглощение звука, плотность), тепловые и кинетические (удельная теплота, теплопроводность, вязкость), электрические и магнитные (проводимость, потенциал, диэлектрическая проницаемость, магнитная восприимчивость), оптические (коэффициенты поглощения, отражения, преломления и рассеяния, интенсивность излучения, магнитооптическая вращаемость).

Измерение механических параметров (скорости и поглощения звука) составляет основу акустических методов анализа. На измерении тепловых и кинетических параметров – удельной теплоты, теплопроводности и вязкости – основаны методы соответственно калориметрия, термокондуктометрия и вискозиметрия. Значительная группа методов анализа базируется на измерении электрических и магнитных параметров: на измерении проводимости – кондуктометрия, потенциала – потенциометрия (рН-метрия), полярография, диэлектрической проницаемости – диэлькометрия, магнитной восприимчивости – магнитомеханические методы анализа.

Широко распространены в аналитической практике методы анализа, основанные на непосредственном измерении оптических параметров анализируемой пробы: на измерении коэффициента поглощения – абсорбционно-оптический, коэффициента преломления – рефрактометрия, коэффициента оптической активности – поляриметрия, коэффициента рассеяния – нефелометрия, турбидиметрия.

Дополнительное целенаправленное преобразование пробы при анализе позволяет обеспечить повышенную избирательность аналитического измерения. Для преобразования пробы можно использовать как физические, так и химические методы. Если воздействие на пробу приводит к существенному изменению ее физических свойств при неизменном составе пробы, то такое преобразование будем называть физическим. Если же воздействие на пробу приводит к существенному изменению ее состава, то такое преобразование будем называть химическим.

К физическим методам преобразования, используемым в аналитическом приборостроении, относятся: ионизация (возбуждение), изменение агрегатного состояния, пространственное и(или) временное разделение, обогащение (сорбция, экстракция). Химическое преобразование пробы осуществляют на основе химических реакций. Например, предварительной ионизацией пробы можно связать состав с процессами, протекающими в ионизированном газе. Сочетание ионизации с последующим измерением проводимости ионизированного газа составляет основу ионизационных методов анализа, а сочетание ионизации с измерением оптических параметров – основу атомно-абсорбционной спектрофотометрии. На предварительном пространственном и временном разделении пробы на компоненты с последующим измерением теплопроводности, электрической проводимости или

оптических параметров основаны методы хроматографии и масс-спектрометрии.

Химическая реакция с последующим измерением цветового эффекта (оптических параметров) составляют основу фотокolorиметрических методов, предварительная химическая реакция с последующим измерением теплового эффекта (удельной теплоты) – основу термохимии, а, например, предварительная химическая реакция в сочетании с измерением электрических параметров преобразованной пробы – основу электрохимических методов анализа.

При автоматическом контроле концентрации (состава) и свойств жидкостей наибольшее распространение получили следующие методы анализа (классификация по ГОСТ 16851–71): без предварительного преобразования пробы – кондуктометрический, потенциометрический, полярографический, диэлькометрический, оптические (рефрактометрический, абсорбционный, люминесцентный, поляризационный, турбидиметрический, нефелометрический), по величине температурной депрессии, по давлению насыщенных паров, радиоизотопный, механический (плотность), кинетический (вязкость); с предварительным преобразованием пробы – титрометрический. Для автоматического анализа газов; без предварительного преобразования пробы (классификация по ГОСТ 13320–81) – абсорбционно-оптические (инфракрасного и ультрафиолетового поглощения), термокондуктометрический, термомагнитный, пневматический; с предварительным преобразованием пробы – электрохимический (кондуктометрический, кулонометрический, полярографический, потенциометрический), термохимический, фотокolorиметрический, пламенно-ионизационный, аэрозольно-ионизационный, хроматографический, масс-спектрометрический. В дальнейшем изложении принята приведенная классификация.

Из приведенной классификации выделены измерители влажности, объединенные в специальный раздел по назначению.

3.2. ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ВЕЩЕСТВ

Различают оптические методы как для анализа газов, так и для анализа жидкостей. Наиболее широкое применение получили методы, основанные на избирательном поглощении молекулами газов и жидкостей энергии электромагнитного излучения в ультрафиолетовой, видимой и инфракрасной областях спектра (рис. 3.1).

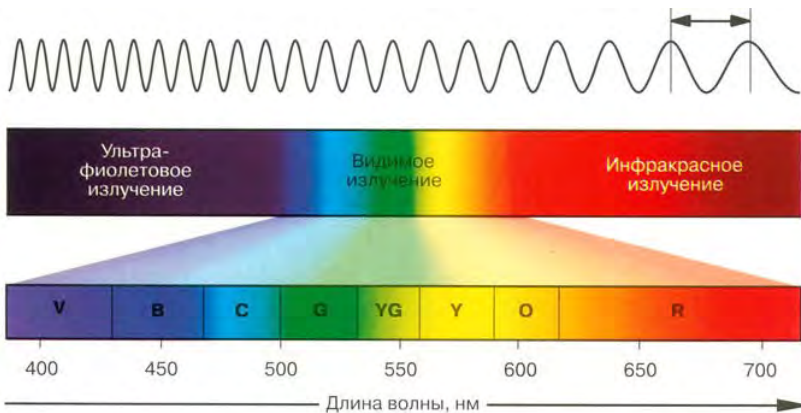


Рис. 3.1. Оптический диапазон электромагнитных излучений

При подведении энергии извне, молекулы и атомы способны трансформировать эту энергию в излучение на характерных только им длинах волн. Кроме этого, некоторые вещества способны индивидуальным образом изменять параметры прошедшего через вещество электромагнитного излучения (рефрактометры, поляриметры и др.).

3.2.1. ОПТИКО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД АНАЛИЗА ГАЗОВ

Абсорбционный метод спектрального анализа газов основан на свойстве веществ избирательно поглощать часть проходящего через них электромагнитного излучения. Спектры поглощения различных веществ (газов, жидкостей, твердых тел) охватывают все диапазоны электромагнитного излучения: от ультрафиолетового излучения до радиоволн. Для газового анализа в настоящее время используют в основном ультрафиолетовый ($\lambda \approx 0,2...0,4$ мкм) и инфракрасный ($\lambda \approx 2...10$ мкм) диапазоны электромагнитного спектра.

Полосы поглощения в инфракрасной (ИК) области спектра определяются колебательным и колебательно-вращательным движениями атомов и групп атомов внутри молекул. Абсорбционный спектр в ультрафиолетовом (УФ) диапазоне обусловлен избирательным поглощением энергии внешними электронами.

Специфичность спектра поглощения позволяет качественно определять состав газовых смесей, а интенсивность абсорбционного спектра связана с количеством поглощающего энергию вещества.

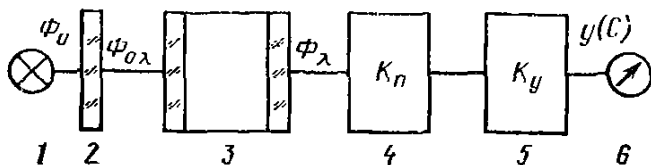


Рис. 3.2. Структурная схема простейшего абсорбционного анализатора

Количественное соотношение между концентрацией C определяемого компонента и изменением интенсивности поглощаемого этим компонентом излучения устанавливается законом Бугера–Ламберта–Бера

$$\Phi_{\lambda} = \Phi_{0\lambda} e^{-\varepsilon_{\lambda} C l},$$

где Φ_{λ} – монохроматический поток излучения прошедший слой исследуемого вещества толщиной l ; C – концентрация анализируемого компонента; ε_{λ} – коэффициент поглощения вещества; $\Phi_{0\lambda}$ – монохроматический поток излучения, входящий в слой вещества.

На рисунке 3.2 приведена структурная схема простейшего абсорбционного анализатора состава вещества, используемого при любой длине электромагнитных волн.

Абсорбционному методу анализа свойственна широкая универсальность, что подтверждается следующим: метод позволяет определять концентрации большей части практически важных веществ за исключением некоторых одноэлементных (O_2 , N_2 и др.); чувствительность метода достаточна, чтобы перекрыть все диапазоны изменения концентраций определяемых веществ от микропримесей до 100%; метод допускает относительно простое аппаратное оформление, что позволяет автоматизировать абсорбционные анализаторы и широко использовать их в промышленности для непрерывного контроля технологических процессов.

3.2.2. ГАЗОАНАЛИЗАТОРЫ УЛЬТРАФИОЛЕТОВОГО ПОГЛОЩЕНИЯ

Эти приборы в основном используют для измерения концентрации паров ртути в воздухе, так как ртуть имеет характерные линии поглощения в ультрафиолетовом диапазоне спектра. Кроме того, газоанализаторы ультрафиолетового поглощения применяют для измере-

ния концентраций хлора, сероводорода, двуокиси азота и некоторых других веществ.

В качестве источников ультрафиолетового излучения используют ртутные лампы, значительная часть излучения которых является ультрафиолетовым. Для дополнительной монохроматизации излучения источника используют стеклянные светофильтры, которые выбирают в зависимости от положения максимума поглощения анализируемого вещества.

Для преобразования ультрафиолетового излучения в электрический сигнал применяют фотоэлементы и фоторезисторы.

Газоанализаторы данного типа выпускаются как одноканальными, так и двухканальными. Последние основаны на дифференциальном методе измерения, при котором измеряется разность силы света двух оптических излучений, одно из которых прошло слой анализируемой газовой смеси, а другое – слой газовой смеси постоянного состава.

3.2.3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЕ ГАЗОАНАЛИЗАТОРЫ

Фотоколориметрические газоанализаторы применяют для определения микроконцентраций газов, вступающих в цветную реакцию со специально подобранным реактивом. Положенный в основу принципа действия подобных приборов колориметрический метод позволяет определять концентрацию компонента анализируемой смеси по интенсивности окраски вещества, получаемого в результате химической реакции анализируемого компонента со специально подобранным реагентом. Физической основой служит закон Бугера–Ламберта–Бера (так же как в газоанализаторах инфракрасного и ультрафиолетового поглощения). Концентрация окрашенных компонентов (или масса прореагировавшего газа)

$$C = D_{\lambda} / (\varepsilon_{\lambda} l),$$

где D_{λ} – оптическая плотность; ε_{λ} – коэффициент поглощения; l – длина кюветы.

В автоматических приборах используют дифференциальные схемы, обычно, с двумя фоторезисторами или фотоэлементами. Газоанализаторы, в которых концентрацию растворенного вещества определяют по интенсивности окраски, могут быть выполнены с периодической и непрерывной подачей раствора и газа. Более эффективна

периодическая подача абсорбента и газа равными порциями через равные промежутки времени.

Фотоколориметрический метод анализа обладает высокими чувствительностью и избирательностью. Высокая чувствительность метода объясняется возможностью накапливания анализируемого компонента в растворе или на индикаторной ленте. Высокая избирательность метода определяется специфичностью химической реакции между анализируемым компонентом и реактивом (индикатором). Благодаря указанным преимуществам фотоколориметрический метод широко применяют для анализа чистоты воздуха производственных помещений.

3.2.4. СПЕКТРАЛЬНЫЕ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ ПРИБОРЫ. СПЕКТРОФОТОМЕТРЫ

При подводе энергии извне материал может начинать излучать (это явление называется эмиссия) или трансформировать поглощенное излучение в другие виды энергии (абсорбция) по зависимости

$$\Delta E \begin{array}{c} \xrightarrow{\text{Эмиссия}} \\ \xleftarrow{\text{Абсорбция}} \end{array} N h \nu,$$

где ΔE – изменение энергетического состояния; N – число частиц, участвующих в преобразовании энергии; h – квантовая постоянная Планка; ν – частота.

Задачей фотометрии является измерение изменений потока или амплитуды излучения при его эмиссии и абсорбции. Зависимость потока излучения Φ от частоты или длины волны называют *спектрограммой*. Эта зависимость для каждого вещества имеет свой специфический вид, является его «отпечатком пальцев» и поэтому является отличительным признаком для качественного анализа. Кроме того, она несет информацию об атомном и молекулярном строении и поэтому является важным вспомогательным средством для интерпретации энергетических состояний и выяснения строения вещества.

Источником света в эмиссионной спектроскопии является возбужденная проба.

Основные способы возбуждения эмиссионного излучения пробы перечислены ниже.

Возбуждение пламенем. Самый первый способ возбуждения эмиссионного излучения, реализованный в спектральном приборе Бунзена и Кирхгофа.

Возбуждение тлеющим разрядом. При низком давлении молекулы, атомы и ионы можно возбудить для эмиссии бомбардировкой электронами. В положительной части тлеющего разряда электроны имеют самую низкую скорость и поэтому дают самую низкую энергию возбуждения, так что молекулы без разрушения возбуждаются для эмиссии излучения и могут быть идентифицированы. Этот вид возбуждения применяют только при анализе газов и паров.

Возбуждение электрической дугой. Электрическую дугу применяют преимущественно для прямого анализа проб без предварительной химической подготовки. Возбуждение происходит за счет дуги постоянного тока (температура ~5...10 тыс. К) или за счет дуги переменного тока (температура – 10 тыс. К) в течение длительного времени, причем пробы могут включаться в качестве катода или анода.

Возбуждение искрой. Искры низкого, среднего и высокого напряжения между электропроводящими пробами создают в месте разряда температуру от 10 до 50 тыс. К. Длительность разряда составляет от миллисекунд до микросекунд. Воспроизводимость улучшается при повышении температуры и снижении длительности разряда; при этом, конечно, снижается разрешающая способность. Искровой разряд среднего уровня напряжения, чаще всего, используют для многокомпонентного анализа серий электропроводящих проб. Этот метод в основном тоже относителен и имеет очень высокую разрешающую способность.

Возбуждение лазером. При фокусировании излучения лазера можно сконцентрировать энергию в несколько мегаватт на очень небольшой площади пробы (диаметром <50 мкм).

При этом небольшое количество пробы (несколько микрограмм) расплавляют, испаряют и возбуждают. Во многих случаях лазерное излучение используют лишь для испарения, в то время как собственно возбуждение производится при помощи электрической дуги или искры. В отличие от искровой эмиссии в этом случае можно провести анализ материалов, не являющихся электропроводниками.

Ионное возбуждение. Под действием ударов ионов или атомов из пробы выбиваются атомы, начинающие излучать энергию.

Высокочастотное возбуждение. При высокочастотном безэлектродном разряде частицы, находящиеся в разрядной камере, могут возбуждаться до эмиссии. Разрядная камера может находиться под пониженным или под атмосферным давлением. Температура плазмы очень сильно зависит от условий проведения исследований и находится в пределах 3000...10 000 К.

В абсорбционной спектроскопии вещество пробы поглощает из непрерывного спектра источника свет определенных длин волн, в результате чего на фоне спектра будут видны темные линии, называемые *линиями Фраунгофера*. Положение этих линий целиком определяется качественным составом вещества пробы, а ослабление света в этих местах спектра зависит от концентрации вещества.

Таким образом, по интенсивности спектральных линий при эмиссионном излучении или полос поглощения при абсорбции энергии излучения можно судить о количестве вещества в пробе, а по положению этих линий и полос в спектре можно судить о составе вещества пробы. Эти две задачи (количественную и качественную) решают спектрофотометры.

До недавнего времени для получения спектрограмм использовали дисперсионные спектральные приборы, в которых в качестве элемента, разлагающего электромагнитное излучение в спектр по длинам волн, использовали либо призмы, либо дифракционные решетки. Однако сейчас все чаще используются принципиально отличный тип спектрометра – фурье-спектрометр, основанный на использовании явления интерференции. Преимущества фурье-спектрометра перед другими типами спектральных приборов состоит в том, что прибор регистрирует весь световой поток одновременно.

В зависимости от длины волны излучения различают спектрометры ультрафиолетового, видимого и инфракрасной области спектра. Последние часто используют для определения тяжелых органических молекул не только газов, но и твердых веществ, материалов и изделий, а также овощей и фруктов.



Рис. 3.3. ИК-фурье-спектрометр ALPHA

[<http://www.htlab.ch/catalog/ik-fure-spektrometr/ft-ir-routine/alpha4.html>]



Рис. 3.4. Инфракрасная спектрометрия в процессе сортировки фруктов
[<http://www.virtualmarket.fruitlogistica.de/de/INSCAN,p1123014>]

Известная компания AWETA G&P использует спектроскопию в ближней инфракрасной (ИК) области для анализа качества овощей и фруктов в процессе их сортировки. При этом используется свойство ИК-излучения с длиной волны от 780 до 2500 нм проникать в материал на глубину до нескольких миллиметров и отражаться затем от нижележащих слоев. ИК-излучение, прошедшее через фрукт, несет информацию о его качестве. При этом возможно определить параметры качества широкого спектра плодов: яблок, груш, киви, персиков, цитрусовых, манго, авокадо, помидоров, болгарского перца, репчатого лука, картофеля и т.д. Самыми важными измеряемыми параметрами являются: содержание сахара (по шкале Брикса), зрелость, твердость, количество сухого вещества, количество внутренних дефектов (внутренние потемнения, гниль).

3.2.5. ПОЛЯРИЗАЦИОННО-ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Луч, колебания которого происходят только в одной плоскости, называется поляризованным. Плоскость I , в которой происходит колебание луча, называется плоскостью колебания поляризованного луча, а плоскость II , перпендикулярная к ней, плоскостью поляризации, (рис. 3.5, б)

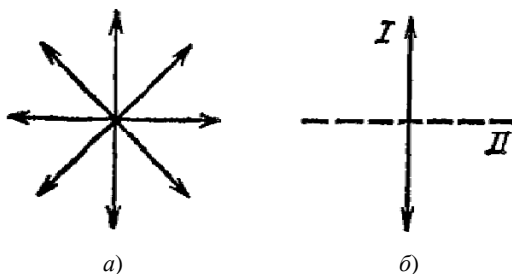


Рис. 3.5. Схемы естественного (а) и поляризованного (б) лучей

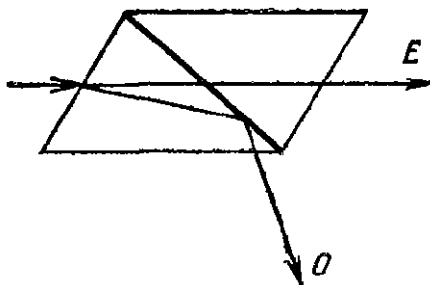


Рис. 3.6. Призма Николя

В качестве источника поляризованных лучей может служить, например, призма Николя, изготовленная из голландского шпата. Призма состоит из двух половинок кристалла, склеенных под углом 22° (см. рис. 3.6). Луч света, входя в призму, разделяется на «обыкновенный» луч O и «необыкновенный» луч E ; последний поляризован во взаимно перпендикулярных плоскостях. Обыкновенный луч испытывает полное внутреннее отражение от плоскости раздела, и через призму проходит только поляризованный луч (необыкновенный).

Поляризационно-оптические методы определения концентрации вещества в растворе основаны на взаимодействии поляризованного излучения с оптически активной средой, которая меняет параметры поляризации.

В настоящее время считают, что оптическая активность обусловлена особенностями строения электронных оболочек индивидуальных молекул. Вращение азимута поляризации линейно-поляризованного излучения и различное поглощение правой и левой форм поляризации происходят при наличии в среде молекул, не имеющих центра или плоскости симметрии, т.е. при асимметричном расположении атомов в молекуле.

Класс оптически активных соединений очень обширен. Из наиболее известных, в качестве примера, можно привести скипидар, эфирные масла, различные полисахариды.

Поляризационно-оптическими методами можно определять концентрацию и оптически неактивных веществ. Обычное вещество можно привести в оптически активное состояние, воздействуя на него внешними силами – механическими, магнитными, электрическими. В случае искусственной оптической активности результат взаимодействия линейно-поляризованного излучения с веществами зависит от ориентации азимута поляризации относительно направления действия внешних сил.

3.2.6. РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА

Рефрактометрический метод анализа жидких сред основан на использовании зависимости показателя преломления бинарной смеси от соотношения ее компонентов. Показатель преломления определяют как отношение (рис. 3.7) синуса угла α (угол между падающим лучом и нормалью NN к поверхности раздела двух сред) к синусу угла преломления β (угол между преломленным лучом и нормалью NN). Эта величина постоянна, она равна отношению скоростей распространения световых волн в первой (v_1) и во второй (v_2) средах, т.е.

$$\frac{\sin \alpha}{\sin \beta} = \frac{v_1}{v_2} = n.$$

Показатель преломления называют *абсолютным*, если первая среда – «пустота». Абсолютный показатель преломления вещества $N = c/v$, где c – скорость света в пустоте; v – скорость света в веществе.

Для видимых лучей света показатель преломления воздуха обычно принимают равным единице. При температуре 0°C и давлении $101\,325$ Па показатель преломления воздуха $n_0 = 1,000293$. В связи с этим для получения абсолютного значения показатель преломления, определяемый при обычных условиях в воздухе, значение n необходимо умножить на n_0 , т.е. $N = n_0 n$.

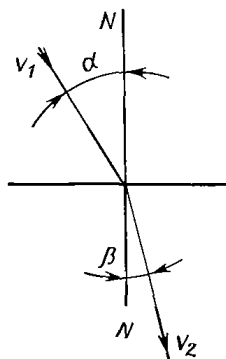


Рис. 3.7. Схема преломления светового луча на границе двух сред



Рис. 3.8. Рефрактометр РПЛ-4

Рефрактометр может также использоваться для определения массовой доли сухих веществ в растворах, содержащих сахарозу, и для количественного анализа различных растворов и жидких смесей. Прибор данного типа применяется для контроля технологических процессов на предприятиях пищевой, перерабатывающей, фармацевтической, химической и других отраслей промышленности, а также для контроля качества пищевых продуктов.

Рефрактометрический метод позволяет определять концентрацию искомого компонента c_x в растворе по измеренному показателю преломления раствора n_x при условии, что известны показатели преломления компонентов раствора n_1 и n_2 [1]

$$c_x = (n_x - n_2)/(n_1 - n_2)100\%.$$

На рисунке 3.8. показан внешний вид рефрактометра РПЛ 4, который предназначен для измерения показателей преломления жидких и твердых (прозрачные стекла, кристаллы, полимеры) веществ и массовой доли сахаразы в химически чистых растворах сахарозы в воде.

3.2.7. ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ НЕФЕЛОМЕТРЫ И ТУРБИДИМЕТРЫ

При прохождении через дисперсную систему, содержащую взвесь твердых частиц в растворителе, луч света рассеивается, причем зависимость интенсивности I светового пучка, прошедшего в системе расстояние от первоначальной интенсивности I_0 , имеет вид

$$I = I_0 \cdot 10^{-\epsilon l},$$

где ϵ – показатель рассеяния.

Это выражение по форме совпадает с законом Ламберта–Бера, определяющим уменьшение интенсивности светового пучка, распространяющегося в поглощающей, но не рассеивающей среде. Различие состоит в том, что вместо показателя поглощения использован показатель рассеяния, который также во многих случаях зависит от длины волны проходящего света.

Если среда, через которую проходит луч света, не только рассеивает, но и поглощает, то изменение интенсивности луча можно выразить зависимостью

$$I = I_0 \cdot 10^{-(n+\varepsilon)l},$$

где $(n + \varepsilon)$ – показатель ослабления.

Мутность дисперсных систем определяется действием различных факторов в зависимости от соотношения размеров твердых частиц и длины световой волны. Если длина волны падающего света значительно больше размера частиц, то возникает так называемый эффект Тиндаля, заключающийся в дифракции световой волны, т.е. огибании частицы на ее пути. Если же длина световой волны меньше линейных размеров взвешенных частиц, то рассеяние света мутной средой объясняется как преломлением света на границе раздела твердой и жидкой фаз, так и отражением света частицами.

В любом случае световая энергия рассеянных лучей зависит от числа частиц дисперсной системы. Концентрацию взвешенного вещества можно определить с помощью двух родственных приборов – нефелометров и турбидиметров.

Нефелометры – это приборы, принцип действия которых основан на измерении интенсивности светового потока, рассеянного твердыми частицами. Турбидиметрами называют приборы, основанные на измерении интенсивности светового потока, прошедшего через дисперсную систему.

Таким образом, при нефелометрическом анализе измеряют интенсивность I светового потока, рассеянного в направлении, перпендикулярном направлению луча с интенсивностью I_0 , а при турбидиметрическом методе определяют интенсивность I светового потока, выходящего из кюветы в направлении падающего луча. Оба метода наиболее эффективны при измерении малых концентраций взвешенного вещества (порядка $0,1 \text{ кг/м}^3$).

3.3. ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ АНАЛИЗАТОРЫ

3.3.1. КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЕ ГАЗОАНАЛИЗАТОРЫ

Кулонометрический метод анализа основан на открытом Фарадеем законе, устанавливающим прямую пропорциональность между количеством прошедшего через электрохимическую систему электричества и количеством прореагировавшего на электроде вещества. Методы кулонометрического анализа разделяют на две группы:

метод кулонометрического титрования и метод кулонометрии при контролируемом потенциале. Обе группы имеют одну принципиальную основу, но различаются по аппаратурному оформлению и технике определений.

Метод кулонометрического титрования состоит в электрохимическом получении некоторого промежуточного компонента (титранта), способного быстро и в соответствии со стехиометрическим соотношением реагировать с анализируемым компонентом газовой смеси. По силе тока генерирования титранта судят о концентрации. Такие газоанализаторы предназначены для определения малых концентраций сернистых соединений (сернистого ангидрида, сероводорода, сульфидов и т.д.) в анализируемой смеси или в воздухе производственных помещений. Их работа основана на методе непрерывного кулонометрического титрования серосодержащего соединения галогеном, генерируемым из водного раствора галогенсодержащего соединения (обычно KJ или KBr) в подкисленном растворе, абсорбирующего определяемый компонент.

Электрическая часть кулонометрического газоанализатора обеспечивает изменение силы тока генерации в цепи электролиза таким образом, чтобы на инертном (платиновом, золотом и т.д.) электроде значение окислительно-восстановительного потенциала поддерживалось постоянным, вблизи эквивалентной точки на кривой потенциометрического титрования данным галогеном определяемого серосодержащего компонента.

Пример газоанализатора второй группы показан на рис. 3.9. Этот прибор реализует высокоточные измерения микроконцентраций кислорода в инертных газах на базе метода, использующего твердоэлектролитный чувствительный элемент, работающий в кулонометрическом режиме. Метод основан на свойстве твердоэлектролитной керамики при достаточно высокой температуре проводить ток, обусловленный переносом через нее кислорода из анализируемого газа под действием приложенного напряжения. При этом сила тока переноса кислорода является мерой концентрации кислорода в анализируемом газе.

Чувствительный элемент прибора (рис. 3.9) представляет собой трубку 1 из твердого электролита. На внутренней и внешней поверхностях трубки расположены газопроницаемые платиновые электроды 2. Часть элемента, ограниченная электродами, разогревается электропечью 3 до температуры 850...1000 °С, при которой обеспечивается достаточная ионная проводимость электролита. К электродам чувствительного элемента подключен источник постоянного тока 4.

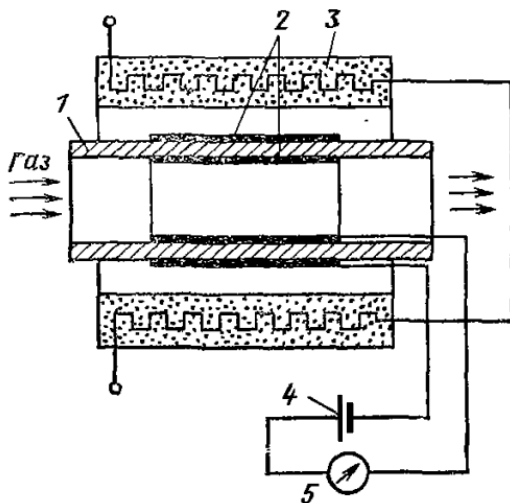


Рис. 3.9. Схема кулонометрического газоанализатора микроконцентраций кислорода

Разность потенциалов на электродах должна быть меньше термодинамически равновесного потенциала, обусловленного собственной диссоциацией электролита, но больше ЭДС, которая определяется ионным потоком кислорода. Показания прибора 5 определяются только концентрацией и расходом газа и не зависят от напряжения питания и температуры электролита. Таким образом, при постоянном расходе анализируемого газа через чувствительный элемент сила тока переноса кислорода, измеряемая прибором 5, однозначно определяет концентрацию кислорода. Это позволяет отнести рассмотренный метод измерения микроконцентрации кислорода к категории абсолютных методов, т.е. не требующих градуировки по эталонным газовым смесям. Последнее обстоятельство является важным преимуществом метода, так как позволяет изготавливать анализаторы с высокими метрологическими характеристиками [1]. Подобные устройства известны также под названием «лямбда-зонд» и применяются для измерения концентрации кислорода в выхлопных газах двигателей внутреннего сгорания автомобилей (рис. 3.10).



Рис. 3.10. Лямбда-зонд

3.3.2. КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА РАСТВОРОВ

Метод измерения электрической проводимости растворов электролитов (кондуктометрия) широко используют в лабораторной и производственной практике для химического анализа, физико-химических исследований и автоматического контроля ряда технологических параметров.

При растворении электролиты диссоциируют с образованием ионов. Одной из количественных характеристик этого процесса является степень диссоциации α , которая определяется отношением числа молекул n , распавшихся на ионы, к общему числу растворенных молекул (ионизированных n и неионизированных n_0)

$$\alpha = \frac{n}{n + n_0}.$$

В зависимости от значения α вещества подразделяют на *неэлектролиты*, сильные и слабые электролиты. Так, если вещество не диссоциирует, т.е. $\alpha = 0$, то оно не является электролитом. Если α близко к единице, то раствор является сильным электролитом. Для слабых электролитов $0 < \alpha \ll 1$.

Способность вещества проводить электрический ток характеризуется его удельной электрической проводимостью χ_0 , численно равной проводимости слоя вещества, расположенного между противоположными гранями куба с ребром в 1 см. Удельная проводимость является индивидуальной характеристикой вещества, и ее значения табулированы.

Электрическая проводимость χ вещества есть величина, обратная электрическому сопротивлению R . Если отрезок проводника длиной l и площадью поперечного сечения s обладает сопротивлением R , то его удельное электрическое сопротивление $\rho = Rs/l$. Соответственно, удельная электрическая проводимость раствора, См/см

$$\chi_0 = 1/\rho = \frac{\chi l}{s}.$$

Для измерения проводимости обычно используют электролитическую измерительную ячейку (рис. 3.11), которая представляет собой сосуд, содержащий два или более электрода и заполненный анализируемым раствором.

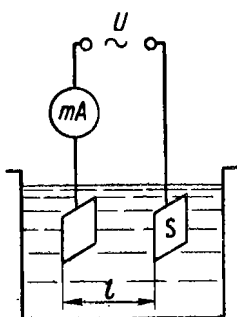


Рис. 3.11. Схема двухэлектродной электролитической ячейки

В кондуктометрии отношение l/s , см^{-1} называют *постоянной электролитической ячейки*. Постоянная k ячейки определяется эффективной площадью электродов $s_{\text{эф}}$ и эффективным расстоянием $l_{\text{эф}}$ между ними. Значение $k = (l/s)_{\text{эф}}$ существенным образом зависит от конфигурации сосуда ячейки и характера распределения силовых линий поля в ее межэлектродном пространстве. В связи с этим вычислить эффективные значения l и s практически невозможно, и значение k определяют обычно экспериментально по эталонным растворам.

Существуют также бесконтактные кондуктометры, основанные на взаимодействии переменного электромагнитного поля с контролируемым раствором. Такие приборы способны определять удельное сопротивление (импеданс) как сильных, так и слабых электролитов.

3.3.3. МЕТОД ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

Метод потенциометрического измерения концентрации ионов в растворе основан на измерении разности электрических потенциалов двух специальных электродов, помещенных в испытуемый раствор, причем один электрод – вспомогательный – в процессе измерения имеет постоянный потенциал.

Потенциал E отдельного электрода определяют по уравнению Нернста через его стандартный (нормальный) потенциал E_0 и активность ионов a_+ , которые принимают участие в электродном процессе. Стандартным (нормальным) является потенциал, который возникает на электроде, когда активность $a_+ = 1$. У идеальных растворов коэффициент активности равен единице, поэтому активность и концентрация совпадают

$$E = E_0 + \frac{\Theta}{n} \lg a_+,$$

где $\Theta = 2,3RT/F$ – константа; F – число Фарадея (заряд моля ионов); R – универсальная газовая постоянная; n – валентность металла; E_0 – составляющая межфазной разности потенциалов, которая определяется свойствами электрода и не зависит от концентрации ионов в растворе; a_+ – активная концентрация ионов в растворе.

Уравнение Нернста, выведенное для узкого класса электрохимических систем металл–раствор катионов этого же металла, справедливо в значительно более широких пределах.

Потенциометрический метод можно использовать для измерения активности различных ионов в растворах электролитов.

Чаще всего, для потенциометрических измерений применяют электроды первого и второго рода. У электродов первого рода электродная реакция происходит только между металлом электрода и его катионами, находящимися в растворе. Примеры электродов первого рода – ртутные, серебряные, медные, свинцовые, водородные. Большую часть металлов, которые можно использовать в качестве электродов первого рода, не применяют при потенциометрических измерениях, особенно в производственных условиях. Это объясняется тем, что чистые металлы быстро окисляются, их поверхность покрывается пленкой химических соединений, в результате чего искажается электродная функция.

Электроды второго рода образуются из металла, его малорастворимой соли и раствора хорошо растворимой соли с тем же анионом, что у малорастворимой соли. Активность этих анионов в контролируемом растворе и определяет потенциал таких электродов, поэтому их можно использовать для измерения активности анионов. Типичные примеры электродов второго рода – хлорсеребряный, сульфатно-ртутный, каломельный.

В особую группу обычно выделяют электроды из инертных, химически устойчивых металлов, применяемые при измерении окислительно-восстановительных потенциалов. Здесь металл электрода не принимает участия в реакции, а служит лишь для установления электрического контакта с раствором.

Потенциометрический метод наиболее широко применяют для определения активности ионов водорода, характеризующей кислотные или щелочные свойства раствора.

Появление водородных ионов в растворе вызвано диссоциацией части молекул воды, распадающихся на ионы водорода и гидроксила



По закону действующих масс константа K равновесия реакции диссоциации воды равна

$$K = \frac{[\text{H}^+][\text{OH}^-]}{\text{H}_2\text{O}}.$$

Концентрация недиссоциированных молекул в воде настолько велика (55,5 M), что ее можно считать постоянной, поэтому уравнение (3.1) упрощают, вводя множитель

$$55,5K_{\text{H}_2\text{O}} = [\text{H}^+][\text{OH}^-],$$

где $K_{\text{H}_2\text{O}}$ – константа, называемая ионным произведением воды $K_{\text{H}_2\text{O}} = 55,5K = 10^{-14}$ при температуре 22 °С.

При диссоциации молекул воды ионы водорода и гидроксила образуются в равных количествах; следовательно, их концентрации одинаковы (нейтральный раствор). Исходя из равенства концентраций и известной величины ионного произведения воды, имеем

$$[\text{H}^+] = \sqrt{K_{\text{H}_2\text{O}}} = \sqrt{10^{-14}} = 10^{-7}.$$

Для более удобного выражения концентрации ионов водорода датский химик Зеренсен ввел понятие рН (р – начальная буква датского слова Potenz – степень, Н – химический символ водорода). В соответствии с определением, данным Зеренсеном, водородный показатель рН – десятичный логарифм концентрации ионов водорода, взятый с обратным знаком: $\text{pH} = -\lg[\text{H}^+]$. Аналогично, концентрацию гидроксильных ионов, а также константу диссоциации можно выразить через соответствующий логарифмический показатель. Так, для ионов гидроксила $\text{pOH} = -\lg[\text{OH}^-]$. Для чистой воды при температуре при $t = 22$ °С, $\text{pH} = -\lg(10^{-7}) = 7$. В общем случае концентрацию ионов других веществ обозначают как рХ.

Для измерения величины рН используют различные электроды, подчиняющиеся уравнению Нернста, в котором потенциал электрода является функцией не концентрации, а активности ионов. В связи с этим в настоящее время применяют другое определение понятия **рН** – логарифм активности ионов водорода, взятый с обратным знаком

$$\text{pH} = -\lg[\text{H}^+]f_{\text{H}^+} = -\lg[a_{\text{H}^+}],$$

где f_{H^+} – коэффициент активности иона водорода.

Пока еще нет способа экспериментального определения коэффициента активности отдельного иона. Активность зависит от свободной энергии системы и определяется не только концентрацией, но и температурой, характером растворителя и физико-химическим процессом, происходящим в растворе. Таким образом, коэффициент активности какого-либо иона является его характеристикой в данной среде и при данных условиях.

На практике приходится иметь дело с достаточно концентрированными, чаще всего, многокомпонентными растворами электролитов, активности ионов которых заметно отличаются от концентрации; поэтому уравнение (3.1) неприменимо в большинстве практических случаев, так как оно не учитывает коэффициентов активности ионов. Истинное значение ионного произведения для водных растворов зависит от природы и концентрации электролита.

Поскольку абсолютную величину электродного потенциала практически определить нельзя, измеряют его относительное значение, для чего составляют гальванический элемент из измерительного (индикаторного) электрода, анализируемой среды и вспомогательного (в литературе встречается термин «сравнительный» электрод) электрода. Схематическое изображение такого элемента: измерительный электрод – анализируемая среда – вспомогательный электрод.

В отличие от индикаторного электрода, потенциал которого функционально связан с активностью контролируемых ионов, потенциал вспомогательного электрода должен всегда оставаться постоянным. Такой гальванический элемент называется в дальнейшем *измерительной ячейкой* для потенциометрических измерений

Современные лабораторные рН-метры представляют собой компактные и простые в использовании приборы (см. рис. 3.12). Использование процессоров позволяет реализовать множество функций по калибровке, настройке и обработке экспериментальной информации.



Рис. 3.12. Цифровой рН-метр рН-1014

3.4. ТЕРМОКОНДУКТОМЕТРИЧЕСКИЕ ГАЗОАНАЛИЗАТОРЫ

В основу работы термокондуктометрических газоанализаторов положен метод, использующий зависимость электрического сопротивления проводника с большим температурным коэффициентом сопротивления (терморезистора), помещенного в камеру с анализируемой газовой смесью и нагреваемого током, от теплопроводности окружающей терморезистор смеси. Закономерности, связывающие теплопроводность газовой смеси с ее составом, проявляются при условии сведения к минимуму (или поддержания постоянной) доли теплоты, передаваемой от терморезистора конвекцией и излучением. Этому условия достигают оптимизацией режима работы терморезистора, выбором конструктивных характеристик терморезистора и камеры, ограничением рабочей температуры терморезистора (как правило, не выше 200 °С).

В таблице 3.1 приведены абсолютные и относительные значения коэффициента теплопроводности некоторых газов при температуре 0 °С и абсолютном давлении 0,1 МПа.

3.1. Теплопроводность некоторых газов

Газ	λ_r , кВт/(м·°С)	λ_r/λ_v	Газ	λ_r , кВт/(м·°С)	λ_r/λ_v
Азот	23,72	0,996	Оксись углерода	22,94	0,965
Аммиак	21,33	0,879	Сернистый ангидрид	8,17	0,344
Водород	169,60	7,130	Сероводород	12,79	0,538
Воздух	23,78	1,000	Углекислый газ	14,59	0,614
Двуокись азота	42,71	1,796	Хлор	7,65	0,322
Кислород	24,16	1,016	Водяной пар (при 100 °С)	23,15	0,973
Метан	31,38	1,320			

Примечание: λ_r и λ_v – теплопроводности соответственно газового компонента и воздуха.

Для практического применения зависимость теплопроводности газовой смеси от состава удовлетворительно описывается уравнением, аддитивным относительно теплопроводностей отдельных компонентов смеси

$$\lambda_{\text{см}} = C_1\lambda_1 + C_2\lambda_2 + \dots + C_n\lambda_n, \quad (3.2)$$

где C_1, C_2, \dots, C_n – концентрации компонентов в долях единицы; $\lambda_1, \lambda_2, \dots, \lambda_n$ – теплопроводности компонентов.

Как следует из уравнения (3.2), для бинарной газовой смеси с различными теплопроводностями компонентов теплопроводность смеси является однозначным критерием состава. Это справедливо и для квазибинарной многокомпонентной смеси, в которой теплопроводность λ_1 определяемого компонента с концентрацией C_1 значительно отличается от теплопроводности $\lambda_{\text{нк}}$ неопределяемых компонентов:

$$\lambda_{\text{см}} = \lambda_1 C_1 + \lambda_{\text{нк}} (1 - C_1).$$

Существует ряд известных схемных и конструктивных методов, позволяющих использовать термокондуктометрический метод для определения состава многокомпонентных смесей, существенно отличающихся от квазибинарных, однако чаще всего, этот метод используют для определения состава бинарных и квазибинарных смесей.

Простейшая принципиальная схема термокондуктометрического анализатора приведена на рис. 3.13. В плечи измерительного неуравновешенного моста включены одинаковые терморезисторы 5; два из них размещены в рабочих камерах 1 и 3, через которые проходит анализируемый газ, и включены в противоположные плечи моста, а два других размещены в сравнительных камерах 2 и 4, заполненных или продуваемых сравнительным газом известного и постоянного состава (например, воздухом).

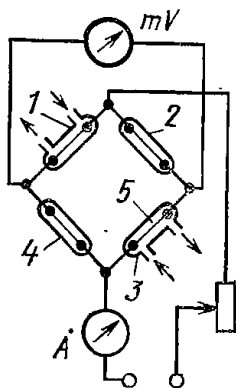


Рис. 3.13. Схема термокондуктометрического газоанализатора

Если анализируемая газовая смесь отличается по теплопроводности от сравнительного газа, то температура, а следовательно, и сопротивление терморезисторов в рабочих камерах отличаются от температуры и сопротивления терморезисторов в сравнительных камерах. Сила тока в диагонали моста зависит от величины разбаланса моста,

т.е. от содержания искомого компонента в газовой смеси. Для неуравновешенного моста сила тока в диагонали

$$I \approx \frac{I_0}{2} \frac{\Delta R}{R + R_{\text{мВ}}},$$

где I_0 – сила тока питания моста; R – сопротивление терморезисторов 5; ΔR – изменение сопротивлений плеч моста в рабочих камерах 1 и 3; $R_{\text{мВ}}$ – сопротивление милливольтметра.

Из этого уравнения видно, что измерения следует проводить при $I_0 = \text{const}$, так как только в этом случае I однозначно зависит от ΔR , т.е. от содержания искомого компонента в газовой смеси.

Зависимость силы тока в диагонали моста от температур терморезисторов и стенок измерительных камер выражается уравнением

$$I = k[(T_{\text{н}} - T_{\text{ст}}) - (T_{\text{н0}} - T_{\text{ст0}})], \quad (3.3)$$

где k – постоянная прибора; $T_{\text{н}}$ – абсолютная температура терморезистора в рабочей камере; $T_{\text{ст}}$ – абсолютная температура стенки внутри рабочей камеры; $T_{\text{н0}}$ – абсолютная температура терморезистора в сравнительной камере; $T_{\text{ст0}}$ – абсолютная температура стенки внутри сравнительной камеры. Уравнение (4.2) можно представить в виде

$$I = k[(T_{\text{н}} - T_{\text{н0}}) - (T_{\text{ст}} - T_{\text{ст0}})]. \quad (3.4)$$

Отсюда следует, что измерение содержания анализируемого компонента возможно лишь при условии равенства температур стенок внутри рабочих и сравнительных камер, т.е. при $T_{\text{ст}} - T_{\text{ст0}} = 0$. В этом случае справедлива однозначная зависимость силы тока в диагонали измерительного моста от температуры терморезистора в рабочей камере $I = f(T_{\text{н}})$.

Основные причины погрешностей в термокондуктометрических газоанализаторах: колебания температуры окружающей среды, вызывающие изменение температуры стенки измерительных камер; колебания напряжения источника питания измерительного моста; изменение скорости продувки газовой смеси через рабочие камеры. Наличие неопределяемых компонентов, в частности, водяных паров. Влияние температуры окружающей среды на показания термокондуктометрических газоанализаторов снижают объединением всех измерительных

камер в массивном металлическом моноблоке с достаточной поверхностью для отдачи теплоты, выделяемой нагревательными элементами. В газоанализаторе обычно предусматривают систему термостатирования блока преобразования.

Для устранения влияния колебаний напряжения источника питания применяют стабилизаторы напряжения или тока.

Скорость прохождения газовой смеси через измерительные газовые камеры влияет как на количество уносимой газовой смесью теплоты (и вследствие этого степень охлаждения нагревательных элементов), так и на динамические свойства газоанализатора – его постоянную времени. Выбранную оптимальную скорость в процессе работы газоанализатора следует поддерживать постоянной. Для этого используют различные стабилизаторы и регуляторы расхода.

При невозможности отбора на анализ газовых смесей с постоянной влажностью, чаще всего, смеси подвергают полной осушке перед подачей в прибор.

Термокондуктометрические газоанализаторы применяют для определения H_2 , He, CO_2 , SO_2 , NH_3 , Ar, Cl_2 , HCl в технологических смесях различного состава.

3.5. ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА

3.5.1. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ. ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МЕТОДА

Хроматографический метод анализа предназначен для определения качественного и количественного состава смесей газообразных и жидких веществ. Метод основан на разделении исследуемой смеси на компоненты за счет различной сорбируемости компонентов при движении смеси по слою сорбента. При этом компоненты смеси газов под действием потока подвижной фазы перемещаются по слою сорбента (неподвижная фаза) с различными скоростями. Подвижная фаза представляет собой газ или жидкость, неподвижная фаза – жидкость или твердое тело.

Метод реализован в аналитических приборах, называемых хроматографами. Неподвижная фаза в хроматографах размещена в хроматографических колонках и представляет собой твердое порошкообразное вещество или жидкость, нанесенную в виде тонкой пленки на твердый носитель. В зависимости от агрегатного состояния подвижной фазы (газ или жидкость) хроматографы разделяются соответственно на газовые и жидкостные. Области применения газовых и жидкостных хроматографов различны, но принцип действия одинаков.

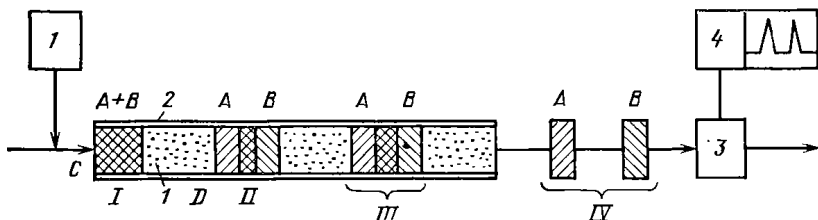


Рис. 3.14. Схема хроматографического анализа

Схема хроматографического анализа двухкомпонентной смеси (рис. 3.14) иллюстрирует принцип действия и взаимосвязь основных устройств хроматографа. Доза исследуемой смеси $A + B$ строго определенного объема вводится дозатором 1 в поток подвижной фазы C и попадает в хроматографическую колонку 2 (рис. 3.14). В колонке вследствие взаимодействия с неподвижной фазой D компоненты смеси A и B замедляют движение и приобретают разные скорости. Различие скоростей движения компонентов в колонке приводит к образованию зон бинарных смесей (компонент + подвижная фаза), разделенных зоной чистой подвижной фазы (рис. 3.14, II).

При дальнейшем перемещении компонентов по колонке зона чистой подвижной фазы между ними увеличивается до тех пор, пока компоненты не выйдут с потоком подвижной фазы из колонки (рис. 3.14, III, IV). После выхода из колонки компоненты в установившейся последовательности поступают в детектор 3 – устройство, преобразующее изменение состава подвижной фазы в выходной электрический сигнал. Этот сигнал регистрируется вторичным прибором 4 в виде графика, называемого хроматограммой.

Хроматографический метод разделения открыт и исследован в 1903 г. русским ученым М. С. Цветом, который использовал его для разделения пигментов, выделенных из зеленых листьев растения. Наблюдая процесс разделения смеси различных пигментов на колонке, заполненной мелом, М. С. Цвет назвал этот процесс «хроматографией», что означает цветозапись.

Хроматографическое разделение основано на сорбции – поглощении газов, паров или растворенных веществ (сорбатов) твердыми или жидкими поглотителями (сорбентами). В зависимости от природы сорбционных процессов их подразделяют на абсорбцию, адсорбцию и хемосорбцию (когда адсорбция сопровождается образованием на поверхности адсорбента химических соединений). Адсорбция, абсорбция и хемосорбция могут происходить в хроматографических установках

одновременно, но превалирует, как правило, один из этих процессов. В случае, когда преимущественную роль играет адсорбция, метод разделения называют *адсорбционной хроматографией*; если же разделение обусловлено абсорбционным процессом, то метод разделения называют *распределительной хроматографией*.

Разновидностями адсорбционной хроматографии, применяемой в газовых и жидкостных хроматографах, являются, соответственно, газоадсорбционный и жидкостно-адсорбционный методы. В обоих случаях неподвижная фаза представляет собой твердое порошкообразное вещество.

В распределительной хроматографии разделение веществ происходит за счет распределения разделяемых веществ между пленкой жидкой неподвижной фазы и подвижной фазой, причем разделение смеси на компоненты обусловлено различием скоростей растворения компонентов в жидкой неподвижной фазе. В газовых хроматографах применяют два варианта распределительной хроматографии: газожидкостный и капиллярный. В первом случае жидкая неподвижная фаза нанесена в виде пленки на поверхность порошкообразного твердого носителя, который помещают в хроматографические колонки, называемые *насадочными*, во втором – жидкая фаза нанесена на внутреннюю поверхность капилляра, называемого *капиллярной хроматографической колонкой*. В жидкостных хроматографах метод распределительной хроматографии называется жидко-жидкостным методом.

По технике исполнения метод аналогичен газожидкостному.

На рисунке 3.15 приведен график хроматографического пика на выходе из колонки в процессе вымывания (элюирования) компонента.

В хроматографе хроматографический пик преобразуется детектором в электрический сигнал и регистрируется на диаграммной ленте вторичного самопишущего прибора, или в персональном компьютере (см. рис. 3.15). Если детектор и регистрирующий прибор не искажают форму хроматографического пика, то зарегистрированный на диаграммной ленте график отличается от изображенного на рис. 3.15 лишь единицами измерения и масштабом.

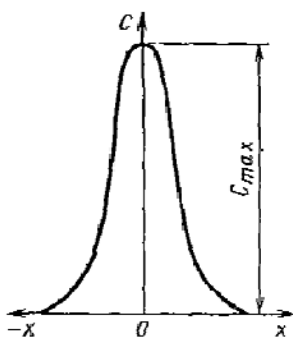


Рис. 3.15. График изменения концентрации подвижной фазы анализируемого компонента на выходе из колонки

Площадь пика, пропорциональную массе q вещества, определяют с использованием интегрирующих измерительных приборов, специальных вычислительных устройств и персонального компьютера, либо рассчитывают аппроксимацией площади пика через площадь треугольника

$$s \approx h\mu,$$

где μ – ширина пика при $h/2$ (рис. 3.16).

Градуировочная характеристика хроматографа в зависимости от того, какой параметр принят в качестве выходного сигнала (h или s), выражается уравнениями:

$$h = k_h q; \quad s = k_s q,$$

где k_h – чувствительность хроматографа; k_s – величина, пропорциональная чувствительности.

Для оценки предельных аналитических возможностей хроматографов по чувствительности и сравнения хроматографов различных типов используют характеристику, называемую пределом обнаружения C_{\min}

$$C_{\min} = 2\Delta q / (h_{\text{п}}\mu),$$

где Δ – уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа (нулевой сигнал – сигнал хроматографа при отсутствии в подвижной фазе анализируемых компонентов); $h_{\text{п}}$ – амплитуда максимума хроматографического пика, приведенная к шкале, на которой измерена величина Δ .

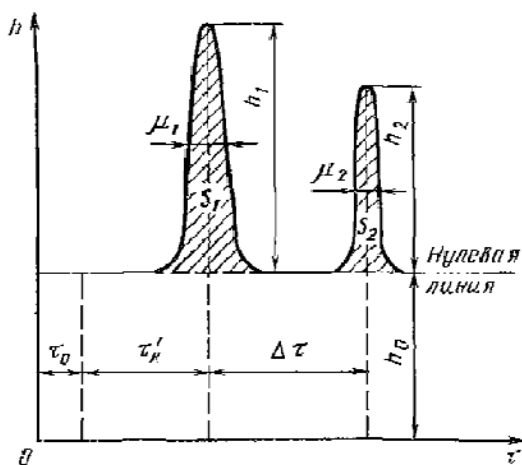


Рис. 3.16. Хроматограмма двухкомпонентной смеси

При постоянных условиях хроматографического разделения (температура в колонке, скорость подвижной фазы, геометрические параметры колонки, свойства и количество неподвижной фазы) каждый компонент анализируемой смеси проходит через колонку в течение строго определенного времени, являющегося таким образом качественной характеристикой, позволяющей распознавать компоненты анализируемой смеси. Время от момента ввода дозы в хроматограф до момента получения максимума хроматографического пика называется временем удерживания τ_R . В колонке оно складывается из двух составляющих: времени τ_0 нахождения вещества в подвижной фазе и времени τ'_R , в течение которого вещество находится в сорбенте; $\tau_R = \tau_0 + \tau'_R$.

Время удерживания зависит от скорости подвижной фазы, поэтому на практике используют понятие удерживаемого объема

$$V_R = (\tau_R - \tau_0)Q = \tau_R Q - \tau_0 Q,$$

где V_0 – объем пустот в колонке (в хроматографе V_0 складывается из свободных объемов всех устройств, через которые проходит анализируемая смесь); Q – объемный расход подвижной фазы.

Совокупность хроматографических пиков, зарегистрированных на диаграммной ленте в процессе разделения дозы исследуемой смеси, образует **хроматограмму** (см. рис. 3.16); нулевая линия соответствует нулевому сигналу хроматографа, зарегистрированному на хроматограмме.

Хроматографический процесс состоит из двух стадий: разделения веществ и «размывания» пиков разделяемых компонентов. Разделение (цель хроматографического процесса) – полезный процесс, а размывание всегда приводит к ухудшению разделения. Размывание зависит от конструкции колонки и условий опыта.

Вид хроматограммы зависит от характера связи выходного сигнала детектора с составом подвижной фазы. Детекторы по этому признаку подразделяются на два типа – *дифференциальные* и *интегральные*. Выходной сигнал дифференциального детектора пропорционален концентрации или массовой скорости компонента; поэтому хроматограмма, полученная при помощи дифференциального детектора, подобна графику изменения состава подвижной фазы в детекторе (см. рис. 3.16).

На рисунке 3.17 дана хроматограмма, полученная с помощью интегрального детектора. Выходной сигнал интегрального детектора

пропорционален массе компонента, прошедшего через детектор. Так, высота h ступени хроматограммы пропорциональна массе компонента, прошедшего через детектор в интервал времени.

Несмотря на очевидные преимущества интегральных детекторов в части обработки хроматограмм, они не нашли широкого применения, и в современных хроматографах их практически не используют. Причинами этого является малая чувствительность, недостаточная универсальность, большая инерционность, невозможность определения времени удерживания и, следовательно, невозможность использования хроматографа для качественного анализа. Хроматограмма на рис. 3.16 типична для современных хроматографов, но в большинстве практических случаев значительно сложнее.

Число пиков на хроматограмме может достигать нескольких сотен, степень разделения пиков не всегда достаточна, нулевая линия в процессе анализа может смещаться («дрейфовать»), пики могут быть асимметричными, т.е. отличаться от кривой Гаусса, значительным может быть уровень флуктуационных шумов.

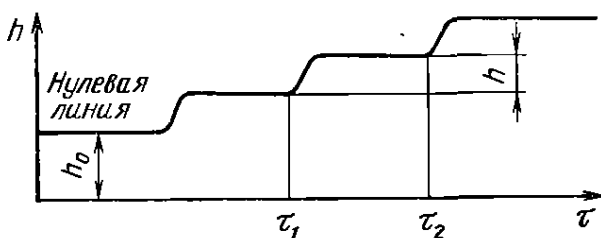


Рис. 3.17. Интегральная хроматограмма

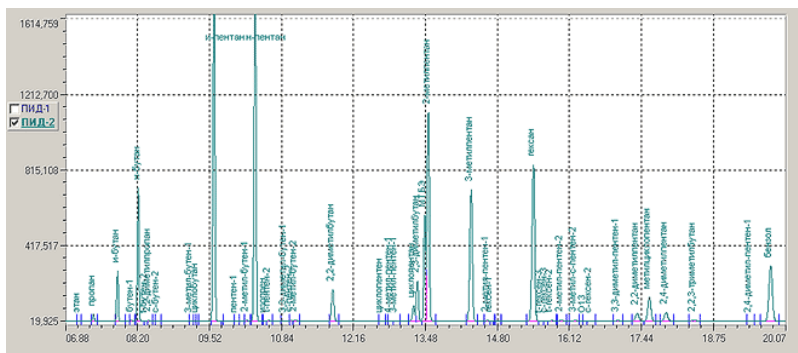


Рис. 3.18. Хроматограмма бензина АИ-92

Указанные обстоятельства существенно усложняют обработку хроматограмм и получение надежных количественных результатов. Тем не менее в большинстве практических случаев современные хроматографы обеспечивают требуемое качество анализа, часто более высокое, чем при использовании других аналитических методов.

Современные хроматографы обеспечивают возможность анализа сложных смесей, содержащих сотни компонентов. Минимальные количества анализируемых компонентов, доступные определению хроматографом, могут составлять величины до 10^{-14} г. Уникальные аналитические возможности хроматографов основаны на том, что в процессе анализа исследуемая смесь разделяется на компоненты и лишь после этого поступает в анализатор состава; в качестве последнего можно использовать селективные и неселективные детекторы любого типа, обладающие достаточно малой инерционностью. Например, наряду с простейшим неселективным термокондуктометрическим детектором в хроматографическом анализе широко применяют масс-спектрометрические, оптические, ионизационные и другие детекторы, обладающие высокой селективной чувствительностью. Кроме того, в последние годы в хроматографии широко внедряют вычислительную технику, в части управления процессом анализа, а также обработки хроматограмм. Универсальность, высокая чувствительность и производительность обеспечили широкое распространение хроматографов в самых различных отраслях науки и техники.

Газовые хроматографы применяют для качественного и количественного анализа вещества с температурой кипения от -100 до $+500$ °С. Сложные смеси, разделение которых другими методами затруднительно, разделяются в хроматографической колонке и анализируются в течение нескольких минут. Многие физические свойства, такие как поверхность адсорбента, изотермы адсорбции, теплота растворения, коэффициент активности, коэффициенты распределения, молекулярные массы и давление пара, можно определять с использованием газовых хроматографов.

Замечательной особенностью хроматографического метода является возможность разделения веществ с одинаковыми температурами кипения, что недостижимо, например, методом дистилляции. Высокоэффективная жидкостная хроматография при анализе многих веществ, особенно малолетучих и нетермостабильных, конкурирует с газовой хроматографией в отношении эффективности разделения, а также скорости и удобства проведения анализов. Жидкостные хроматографы позволяют проанализировать многочисленные смеси, анализ которых

невозможен газовыми хроматографами. Это в первую очередь относится к биологическим и физиологическим объектам, разрушающимся при высокой температуре, необходимой для их анализа газовым хроматографом, а в жидкостном хроматографе, работающем при низкой температуре хроматографической колонки, разделение таких веществ происходит без их разрушения.

Жидкостные хроматографы применяют в медицине, а также для качественного и количественного анализа: нуклеиновых кислот, наркотических и лекарственных препаратов, пестицидов и гербицидов, полимеров, аминокислот, жиров, углеводов, поверхностно-активных веществ, антиоксидантов. Жидкостные хроматографы уступают газовым в отношении чувствительности детекторов, но обладают более эффективными и разнообразными методами разделения смесей.

Кроме аналитических хроматографов, существуют так называемые препаративные хроматографы, предназначенные для разделения смесей в целях получения чистых фракций. Их широко используют в производстве особо чистых веществ и в том числе лекарственных препаратов.

3.5.2. ГАЗОВЫЙ ХРОМАТОГРАФ И ЕГО ОСНОВНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ

В состав хроматографа (рис. 3.19) наряду с основными элементами (хроматографическая колонка, детектор) входит ряд вспомогательных устройств, обеспечивающих требуемые условия работы (ввод анализируемой смеси в хроматограф, измерение и обработку выходного сигнала хроматографа и др.).

Подвижная фаза (газ-носитель) подается в колонку, как правило, из баллона со сжатым газом. Обычно в качестве газа-носителя используют гелий, азот, реже – водород. Газ-носитель должен удовлетворять следующим требованиям: быть инертным по отношению к анализируемым веществам, неподвижной фазе и конструктивным материалам, с которыми он контактирует; содержать минимальное количество примесей; не ухудшать условия работы детектора.

В большинстве случаев от расхода газа-носителя зависит чувствительность детектора, т.е. изменение расхода газа-носителя вызывает изменение высоты и площади пика. В связи с этим в хроматографах применяют регулятор расхода, представляющий собой сочетание стабилизатора расхода и измерителя расхода газа-носителя.

Расход газа-носителя составляет в хроматографах, как правило, 15...200 мл/мин.

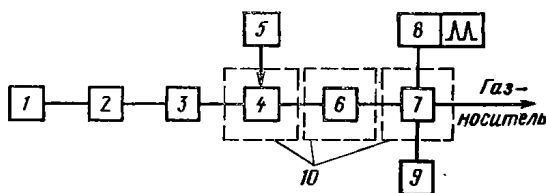


Рис. 3.19. Схема газового хроматографа:

- 1 – баллон с газом-носителем; 2 – регулятор расхода газа-носителя;
 3 – измеритель расхода газа-носителя; 4 – испаритель; 5 – дозатор;
 6 – хроматографическая колонка; 7 – детектор; 8 – регистрирующий измерительный прибор; 9 – интегратор; 10 – термостаты

Доза исследуемого вещества вводится дозатором в хроматограф быстро в виде «пробки». Газы обычно вводятся герметичными газовыми шприцами или кранами-дозаторами. Объемы газовой дозы при практическом анализе составляют от 0,1 до 10 мл. Жидкости вводят микрошприцами. В хроматографическом анализе объемы доз жидкости обычно от 0,5 до 10 мкл. *Краны-дозаторы и шприцы* – наиболее распространенные типы дозаторов, используемых в хроматографах.

Стандартная методика ввода газообразных и жидких смесей в хроматограф состоит в прокалывании самоуплотняющейся резиновой прокладки иглой шприца с последующим выдавливанием дозы исследуемой смеси из объема шприца в поток газа-носителя. В большей части современных конструкций хроматографов игла шприца при вводе дозы входит непосредственно в хроматографическую колонку. При этом начальная часть колонки не заполняется неподвижной фазой. Устройство, в котором герметично закреплены начальный участок колонки и самоуплотняющаяся резиновая прокладка, называют *испарителем*. Для установки и поддержания температуры, необходимой для испарения дозы жидкой исследуемой смеси, и нагрева до необходимой температуры начального участка колонки испаритель снабжен термостатом. Рабочие температуры испарителей в современных хроматографах достигают 500 °С и выше.

В газоадсорбционной хроматографии в качестве неподвижной фазы используют твердые порошкообразные адсорбенты. Использование твердого адсорбента, обладающего обычно большей, чем жидкость, сорбционной емкостью, позволяет разделять низкокипящие вещества при комнатной и даже повышенной температуре. Устойчивость адсорбента к высокой температуре позволяет анализировать высококипящие соединения. Адсорбент должен обладать следующими основными свойствами: селективностью; отсутствием каталитической активности и химической инертностью к компонентам разделяемой

смеси; механической прочностью; линейностью изотермы адсорбции. В качестве адсорбентов в хроматографии в основном применяют угли, силикагели, окись алюминия, синтетические цеолиты (молекулярные сита), пористые стекла, различные соли, а также пористые полимеры. В газожидкостной хроматографии неподвижная фаза представляет собой жидкость, нанесенную тонкой пленкой на твердый носитель. Жидкая фаза обладает следующими свойствами: селективностью; химической инертностью к анализируемым веществам, твердому носителю, материалу колонки и газу-носителю; низким давлением пара при рабочих температурах; химической стабильностью в условиях применения; малой вязкостью, отсутствием примесей.

Для достижения эффективного разделения жидкая фаза должна быть идентична по химическому строению компонентам разделяемой смеси, например, углеводороды лучше разделяются на жидкой фазе, которая также является углеводородом; полярные соединения – на полярной жидкой фазе; спирты – на амидах.

Жидкую фазу наносят на твердый носитель с большой однородной и инертной поверхностью. Твердый носитель должен обладать следующими свойствами: инертностью; механической прочностью; большой поверхностью; иметь однородную форму и равномерный размер частиц.

Температура неподвижной фазы сложным образом влияет на степень разделения. Температуру неподвижной фазы подбирают экспериментально, с помощью термостата колонки. Удерживаемый объем (время удерживания) уменьшается с повышением температуры, поэтому для надежного качественного анализа требуется высокая степень стабилизации температуры колонки. О характере влияния параметров опыта на удерживаемый объем V_R можно судить по уравнению

$$V_R = s_k L k e^{\frac{Q_c}{RT}}$$

где s_k – площадь сечения колонки; L – длина колонки; k – константа; Q_c – теплота сорбции; R – газовая постоянная; T – абсолютная температура.

Хроматографическая колонка представляет собой трубку из стекла, полимерного материала или металла, чаще всего, из коррозионно-стойкой стали. Колонки бывают прямые, U-образные и спиральные. Спиральные колонки наиболее компактны, поэтому их применяют чаще, чем колонки других типов. В современных хроматографах используют насадочные колонки с внутренним диаметром 1...6 мм и длиной от нескольких десятков сантиметров до 5...6 м (средняя длина

1...2 м). Капиллярная колонка представляет собой трубку с внутренним диаметром 0,2...0,5 мм и длиной от 25 до 200 м (средняя длина 50 м). Размеры колонки существенно влияют на объем удерживания, степень разделения и эффективность колонки. С удлинением колонки повышается степень разделения, с уменьшением внутреннего диаметра повышается эффективность. Для достижения максимальной эффективности чаще используют колонки с внутренним диаметром 3 и даже 1,5 мм.

Хроматографические колонки устанавливают в специальном термостате. Термостаты колонок современных хроматографов обеспечивают возможность установки двух и более колонок длиной по 3...6 м. Диапазон рабочих температур термостата колонок может быть от -100 до $+500$ °С, точность поддержания температуры порядка $\pm 0,2$ °С.

Термостат колонок, как наиболее крупный блок хроматографа, определяет композиционные особенности хроматографа конкретного типа и его внешний вид. Этот блок является основным в хроматографах, поскольку в нем размещены хроматографические колонки, а на его плоскостях – детекторы, дозаторы и испарители, т.е. все основные элементы хроматографа.

В качестве регистрирующих приборов в хроматографах используют компенсационные самопишущие потенциометры или персональные компьютеры.

Сложность и трудоемкость ручной обработки хроматограмм, низкая точность результатов расчета, особенно в случае асимметричных или плохо разделенных пиков, существенно затрудняет качественный анализ сложных многокомпонентных смесей. Это определило необходимость разработки и использования в хроматографии специальных программных средств и вычислительной техники для автоматизации процесса обработки хроматограмм.

В настоящее время в России большую популярность приобрели хроматографические комплексы серии «Хроматэк-Кристалл», которые по качеству и функциональным возможностям не уступают зарубежным аналогам.

3.5.3. ДЕТЕКТОРЫ

В настоящее время известно более 50 методов детектирования в хроматографии, но лишь несколько из них широко применяют в хроматографии. Это, в первую очередь, термокондуктометрический, пламенно-ионизационный, термоионный, электронно-захватный и пламенно-фотометрический методы детектирования. Кроме указанных методов, иногда используют термохимический и кулонометрический методы детектирования.

Термокондуктометрический детектор. Принцип действия термокондуктометрических детекторов в хроматографах и газоанализаторах аналогичный. Отличаются они лишь конструкциями. В хроматографах для уменьшения постоянной времени детектора рабочую камеру чувствительного элемента выполняют с меньшими размерами, чем камеру в газоанализаторе.

В хроматографии термокондуктометрический детектор (детектор по теплопроводности или катарометр) является одним из наиболее распространенных. Это объясняется в первую очередь его универсальностью. Термокондуктометрический детектор прост в эксплуатации, но требует термостатирования с высокой точностью и защитой от попадания в рабочие камеры воздуха. Предел обнаружения (C_{\min}) хроматографов с термокондуктометрическим детектором, выраженный в единицах объемной концентрации анализируемого вещества, примерно $5 \dots 50 \cdot 10^{-5} \%$ по объему.

Пламенно-ионизационный детектор. Принцип действия пламенно-ионизационного детектора основан на ионизации анализируемых веществ в водородном пламени. Схема пламенно-ионизационного детектора приведена на рис. 3.20.

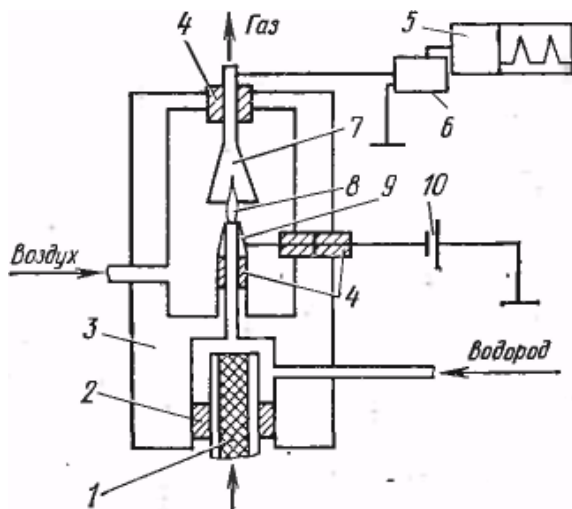


Рис. 3.20. Схема пламенно-ионизационного детектора:

- 1 – хроматографическая колонка; 2 – уплотнение колонки в детекторе;
- 3 – корпус детектора; 4 – электрические изоляторы; 5 – регистрирующий прибор;
- 6 – электрометрический усилитель; 7 – коллекторный электрод;
- 8 – водородная горелка; 9 – горелка (одновременно потенциальный электрод);
- 10 – источник питания детектора

Пламенно-ионизационный детектор проявляет высокую чувствительность фактически ко всем соединениям. Особый интерес представляет отсутствие чувствительности к воздуху, H_2O и CS_2 . Это позволяет эффективно использовать пламенно-ионизационный детектор при контроле загрязнений окружающей среды – воздуха и воды. Пламенно-ионизационный детектор надежен в эксплуатации и обладает высокой стабильностью, так как его работа незначительно зависит от изменения параметров – расхода газов, температуры, напряжения питания.

Предел обнаружения C_{\min} хроматографов с пламенно-ионизационным детектором при анализе, например, пропана, выраженный в единицах массовой скорости анализируемого вещества в детекторе, составляет $(1\dots3)\cdot 10^{-12}$ г/с или $\approx -10^{-7}\%$ по объему. Таким образом, пламенно-ионизационные детекторы обладают чувствительностью, в 100 – 1000 раз превышающей чувствительность термокондуктометрических детекторов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ К ГЛАВЕ 3

1. **Кулаков, М. В.** Технологические измерения и приборы для химических производств / М. В. Кулаков. – 3-е изд., 1983. – 424 с.
2. **Раннев, Г. Г.** Методы и средства измерений : учебник для вузов / Г. Г. Раннев, А. П. Тарасенко. – 3-е изд., стер. – М. : Издательский центр «Академия», 2006. – 336 с.
3. **Козлов, М. Г.** Метрология и стандартизация / М. Г. Козлов, <http://www.hi-edu.ru/>
4. **Фрайден, Дж.** Современные датчики : справочник / Дж. Фрайден. – М. : Техносфера, 2005. – 592 с.
5. **Харт, Х.** Введение в измерительную технику / Х. Харт ; пер. с нем. – М. : Мир, 1999. – 391 с.
6. **Клюев, В. В.** Неразрушающий контроль и диагностика : справочник / под ред. В. В. Клюева. – 3-е изд., перераб. и доп. – М. : Машиностроение, 2005. – 656 с.
7. **Болтон, У.** Карманный справочник инженера метролога / У. Болтон. – М. : Издательский дом «Додека-XXI», 2002. – 384 с.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Управление качеством не является новым явлением; оно развивалось в течение 80 лет на основе работ основоположников системы качества, поэтому система управления качеством применима к лабораториям в той же степени, что и к производству и промышленности. Хотя лаборатория является сложной системой, но для достижения качества все звенья системы должны работать правильно. Подходы к внедрению в лабораториях могут различаться в зависимости от местных обстоятельств, но начинать надо с изменений, которые легче внедрить, и которые дадут наибольший результат.

Следовательно, управление качеством в лаборатории надо внедрять поэтапно, но, в конечном счете, все основные элементы системы качества должны быть учтены.

Кроме того, при управлении качеством в лаборатории важную роль играет отслеживание эффективности системы управления качеством в лаборатории, осуществляемое с помощью аудитов.

И внешний, и внутренний аудиты предоставляют полезную информацию. Ее используют для выявления проблем в лаборатории, и в конечном итоге, для совершенствования процессов и процедур. По результатам оценки выявляют корневые причины проблем и проводят корректирующие действия.

Все лаборатории должны организовать программу внутренних аудитов. При регулярном проведении программа будет предоставлять информацию для непрерывного улучшения. Что в итоге приведет к тому, что проблемы превратятся в возможности для улучшения.

Для успешного введения в действие системы управления качеством потребуются планирование, приверженность руководства, понимание преимуществ, вовлечение сотрудников всех уровней, установление реалистичного графика и поиск путей для постоянного улучшения.

Помните:

- Качество – это не наука, это образ мышления.
- Выделенное сегодня время поможет достичь качественных результатов, профессионального и личного удовлетворения и профессионального признания.
- Каждый в лаборатории ответственен за качественную работу:
 - лидеры и руководители лаборатории должны быть глубоко привержены выполнению требований по качеству;
 - сотрудники лаборатории должны следовать всем процедурам обеспечения качества и придерживаться требований и стандартов.

ПРИЛОЖЕНИЯ

Приложение III

ЕДИНИЦЫ ИЗМЕРЕНИЯ ФИЗИЧЕСКИХ ВЕЛИЧИН (выборка из ГОСТ 8.417–2003 Единицы величин)

П1.1. ОСНОВНЫЕ ЕДИНИЦЫ ВЕЛИЧИН СИСТЕМЫ СИ

Тип величины	Название единицы	Обозначение
Основные		
Длина	метр	м
Масса	килограмм	кг
Время	секунда	с
Сила электрического тока	ампер	А
Термодинамическая температура	кельвин	К
Сила света	кандела	кд
Количество вещества	моль	моль

П1.2. ПРОИЗВОДНЫЕ ЕДИНИЦЫ. ИЗМЕРЕНИЯ НЕКОТОРЫХ ФИЗИЧЕСКИХ ВЕЛИЧИН И ИХ СООТНОШЕНИЕ ДРУГ С ДРУГОМ

Наименование величины	Обозначение	Система единиц	Название единицы измерения	Сокращение (рус.)	Соотношение с другими единицами
Длина	L, l	СИ	Метр	м	$1 \text{ м} = 10 \text{ дм} = 100 \text{ см} = 1000 \text{ мм}$
		Вне-сист.	Миллиметр	мм	$1 \text{ мм} = 10^{-3} \text{ м}$
			Сантиметр	см	$1 \text{ см} = 10 \text{ мм} = 10^{-2} \text{ м}$
			Дециметр	дм	$1 \text{ дм} = 10 \text{ см} = 10^{-1} \text{ м}$
			Километр	км	$1 \text{ км} = 10^3 \text{ м}$
Микрометр (микрон)	мкм	$1 \text{ мкм} = 10^{-4} \text{ см} = 10^{-6} \text{ м}$			

Продолжение табл. П1.2

Наименование величины	Обозначение	Система единиц	Название единицы измерения	Сокращение (рус.)	Соотношение с другими единицами
			Верста		1 верста = 1,0668 км
			Сажень		1 сажень = 2,1336 м
			Аршин		1 аршин = 0,7112 м
			Вершок		1 вершок = 4,445 см
			Линия		1 линия = 2,12 мм
			Дюйм		1 дюйм = 12 линиям = 25,4 мм
			Фут		1 фут = 12 дюймам = = 304,8 мм
			Ярд		1 ярд = 3 фут = = 914,4 мм
			Морская сажень		1 сажень = 6 фут = = 1829 мм
			Английская миля (межд.)		1 миля = 1609,3 м
			Адмиралтейская миля (узел)		1 узел = 1853,2 м = = 6080 фут
			Парсек	пк	1 пк = 3,0857·10 ¹⁶ м
		Руд		1 руд = 5,03 м	
Площадь	<i>F, f</i>	СИ	Метр квадратный	м ²	1 м ² = 10 ⁶ мм ² = = 10 ⁴ см ² = 10 ² дм ²
		Вне-сист.	Миллиметр квадрат.	мм ²	1 мм ² = 10 ⁻⁶ м ²
			Сантиметр квадрат.	см ²	1 см ² = 10 ⁻⁴ м ²
			Дециметр квадрат.	дм ²	1 дм ² = 10 ⁻² м ²
			Ар (сотка)	а	1 а = 100 м ²
			Гектар	га	1 га = 100 а = 104 м ²
			Акр	акр	1 акр = 0,4047 га

Продолжение табл. П1.2

Наименование величины	Обозначение	Система единиц	Название единицы измерения	Сокращение (рус.)	Соотношение с другими единицами
Объем, вместимость	V	СИ	Метр кубический	м ³	1 м ³ = 10 ⁶ см ³ = = 10 ³ дм ³ (л)
			Квадр. дюйм	дюйм ²	1 дюйм ² = 6,45 см ²
			Квадр. фут	фут ²	1 фут ² = 9,29 дм ²
			Квадр. ярд	ярд ²	1 ярд ² = 0,836 м ²
			Квадр. миля	миля ²	1 миля ² = 640 акр = = 259 га
		Вне-сист.	Миллиметр куб.	мм ³	1 мм ³ = 10 ⁻⁹ м ³
			Сантиметр куб. (миллилитр)	см ³ (мл)	1 см ³ = 10 ⁻⁶ м ³ (1 мл = 10 ⁻⁶ м ³)
			Дециметр куб. (литр)	дм ³ (л)	1 дм ³ = 10 ⁻³ м ³ (1 л = 10 ⁻³ м ³)
			Ведро		1 ведро = 12,2994 л
			Галлон		1 галлон = = 4,546 · 10 ⁻³ м ³ = = 4,546 л
			Баррель (США) нефтяной	Б	1 Б нефтяной = = 42 галлона = = 0,158987 м ³ = = 158,987 л
			Баррель (США) сухой	Б	1 Б сухой = = 0,115627 м ³ = = 115,627 л
			Джил		1 джил = 0,142 л
			Пинта		1 пинта = 4 джила = = 0,568 л = = 5,68 · 10 ⁻⁴ м ³
			Кварта		1 кварта = 2 пинты = = 1,136 л
			Галлон (США)		1 галлон = 3,78 л

Продолжение табл. П1.2

Наименование величины	Обозначение	Система единиц	Название единицы измерения	Сокращение (рус.)	Соотношение с другими единицами
			Бочка винная		1 б. в. = 140 л
			Бочка пивная		1 б. п. = 120 л
			Бутыль мерная		1 б. м. = 0,75 л
			Гарнец		1 гарнец = 2,8 л
			Четверик		1 четверик = 22,5 л
			Бушель (сыпучий)		1 бушель = 8 галлонов = = 36,352 л
			Шкалик		1 шкалик = 0,06 л
			Мерзавчик		1 мерзавчик = = 0,125 л
			Сороковка		1 сор. = 0,3 л
			Бутылка		1 бут. = 0,61 л
			Штоф		1 штоф = 1,23 л
Четверть		1 чет. = 3,0 л			
Масса	<i>m</i>	СИ	Килограмм	кг	1 кг = 10 ³ г = = 10 ⁶ мг = 10 ⁻³ т
		Вне-сист.	Миллиграмм	мг	1 мг = 10 ⁻³ г = 10 ⁻⁶ кг
			Грамм	г	1 г = 10 ⁻³ кг = 10 ³ мг
			Тонна	т	1 т = 10 ³ кг
			Атомная единица массы	а.е.м.	1 а.е.м. = = 1,660570·10 ⁻²⁷ кг
			Центнер (рус.)	ц	1 ц = 100 кг
			Пуд		1 пуд = 16,380496 кг
			Фунт (рус.)		1 фунт = = 0,40951241 кг
Золотник		1 золотник = = 4,265542 г			

Продолжение табл. П1.2

Наименование величины	Обозначение	Система единиц	Название единицы измерения	Сокращение (рус.)	Соотношение с другими единицами
			Карат		1 карат = 0,2 г = = 0,0002 кг
			Лот		1 лот = = 3 золотника = 12 г
			Гран		1 гран = 64,8 мг
			Дран		1 дран = 1,772 г
			Унция		1 унция = 16 дран = = 28,349 г
			Фунт (англ.)		1 фунт = 16 унций = 453,593 г
			Стоун		1 стоун = 6,3 кг
			Центнер (англ.)		1 центнер = 50,802 кг
			Центнер (США)		1 центнер = 45,35 кг
			Тонна (англ.)		1 т = 20 ц (англ.) = = 1016,048 кг
Время	τ	СИ	Секунда	с	
		Вне-сист.	Минута	мин	1 мин = 60 с
			Час	с	1 ч = 60 мин = 3600 с
			Сутки	сут	1 сут = 24 ч = = 1440 мин = = 86 400 с
Скорость (линейная)	V, U	СИ	Метр в секунду	м/с	
		Вне-сист.	Километр в час	км/ч	1 км/ч = 0,278 м/с = = 0,54 мор. миля/ч
			Морская миля в час	мор. миля/ч	1 мор.миля/ч = = 0,515 м/с = = 1,855км/ч
			Узел (морск.)	уз	1 уз = 0,514 м/с

Продолжение табл. П1.2

Наименование величины	Обозначение	Система единиц	Название единицы измерения	Сокращение (рус.)	Соотношение с другими единицами
Ускорение	a	СИ	Метр на секунду в квадрате	м/с^2	
Расход объемный (подача насоса)	Q	СИ	Метр кубический в секунду	$\text{м}^3/\text{с}$	$1 \text{ м}^3/\text{с} = 10^3 \text{ л/с} = 6 \cdot 10^4 \text{ л/мин} = 3,6 \cdot 10^3 \text{ м}^3/\text{ч} = 3,6 \cdot 10^6 \text{ л/ч}$
		Вне-сист.	Литр в секунду	л/с	$1 \text{ л/с} = 10^{-3} \text{ м}^3/\text{с} = 60 \text{ л/мин} = 3,6 \text{ м}^3/\text{ч} = 3,6 \cdot 10^3 \text{ л/ч}$
			Литр в минуту	л/мин	$1 \text{ л/мин} = 1,67 \cdot 10^{-5} \text{ м}^3/\text{с} = 1,67 \cdot 10^{-2} \text{ л/с} = 6 \cdot 10^{-2} \text{ м}^3/\text{ч} = 60 \text{ л/ч}$
			Метр кубический в час	$\text{м}^3/\text{ч}$	$1 \text{ м}^3/\text{ч} = 2,78 \cdot 10^{-4} \text{ м}^3/\text{с} = 0,278 \text{ л/с} = 16,7 \text{ л/мин} = 10^3 \text{ л/ч}$
			Литр в час	л/ч	$1 \text{ л/ч} = 2,78 \cdot 10^{-7} \text{ м}^3/\text{с} = 2,78 \cdot 10^{-4} \text{ л/с} = 10^{-3} \text{ м}^3/\text{ч}$
Сила, вес	$P (G, F)$	СИ	Ньютон	Н	(м кг с^{-2})
		Вне-сист.	Килограмм силы	кгс	$1 \text{ кгс} = 9,81 \text{ Н} = 9,81 \cdot 10^5 \text{ дин}$
			Тонна силы	тс	$1 \text{ тс} = 9810 \text{ Н}$
			Дина	дин	$1 \text{ дин} = 10^{-5} \text{ Н} = 1,02 \cdot 10^{-6} \text{ кгс}$
			Стен	стен	$1 \text{ стен} = 10^3 \text{ Н}$

Продолжение табл. П1.2

Наименование величины	Обозначение	Система единиц	Название единицы измерения	Сокращение (рус.)	Соотношение с другими единицами	
Плотность	ρ	СИ	Килограмм на метр кубический	кг/м ³		
		Вне-сист.	Тонна на метр кубический	т/м ³	1 т/м ³ = 10 ³ кг/м ³	
			Грамм на сантиметр кубический	г/см ³	1 г/см ³ = 10 ⁻³ кг/м ³	
Удельный вес	γ	СИ	Килограмм силы секунда в квадрате на метр в четвертой степени	кгс·с ² /м ⁴	1 кгс·с ² /м ⁴ = 9,81 кг/м ³	
			Вне-сист.	Килограмм силы на метр кубический	кгс/м ³	1 кгс/м ³ = 9,81 Н/м ³
				Килограмм силы на дециметр кубический	ксм/дм ³	1 кгс/дм ³ = 10 ³ кгс/м ³ = 9810 Н/м ³
Удельный объем	V/m	СИ	Метр кубический на килограмм	м ³ /кг		
		Вне-сист.	Метр кубический на тонну	м ³ /т	1 м ³ /т = 10 ⁻³ м ³ /кг	
			Дециметр кубический на килограмм	дм ³ /кг	1 дм ³ /кг = 1 см ³ /г = 10 ⁻³ м ³ /кг	
		Сантиметр кубический на грамм	см ³ /г	1 см ³ /г = 1 дм ³ /кг = 10 ⁻³ м ³ /кг		

Продолжение табл. П1.2

Наименование величины	Обозначение	Система единиц	Название единицы измерения	Сокращение (рус.)	Соотношение с другими единицами	
Давление	P	СИ	Паскаль (ньютон на метр квадратный)	Па (Н/м ²)	1 Па = 10 ⁻⁵ бар = = 0,102 мм вод. ст = = 7,5024·10 ⁻³ мм рт. ст = = 1,02·10 ⁻⁵ кгс/см ²	
			Вне-сист.	Килограмм силы на метр квадратный	кгс/м ²	1 кгс/м ² = 9,81 Па
				Килограмм силы на сантиметр квадратный (атмосфера)	кгс/см ² (ат)	1 кгс/см ² (ат) = = 9,81·10 ⁴ Па
				Миллиметр ртутного столба	мм рт. ст	1 мм рт. ст. = = 1,33·10 ² Па = = 1,33·10 ⁻³ бар = = 13,6 мм вод. ст.
				Миллиметр водяного столба	мм вод. ст.	1 мм вод. ст. = = 9,81 Па = = 9,8·10 ⁻⁵ бар = = 7,35·10 ⁻² мм рт. ст.
Бар	бар	1 бар = 10 ⁵ Па				
Температура	T	СИ	Кельвин	К		
	t	Вне-сист.	Градус Цельсия	°C	$t_c = T - T_0 =$ $= (T - 273,15)K$ по размеру: 10 °C = 1 K	
			Градус Фаренгейта	°F	$t_c = (t_f - 32)/1,8, °C$ по размеру: 1 °F = 5/9 °C = = 5/9 K = 1 °R	
			Градус Ренкина	°R	$T_k = 5/9 T_R K$ $t_c = 5/9 T_R - 273,15 °C$ по размеру: 1 °R = 5/9 K = 5/9 °C	

Продолжение табл. П1.2

Наименование величины	Обозначение	Система единиц	Название единицы измерения	Сокращение (рус.)	Соотношение с другими единицами
			Градус Реомюра	°R	$1\text{ }^{\circ}\text{C} = 0,8\text{ }^{\circ}\text{R}$ $t_c = 1,25t_R$
Коэффициент вязкости динамический	μ	СИ	Ньютон секунда на метр квадратный	$\text{H}\cdot\text{с}/\text{м}^2$	
		Вне-сист.	Пуаз	пз	$1\text{ пз} = 1\text{ дин}\cdot\text{с}/\text{см}^2 =$ $= 0,1\text{ H}\cdot\text{с}/\text{м}^2$
			Сантипуаз	спз	$1\text{ спз} =$ $= 1/9810\text{ кгс}\cdot\text{с}/\text{м}^2 =$ $= 10^{-3}\text{ H}\cdot\text{с}/\text{м}^2$
Коэффициент вязкости кинематический	γ	СИ	Метр квадратный на секунду	$\text{м}^2/\text{с}$	
		Вне-сист.	Стокс	Ст	$1\text{ Ст} = 1\text{ см}^2/\text{с} =$ $= 10^{-4}\text{ м}^2/\text{с}$
			Сантистокс	сСт	$1\text{ сСт} = 10^{-6}\text{ м}^2/\text{с}$
Работа, энергия, количество теплоты	A, E, Q	СИ	Джоуль	Дж Н·м	$1\text{ Дж} = 10^7\text{ эрг} =$ $= 0,102\text{ кгс}\cdot\text{м} =$ $= 0,239\text{ кал} =$ $= 2,78\cdot 10^{-7}\text{ кВт}\cdot\text{ч}$
		Вне-сист.	Эрг	эрг	$1\text{ эрг} = 10^{-7}\text{ Дж} =$ $= 1,02\cdot 10^8\text{ кгс}\cdot\text{м} =$ $= 2,39\cdot 10^8\text{ кал} =$ $= 2,78\cdot 10^{-14}\text{ кВт}\cdot\text{ч}$
			Калория	кал	$1\text{ кал} = 4,1868\text{ Дж} =$ $= 4,1868\cdot 10^7\text{ эрг} =$ $= 0,42686\text{ кгс}\cdot\text{м} =$ $= 1,16\cdot 10^{-6}\text{ кВт}\cdot\text{ч}$

Продолжение табл. П1.2

Наименование величины	Обозначение	Система единиц	Название единицы измерения	Сокращение (рус.)	Соотношение с другими единицами
			Киловатт час	кВт·ч	$1 \text{ кВт}\cdot\text{ч} =$ $= 3,6 \cdot 10^6 \text{ Дж} =$ $= 3,6 \cdot 10^{13} \text{ эрг} =$ $= 3,67 \cdot 10^5 \text{ кгс}\cdot\text{м} =$ $= 8,6 \cdot 10^5 \text{ кал}$
			Лошадиная сила час	л.с.ч	1 л.с.ч = 2,6478 МДж
			Электрон-вольт	эВ	$1 \text{ эВ} =$ $= 1,60219 \cdot 10^{-19} \text{ Дж}$
Мощность	P	СИ	Ватт (джоуль в секунду)	Вт (Дж/с)	$1 \text{ Вт} = 10^7 \text{ эрг/с} =$ $= 0,239 \text{ кал/с}$
		Вне-сист.	Эрг в секунду	эрг/с	$1 \text{ эрг/с} = 10^{-7} \text{ Вт} =$ $= 2,39 \cdot 10^{-8} \text{ кал/с}$
			Калория в секунду	кал/с	$1 \text{ кал/с} = 4,1868 \text{ Вт} =$ $= 4,1868 \cdot 10^7 \text{ эрг/с}$
			Лошадиная сила	л.с.	$1 \text{ л.с.} = 736 \text{ Вт} =$ $= 7,36 \cdot 10^9 \text{ эрг/с} =$ $= 75 \text{ кгс}\cdot\text{м/с} =$ $= 175,5 \text{ кал/с}$
Удельная теплоемкость	c	СИ	Джоуль на килограмм, Кельвин	Дж/кг·К	
		Вне-сист.	Килокалория на килограмм, градус Цельсия	ккал/кг·°С	$1 \text{ ккал/кг}\cdot\text{°С} =$ $= 4,1868 \text{ кДж/кг}\cdot\text{К}$
Теплопроводность	λ	СИ	Ватт на метр, Кельвин	Вт/м·К	
		Вне-сист.	Вилокалория в час на метр, градус Цельсия	ккал/ч·м·°С	$1 \text{ ккал/ч}\cdot\text{м}\cdot\text{°С} =$ $= 1,163 \text{ Вт/м}\cdot\text{К}$

Продолжение табл. П1.2

Наименование величины	Обозначение	Система единиц	Название единицы измерения	Сокращение (рус.)	Соотношение с другими единицами
Коэффициент теплопередачи (теплотдачи, теплообмена)	$K (\alpha)$	СИ	Ватт на метр квадратный, Кельвин	Вт/м ² ·К	
		Вне-сист.	Килокалория в час на квадратный метр, градус Цельсия	ккал/ч·м ² ·°С	1 ккал/ч·м ² ·°С = = 1,163 Вт/м ² ·К
Количество электричества	Q	СИ	Кулон	Кл	
Электрическое напряжение (потенциал)	V, U	СИ	Вольт	В	Вт/А; м ² ·кг·с ⁻³ ·А ⁻¹
Электрическая емкость	C	СИ	Фарад	Ф	Кл/В; м ⁻² ·кг ⁻¹ ·с ⁴ ·А ²
Частота	f	СИ	Герц	Гц	
Магнитная индукция величины	B	СИ	Тесла	Тл	Вб/м ² ; кг·с ⁻² ·А ⁻¹
		Вне-сист.	Гаусс	Гс	1 Гс = 10 ⁻⁴ Тл
Магнитный поток	Φ	СИ	Вебер	Вб	В·с; м ² ·кг·с ⁻² ·А ⁻¹
		Вне-сист.	Максвелл	Мкс	1 Мкс = 10 ⁻⁸ Вб
Индуктивность	L	СИ	Генри	Гн	Вб/А; м ² ·кг·с ⁻² ·А ⁻²

Окончание табл. П1.2

Наименование величины	Обозначение	Система единиц	Название единицы измерения	Сокращение (рус.)	Соотношение с другими единицами
Электрическое сопротивление	R	СИ	Ом	Ом	$\text{В/А}; \text{м}^2 \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-3} \cdot \text{А}^{-2}$
Электрическая проводимость	G	СИ	Сименс	См	$\text{А/В}; \text{м}^{-2} \cdot \text{кг}^{-1} \cdot \text{с}^3 \cdot \text{А}^2$
Напряженность магнитного поля	H	СИ	Ампер на метр	А/м	
		Вне-сист.	Эрстед	Э	$1 \text{ Э} = 79,6 \text{ А/м}$
Световой поток	Φ	СИ	Люмен	лм	кд ср (стерадиан)
Световая энергия	Q_v	СИ	Люмен-секунда	лм с	
Световая яркость	L_v	СИ	Кандела на квадратный метр	кд/м ²	
		Вне-сист.	Стильб	ст	$1 \text{ ст} = 10^4 \text{ кд/м}^2$
			Нит	нт	$1 \text{ нт} = 1 \text{ кд/м}^2$
Освещенность	E_v	СИ	Люкс	лк	$\text{М}^{-2} \cdot \text{кд} \cdot \text{ср}$ (стерадиан)
Сила оптическая	j_v	СИ	Диоптрия	дптр	$1 \text{ дптр} = 1 \text{ м}^{-1}$

П1.3. ЕДИНИЦЫ ИЗМЕРЕНИЯ НЕКОТОРЫХ ДОЗИМЕТРИЧЕСКИХ ВЕЛИЧИН

Наименование величины	Обозначение	Система единиц	Название единицы измерения	Сокращение (русск.)	Соотношение с другими единицами
Активность	А	СИ	Беккерель	Бк	1 Бк = = 1 распад/с
		Вне-сист.	Кюри	Ки	1 Ки = = $3,7 \cdot 10^{10}$ Бк
Поглощенная доза	Д	СИ	Грей	Гр	$\text{м}^2 \cdot \text{с}^{-2}$
		Вне-сист.	Рад	рад	1 рад = 0,01 Гр
Мощность поглощенной дозы	Д	СИ	Грей в секунду	Гр/с	1 Гр/с = 1 Дж/с кг = = 1 Вт/кг
		Вне-сист.	Рад в секунду	рад/с	1 рад/с = = 10^{-2} Гр/с
Экспозиционная доза	Х	СИ	Кулон на килограмм	Кл/кг	1 Кл/кг = = $3,88 \cdot 10^3$ Р
		Вне-сист.	Рентген	Р	1 Р = = $2,58 \cdot 10^{-4}$ Кл/кг
Мощность экспозиционной дозы	Х	СИ	Кулон на килограмм в секунду	Кл/кг·с	1 Кл/кг·с = = $3,88 \cdot 10^3$ Р/с = = $1,39 \cdot 10^6$ Р/ч
		Вне-сист.	Рентген в секунду	Р/с	1 Р/с = = $2,58 \cdot 10^{-4}$ Кл/кг·с = = $2,58 \cdot 10^{-4}$ А/кг = = 1 Р/ч = = $7,17 \cdot 10^{-8}$ Кл/кг·ч = = $7,17 \cdot 10^{-8}$ А/кг

Продолжение табл. П1.3

Наименование величины	Обозначение	Система единиц	Название единицы измерения	Сокращение (русск.)	Соотношение с другими единицами
Эквивалентная доза	$D_{\text{экв}}$	СИ	Зиверт	Зв	
		Вне-сист.	Бэр	бэр	$1 \text{ бэр} = 10^{-2} \text{ Зв}$
Энергия ионизирующего излучения	E	СИ	Джоуль	Дж	
Период полураспада, средняя продолжительность жизни	$T_{1/2}$	СИ	Секунда	с	

**П2. ОФИЦИАЛЬНО УТВЕРЖДЕННЫЕ ПРИСТАВКИ
ДЕСЯТИЧНОГО ДЕЛЕНИЯ ЕДИНИЦ**

Наименование приставки	Обозначение		Множитель (логарифм степени десяти)
	латинское	русское	
Экса	E	Э	18
Пета	P	П	15
Тера	T	Т	12
Гига	G	Г	9
Мега	M	М	6
Кило	k	к	3
Гекто	h	г	2
Дека	da	да	1
Деци	d	д	-1
Санتي	c	с	-2
Милли	m	м	-3
Микро	μ	мк	-6
Нано	n	н	-9
Пико	p	п	-12
Фемто	f	ф	-15
Атто	a	а	-18

СОСТАВ ТЕХНИЧЕСКОЙ ДОКУМЕНТАЦИИ

Конструкторская документация – это графические и текстовые документы, которые в совокупности или в отдельности определяют состав и устройство изделия и содержат необходимые данные для его разработки, изготовления, контроля, эксплуатации, ремонта и утилизации. Конструкторская *документация является товаром* и на нее распространяются все нормативно-правовые акты как на товарную продукцию.

Состав конструкторской документации различен для разных видов и комплектации оборудования. Он формируется по требованию Заказчика и может включать следующие документы:

1. План размещения оборудования в здании/на площадке.
2. Технологическая схема.
3. Данные по теплоотдаче.
4. Схемы электрических соединений и данные по электрическим нагрузкам.
5. Чертеж общего вида – документ, определяющий конструкцию изделия, взаимодействие его составных частей и поясняющий принцип работы изделий.
6. Габаритный чертеж – документ, содержащий контурное (упрощенное) изображение изделия с габаритными, установочными и присоединительными размерами.
7. Электромонтажный чертеж (монтажная схема) – документ, содержащий данные, необходимые для выполнения электрического монтажа изделий.
8. Контурное (упрощенное) изображение изделия, а также данные, необходимые для его монтажа на месте применения.
9. Чертеж опорной плиты с полной информацией для разработки фундаментов.
10. Гидравлический расчет пропускной способности трубопроводов и измерительных линий.
11. Схемы – документ, в котором показаны в виде условных изображений или обозначений составные части изделия и связи между ними.
12. Спецификация – документ, определяющий состав сборочной единицы, комплекса или комплекта.

13. Ведомость спецификаций – документ, содержащий перечень всех спецификаций составных частей изделия с указанием их количества.

14. Сводную заказную спецификацию – документ, оформленный в формате PDF и в формате XLS.

15. Пояснительная записка – документ, содержащий описание устройства и принципа действия разрабатываемого изделия, а также обоснование принятых при его разработке технических и технико-экономических решений.

16. Опросные листы на основные узлы оборудования/агрегата. Производительность оборудования (технические характеристики оборудования, графики рабочих характеристик), параметры (температура, давление и т.д.) и физико-химические свойства рабочей среды.

17. Технические условия – документ, содержащий требования (совокупность всех показателей, норм, правил и положений) к изделию, его контролю, приемке и поставке, которые нецелесообразно указывать в других конструкторских документах.

18. Инструкция по монтажу, техническому обслуживанию, ремонту и эксплуатации на оборудование/агрегат и составные узлы.

19. Баланс потребления энергоресурсов (электроэнергия, воздух КИП, азот, пар, вода и пр.).

20. Перечень потребителей электроэнергии.

21. Перечень запасных частей, для пуска и двухлетней эксплуатации оборудования.

22. Исходные данные для расчета присоединяемого оборудования.

23. Сертификат соответствия.

24. Исходные данные (документацию, ведомости объемов монтажных работ) для составления сметной документации на монтаж оборудования на строительной площадке.

25. Разрешение на применение Ростехнадзора, а при необходимости санитарно-эпидемиологическое заключение и сертификат пожарной безопасности.

Технологическая документация представляет собой конструкторский документ, который в отдельности или в совокупности с другими документами определяет правила изготовления изделия и отражает описания и нормативные показатели настройки и функционирования технологических процессов. Состав технологической докумен-

тации зависит от содержания технологического процесса и используемого при этом технологического оборудования и может включать следующие основные документы:

1. Карту технологического процесса.
2. Маршрутную карту, если в ней предусмотрен контроль параметров с указанием методов и средств измерений.
3. Технологическую инструкцию, если в ней изложены требования по измерениям.
4. Операционную карту технического контроля.
5. Описания технологических процессов и режимов работы оборудования, в том числе обязательные для оформления:
 - вывод на режим;
 - режимы планируемых и аварийных остановок, повторного пуска;
 - устранение неисправностей.
6. Описания алгоритмов работы оборудования (по каждому параметру контроля, управления, регулирования, защиты, блокировки) и комплекта в целом.

Контрольно-измерительные приборы и автоматика (КИПиА), автоматизированным системам управления технологическими процессами (АСУТП) и испытательному оборудованию формируют основу современных технологических процессов. Состав КИПиА АСУТП раскрывается в конструкторской документации отдельным набором документов, в котором определяются правила монтажа и эксплуатации средств измерения и управления. В комплект документации по КИПиА АСУТП могут включаться следующие основные документы:

1. Спецификация приборов и оборудования КИПиА.
2. Описание принципа (системы) кодирования приборов и оборудования КИПиА.
3. Чертежи общего вида и схемы принципиальные на шкафы силовые, шкафы автоматики и щиты управления.
4. Описание комплексной технологической схемы со схемой автоматизации.
5. Метрологическое обеспечение, организация поверки/калибровки СИ, аттестации испытательного оборудования.
6. Расчеты сужающих устройств и регулирующей арматуры с ПО.

7. Общая структурная схема автоматизации и схемы автоматизации (P&ID или их аналоги) по каждому объекту.

8. Принципиальные (электрические, пневматические, гидравлические) схемы по каждому оборудованию в составе объекта, включая локальные устройства.

9. Схемы (таблицы) соединений и подключения внешних проводок (в том числе к устройству связи с удаленным объектом).

10. Таблица межблочных соединений.

11. Контурные (петлевые) схемы по каждому датчику и исполнительному устройству.

12. Топология сети Foundation Fieldbus или др.

13. Описание программного обеспечения, включая описание протоколов обмена.

14. Схемы (таблицы) соединений и подключений в клеммных кабельных коробках, план размещения клеммных коробок.

15. Карты безопасности (причинно-следственные таблицы аварийных отключений) по оборудованию, объекту в целом.

16. Руководство пользователя и системного администратора.

17. Перечень (таблица) входных и выходных сигналов и данных.

18. Чертежи видеокадров.

Эксплуатационная документация представляет собой конструкторский документ, который в отдельности или в совокупности с другими документами определяет правила эксплуатации изделия и(или) отражает сведения, удостоверяющие гарантированные изготовителем значения основных параметров и характеристик (свойств) изделия, гарантии и сведения по его эксплуатации в течение установленного срока службы.

Эксплуатационная документация идет уже в составе товара, которая была разработана по конструкторской документации и включает в себя следующие документы:

1. Формуляр – документ, содержащий сведения, удостоверяющие гарантии изготовителя, значения основных параметров и характеристик (свойств) изделия, сведения, отражающие техническое состояние данного изделия, сведения о сертификации и утилизации изделия, а также сведения, которые вносят в период его эксплуатации (длительность и условия работы, техническое обслуживание, ремонт и другие данные).

2. Паспорт на изделие – документ, содержащий сведения, удостоверяющие гарантии изготовителя, значения основных параметров и характеристик (свойств) изделия, а также сведения о сертификации и утилизации изделия.

3. Руководство по эксплуатации изделия и его составных частей – документ, содержащий сведения о конструкции, принципе действия, характеристиках (свойствах) изделия, его составных частей. Кроме того, в руководство включаются указания, необходимые для правильной и безопасной эксплуатации изделия (использования по назначению, технического обслуживания, текущего ремонта, хранения и транспортирования) и оценок его технического состояния для определения необходимости отправки его в ремонт, а также сведения по утилизации изделия и его составных частей.

4. Ведомость комплекта запасных частей, инструмента и принадлежностей (ЗИП) – документ, содержащий номенклатуру, назначение, количество и места укладки запасных частей, инструментов, принадлежностей и материалов, расходуемых за срок службы изделия.

5. Каталог деталей и сборочных единиц – документ, содержащий перечень деталей и сборочных единиц изделия с иллюстрациями и сведения об их количестве, расположении в изделии, взаимозаменяемости, конструктивных особенностях и материалах.

6. Нормы расхода запасных частей – документ, содержащий номенклатуру материалов и их количество, расходуемое на нормированное количество изделий за период их эксплуатации.

7. Нормы расхода материалов – документ, содержащий номенклатуру материалов и их количество, расходуемое на нормированное количество изделий за период их эксплуатации.

8. Ведомость эксплуатационных документов – документ, устанавливающий комплект эксплуатационных документов и места укладки документов, поставляемых с изделием или отдельно от него.

9. Учебно-технические плакаты – документы, содержащие сведения о конструкции изделия, принципах действия, приемах использования, техническом обслуживании, утилизации, областях технических знаний с необходимыми иллюстрациями.

10. Этикетка – документ, содержащий гарантии изготовителя, значения основных параметров и характеристик (свойств) изделия, сведения о сертификации изделия и его утилизации (при необходимости).

**П4. ОБЪЕКТЫ ТЕХНИЧЕСКОЙ ДОКУМЕНТАЦИИ,
ПОДЛЕЖАЩИЕ ПРОВЕРКЕ
ПРИ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ ЭКСПЕРТИЗЕ**

Вид документа	Подлежат проверке
<p>Техническое задание на проектирование изделия</p> <p>Документация эскизного и технического проектов</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Номенклатуры измеряемых параметров на предмет определения их оптимальности для обеспечения качества изделия. 2. Габаритные, установочные, присоединительные размеры и прочие выходные параметры изделия. 3. Возможность контроля выходных параметров изделия средствами измерений (серийно выпускаемыми и нестандартизованными). 4. Конструкционные особенности изделия, позволяющие осуществлять контроль необходимых параметров в процессе изготовления, испытания, эксплуатации и ремонта. 5. Полнота и правильность требований, предъявляемых к средствам измерений и методикам выполнения измерений
<p>Технические условия на изделия</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Габаритные, установочные, присоединительные размеры и их отклонения на соответствие требованиям, предъявляемым к изделию (схемам) техническим заданием на проектирование. 2. Методы, средства измерений и технологическое оборудование (стенды, приборы, приспособления, оснастка, инструменты и др.) на предмет правильности их выбора для контроля работы и настройки (регулировки) изделия

Вид документа	Подлежат проверке
	<p>3. Средства измерений рекомендованные к применению, изготавливаемые промышленностью и прошедшие сертификацию.</p> <p>4. Правильность установления:</p> <ul style="list-style-type: none"> – вида и объемов контроля, в зависимости от характера продукции (например, типовые, приемо-сдаточные, периодические испытания, летучий контроль производства, а также испытания на надежность, контрольные сборки и разборки); – сроков (периодичности) проведения по каждой категории контроля; – показателей качества контролируемых параметров и последовательности, в которой эти параметры контролируются. <p>5. Требования, предъявляемые к изделию при его подготовке к контролю (испытанию, измерениям).</p> <p>6. Схемы подсоединения средств измерений к контролируемым изделиям на предмет правильности их выполнения.</p> <p>7. Назначенные требования по проведению контроля в целях выявления правильности их описания, последовательности, подлежащих проведению операций, а также устанавливаемого порядка ведения записей.</p> <p>8. Показатели точности измерений на соответствие установленным требованиям эффективности и достоверности контроля и взаимозаменяемости.</p> <p>9. Наименования и обозначения физических величин и единиц для их измерения</p>

Вид документа	Подлежат проверке
Техническое описание	<p>1. Методы и средства измерений и технологическое оборудование (стенды, приборы, приспособления, оснастка инструмента и др.), необходимые для контроля работы настройки (регулировки) изделия.</p> <p>2. Средства измерений в числе сертифицированных и изготавливаемых промышленностью</p>
Инструкция по эксплуатации	<p>1. Средства, методы контроля и технологическое оборудование (стендов, приборов, приспособлений, оснастки инструмента и др.), обеспечивающие контроль работы и настройки (регулировки) изделия.</p> <p>2. Технические характеристики средств измерений на соответствие установленным режимам работы и допускаемым отклонениям параметров изделий.</p> <p>3. Средства измерений, прошедшие сертификацию и изготавливаемые промышленностью.</p> <p>4. Описания операции по проверке изделия в работе с помощью рекомендованных средств измерений.</p> <p>5. Правильность указаний, установленных для организации и проведения измерений и обеспечивающих безопасность труда</p>
Чертежи сборочные, габаритные и монтажные	<p>1. Размеры предельных отклонений и других параметров, а также требований установленным режимам работы и допускаемым отклонениям параметров изделий.</p> <p>2. Простановку допусков соединений деталей и технически обоснованной точности их изготовления, исходя из требуемого характера изготовления изделий</p>

Вид документа	Подлежат проверке
	<p>3. Формулировки технических требований к чертежам, назначению содержащихся сведений по измерению и контролю, и соответствию их техническим условиям и инструкциям по эксплуатации изделий.</p> <p>4. Степень применения прогрессивных методов и средств контроля</p>
Чертежи деталей	<p>1. Номенклатуры измеряемых параметров, применяемых при контроле размеров в целях выявления оптимальности их состава для обеспечения эффективности и достоверности контроля качества и взаимозаменяемости.</p> <p>2. Предельные отклонения размеров и других параметров деталей, а также требования, необходимые и достаточные для контроля.</p> <p>3. Простановка допусков, исходя из требуемого характера соединений деталей и технически обоснованной точности их изготовления.</p> <p>4. Обоснование назначения и формулировка технических требований к чертежу, содержащих сведения по измерениям и контролю, а также соответствие их техническим условиям и инструкции по эксплуатации изделия, в состав которой входит деталь.</p> <p>5. Применяемые методы и средства контроля и возможность внедрения новых и новейших инструментов контроля.</p> <p>6. Простановка размеров в зависимости от выбора измерительных баз</p>

Вид документа	Подлежат проверке
	<p>7. Степень выполнения принципа единства баз измерения (совмещение технологических и конструктивных измерительных баз).</p> <p>8. Доступность средств измерений для контроля каждого параметра</p>
<p>Программа и методика испытаний</p>	<p>1. Методы и средства, выбранные для производства измерений установленных режимов работы, допускаемых отклонений параметров изделий и требуемой точности определения показателей качества.</p> <p>2. Схемы контроля хода испытаний.</p> <p>3. Назначенные предельные отклонения</p>
<p>Технологические процессы на сборочные единицы и детали</p>	<p>1. Показатели точности измерений и их соответствие требованиям обеспечения оптимальных режимов технологических процессов.</p> <p>2. Номенклатуры измеряемых параметров в целях выявления оптимальности для обеспечения качества изделия и эффективной работоспособности.</p> <p>3. Правильность назначения Требования по проведению контроля и правильности назначения последовательности проводимых контрольных операций, корректность их описания, а также порядок ведения записей.</p> <p>4. Показатели точности измерений на соответствие требованиям эффективности и достоверности контроля и взаимозаменяемости.</p> <p>5. Технические характеристики средств измерений на соответствие установленным режимам работы и допускаемым отклонениям параметров изделий</p>

Вид документа	Подлежат проверке
	<p>6. Оптимальность выбранной номенклатуры измеряемых параметров для контроля размеров, а также обеспечения эффективности и достоверности контроля качества и взаимозаменяемости.</p> <p>7. Применяемые методы и средства контроля и степень внедрения новых и новейших инструментов.</p> <p>8. Методы и средства контроля, применяемые в зависимости от установленных режимов работы, допускаемых отклонений параметров изделий и требуемой точности определения показателей качества.</p> <p>9. Производительность средств измерений и соответствие ее производительности технологического оборудования.</p> <p>10. Выбранные средства для измерения (контроля) параметров технологического процесса с заданной точностью, согласно требованиям чертежа изделия.</p> <p>11. Правильность выбора. Контрольные точки, выбранные для проверки заданного параметра в зависимости от назначения изделия</p>

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
1. СИСТЕМЫ УПРАВЛЕНИЯ КАЧЕСТВОМ В ЛАБОРАТОРИИ	5
1.1. Система управления качеством, политика в области качества, руководство по качеству	10
1.2. Организационно-административные требования к системе управления качеством лаборатории	12
1.2.1. Требования к организации лаборатории	12
1.2.2. Управление документооборотом	14
1.2.3. Анализ запросов клиентов	15
1.2.4. Выполнение аналитической работы на основе субподряда ...	16
1.2.5. Закупка услуг и предметов снабжения	16
1.2.6. Обслуживание клиентов	16
1.2.7. Претензии	17
1.2.8. Корректирующие и предупреждающие действия	17
1.2.9. Контроль учетных записей/порядок хранения	18
1.2.10. Внутренний аудит	20
1.2.11. Обзор на уровне руководства	21
1.3. Технические требования к системе управления качеством в лаборатории	21
1.3.1. Персонал	22
1.3.2. Помещения и внешние условия	23
1.3.3. Охрана здоровья и безопасность	25
1.3.4. Методы экспертизы, утверждение метода и процедуры	26
1.3.5. Оборудование	31
1.3.6. Контрольные эталоны, материалы и реактивы	33
1.3.7. Обращение с объектами исследования	36
1.3.8. Представление результатов	39
1.3.9. Контроль качества, аттестация и межлабораторные сравнительные испытания	41
Список литературы к главе 1	41
2. МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ХИМИЧЕСКИХ ИСПЫТАТЕЛЬНЫХ ЛАБОРАТОРИЙ	42
2.1. Государственная система обеспечения единства измерений	42
2.1.1. Состав и содержание государственной системы измерений	44
2.1.2. Система узаконенных единиц физических величин	46
2.1.3. Государственный метрологический контроль и надзор	48

2.2. Организация метрологического обеспечения на предприятии	49
2.2.1. Содержание «Положения о метрологической службе предприятия»	50
2.2.2. Задачи метрологического обеспечения предприятия	51
2.2.3. Мероприятия по совершенствованию метрологического обеспечения	51
2.2.4. Анализ состояния метрологического обеспечения на предприятии	52
2.2.5. Взаимосвязь точности и погрешности измерений	54
2.2.6. Правила суммирования погрешностей	59
2.2.7. Особенности формирования погрешностей при совместных, совокупных и косвенных измерениях	60
2.2.8. Округление результатов измерения	63
2.2.9. Простейшие методы обработки результатов многократных измерений	64
2.2.10. Основные методы обнаружения и устранения грубых и систематических погрешностей	66
2.2.11. Оценка погрешности прямых и косвенных многократных измерений	77
2.3. Метрологическая аттестация методик решения измерительных задач	80
2.3.1. Основы организации разработки методики выполнения измерений	80
2.3.2. Содержание методики выполнения измерений	83
2.3.3. Процедуры аттестации методик выполнения измерений	83
2.4. Метрологическая экспертиза технической документации	85
2.4.1. Понятие «Техническая документация»	86
2.4.2. Понятие «Метрологическая экспертиза технической документации»	87
2.4.3. Цель метрологической экспертизы технической документации	87
2.4.4. Задачи метрологической экспертизы технической документации	88
2.4.5. Виды метрологической экспертизы технической документации	91
2.4.6. Организация метрологической экспертизы технической документации на предприятии	91
2.4.7. Порядок проведения метрологической экспертизы технической документации	92
Список литературы к главе 2	99

3. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ПАРАМЕТРОВ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ	101
3.1. Методические основы контроля свойств веществ и оценки качества продукции	101
3.2. Оптические методы контроля физико-химических свойств веществ	104
3.2.1. Оптико-абсорбционный метод анализа газов	105
3.2.2. Газоанализаторы ультрафиолетового поглощения	106
3.2.3. Фотоколориметрические газоанализаторы	107
3.2.4. Спектральные измерительные приборы. Спектрофотометры	108
3.2.5. Поляризационно-оптические методы анализа	111
3.2.6. Рефрактометрический метод анализа	113
3.2.7. Фотоэлектрические нефелометры и турбидиметры	114
3.3. Электрохимические анализаторы	115
3.3.1. Кулонометрические газоанализаторы	115
3.3.2. Кондуктометрический метод анализа растворов	118
3.3.3. Метод потенциометрических измерений	119
3.4. Термокондуктометрические газоанализаторы	123
3.5. Хроматографический метод анализа	126
3.5.1. Общие сведения. Физические основы метода	126
3.5.2. Газовый хроматограф и его основные элементы	133
3.5.3. Детекторы	136
Список литературы к главе 3	138
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	139
ПРИЛОЖЕНИЯ	140
Приложение П1	140
Приложение П2	154
Приложение П3	155
Приложение П4	160

Учебное электронное издание

ЗЛОБИН Эдуард Викторович
ДИВИН Александр Георгиевич
ПАНОРЯДОВ Виктор Михайлович

УПРАВЛЕНИЕ КАЧЕСТВОМ В ЛАБОРАТОРИИ

Учебное пособие

Редактор И. В. Калистратова
Инженер по компьютерному макетированию Т. Ю. Зотова

ISBN 978-5-8265-1801-4



Подписано к использованию 07.11.2017.
Тираж 50 шт. Заказ № 340

Издательско-полиграфический центр
ФГБОУ ВО «ТГТУ»
392000, г. Тамбов, ул. Советская, д. 106, к. 14

Тел. 8(4752) 63-81-08
E-mail: izdatelstvo@admin.tstu.ru