

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Кузбасский государственный технический университет
имени Т. Ф. Горбачева»

Институт химических, нефтегазовых технологий
Кафедра химии, технологии неорганических веществ и наноматериалов

Юлия Радиковна Гиниятуллина

ОРГАНИЗАЦИЯ ЛАБОРАТОРНО-ПРОИЗВОДСТВЕННОЙ ДЕЯТЕЛЬНОСТИ

Методические материалы к практическим занятиям

Рекомендованы цикловой методической комиссией
специальности СПО 18.02.12 технологии аналитического
контроля химических соединений в качестве электронного
издания для использования в образовательном процессе

Кемерово 2024

Рецензент: Ченская В.В. – кандидат хим. наук., зав. кафедрой химии, технологии неорганических веществ и наноматериалов ФГБОУ ВО «Кузбасский государственный технический университет имени Т. Ф. Горбачева»

Гиниятуллина, Ю.Р. Организация лабораторно-производственной деятельности: методические материалы к практическим занятиям для студентов специальности СПО 18.02.12 Технология аналитического контроля химических соединений, очной формы обучения / сост. Ю.Р. Гиниятуллина, Кузбасский государственный технический университет имени Т. Ф. Горбачева. – Кемерово, 2024. – Текст: электронный.

Приведено содержание практических работ, материал, необходимый для успешного изучения дисциплины.

Назначение издания – помочь обучающимся в получении знаний по дисциплине «Организация лабораторно-производственной деятельности» и организация практических работ.

© Кузбасский государственный
технический университет имени
Т.Ф. Горбачева, 2024

© Гиниятуллина Ю. Р.,
составление, 2024

ОГЛАВЛЕНИЕ

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА	4
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 1	5
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 2	7
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 3	10
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 4	12
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 5	14
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 6	21
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 7	23
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 8	25
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 9	29
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 10	33
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 11	36
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 12	37
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 13	47
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	51

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

МДК «Организация лабораторно-производственной деятельности» является частью профессионального модуля образовательной программы СПО по специальности 18.02.12 Технология аналитического контроля химических соединений.

Указания разработаны в соответствии с требованиями федерального государственного образовательного стандарта среднего профессионального образования и программы МДК «Организация лабораторно-производственной деятельности».

Методические указания разработаны для помощи при выполнении практических работ, для студентов специальности 18.02.12 Технология аналитического контроля химических соединений, института профессионального образования Кузбасского государственного технического университета имени Т.Ф. Горбачёва.

Практическое занятие должно проводиться в учебных кабинетах. Необходимыми структурными элементами практического занятия являются инструктаж, проводимый преподавателем, а также анализ и оценка выполненных работ и степени овладения студентами запланированными умениями.

В процессе практических занятий обобщаются, систематизируются, углубляются и конкретизируются теоретические знания, вырабатывается способность и готовность использовать теоретические знания при решении задач. Практические работы должны быть оформлены в отдельной тетради.

Структура проведения практического занятия:

Вводная часть.

- организационный момент;
- сообщение темы, постановка целей;
- повторение теоретических знаний, необходимых для работы;
- выдача задания;

Заключительная часть:

- подведение итогов занятия: анализ хода выполнения и результатов работы обучающихся (студентов).

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 1

Тема: *Оценка приемлемости результатов анализа.*

Цель: изучить методы проверки приемлемости результатов измерений (испытаний) и установления окончательного результата.

В соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений» в случае получения только одного результата измерения невозможно провести прямую статистическую проверку приемлемости такого результата измерений относительно заданного показателя повторяемости. Если результат измерений может оказаться некорректным, должен быть получен второй результат.

Два результата измерений – наиболее часто встречающийся случай. Результаты должны быть получены в условиях повторяемости, разность между ними сравнивают с пределом повторяемости. Если размах между результатами параллельных определений не превышает предела повторяемости, то результаты считают приемлемыми и проводят расчет окончательного результата анализа как среднеарифметического из результатов параллельных определений. Если размах между результатами параллельных определений превышает предел повторяемости, то возможны несколько вариантов дальнейших действий.

Первый вариант, рекомендуемый ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, предлагает выполнение еще двух параллельных определений. Из результатов четырех определений находят разность между максимальным и минимальным результатами параллельных определений и вновь сравнивают полученную разность с коэффициентом критического диапазона, рассчитанным для четырех параллельных определений. Если размах между параллельными определениями не превышает коэффициента критического диапазона, то результаты считают приемлемыми, и рассчитывают окончательный результат анализа как среднеарифметическое четырех параллельных определений. Если размах между определениями превышает значения критического диапазона, то в качестве окончательного результата принимают медиану четырех определений.

Второй вариант, рекомендуемый ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 в случае дорогостоящих и трудоемких анализов, предлагает выполнение еще одного анализа. Из результатов трех определений находят разность между максимальным и минимальным результатами параллельных определений, сравнивают эту разность с коэффициентом критического диапазона, рассчитанным для трех параллельных определений. Если размах между параллельными определениями не превышает коэффициента критического диапазона, то результаты считают приемлемыми и рассчитывают окончательный результат анализа как среднеарифметическое трех параллельных определений. Если размах между параллельными определениями превышает коэффициент критического диапазона, то в качестве окончательного результата принимают медиану трех определений. Но если есть возможность, то рекомендуется провести еще одно определение. Полученные результаты четырех параллельных определений сравнивают, а далее действуют в соответствии с первым вариантом.

Для методик анализа, предусматривающих получение результатов более двух параллельных определений, при превышении разности между результатами определений коэффициента критического диапазона предполагается увеличение числа параллельных определений в 2 раза. Для случая дорогих и трудоемких анализов, если разность превышает предел повторяемости, допускается увеличение числа параллельных определений не в два раза, а на меньшую величину. Дальнейшие расчеты проводят с суммарным числом параллельных определений. Как крайний случай для дорогостоящих анализов разрешается вариант использования медианы в качестве окончательного результата анализа по исходному числу результатов параллельных определений, без выполнения дополнительных определений, если их выполнение невозможно.

Контрольные вопросы:

1. Возможно ли провести проверку приемлемости результата единичного измерения? Как поступают в этом случае?
2. Как проверяют приемлемость результатов двух измерений?

3. Как проверяют приемлемость результатов двух измерений, если размах между результатами параллельных определений превышает предел повторяемости?

4. Как рассчитывают окончательный результат, если размах между результатами параллельных определений не превышает предел повторяемости?

5. Как проводят проверку приемлемости результатов измерений дорогостоящих и трудоемких анализов?

6. Как осуществляют проверку приемлемости результатов измерений при проведении более двух параллельных измерений?

7. Можно ли приводить значение медианы в качестве окончательного анализа?

8. Составьте схему последовательности действий при проверке приемлемости результатов двух измерений?

9. Составьте схему последовательности действий получения окончательного результата при проведении более двух параллельных измерений.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 2

Тема: Алгоритм оперативного контроля повторяемости результатов анализов.

Цель: изучить алгоритм оперативного контроля повторяемости результатов анализов.

Элементами системы внутреннего контроля являются:

- оперативный контроль процедуры анализа;
- контроль стабильности результатов анализа.

Оперативный контроль процедуры анализа проводят:

- при появлении факторов, которые могут повлиять на стабильность процесса анализа (смена партии реактивов, использование СИ после ремонта и т. д.);
- при получении двух из трех последовательных результатов анализа рабочих проб на основе числа результатов параллельных определений большего, чем предусмотрено методикой анализа;

Оперативный контроль процедуры анализа может быть реализован с каждой серией рабочих проб (при наличии достаточного парка СО и установившейся традиции организации контроля, например, при анализе черных металлов, сплавов).

В соответствии с РМГ 76-2014 оперативный контроль осуществляет исполнитель анализа с целью проверить готовность лаборатории к проведению анализа рабочих проб или оперативно оценить качество результатов анализа каждой серии рабочих проб, полученных совместно с результатами контрольных. При организации контроля исполнитель анализа в соответствии с алгоритмом проведения контрольной процедуры выбирает (при необходимости – подготавливает) средства контроля.

Процедура контроля предусматривает сравнение абсолютного расхождения между наибольшим X_{\max} и наименьшим X_{\min} результатами контрольных определений, выполненных для получения результата контрольного измерения, с пределом повторяемости r_n .

За результат контрольного измерения принимают среднее из результатов контрольных определений, если выполнено условие:

$$r_k = X_{\max} - X_{\min} \leq r_n,$$

Предел повторяемости, если он не установлен в методике анализа, может быть рассчитан по формуле:

$$r_n = Q(P,n)\sigma_r,$$

где $Q(P,n)$ – коэффициент, зависящий от числа контрольных определений n и доверительной вероятности P . Значения коэффициента для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

σ_r – значение среднеквадратичного отклонения повторяемости (показателя повторяемости методики анализа), заданное нормативными документами на методику анализа и соответствующее содержанию компонента в пробе, найденному как среднее арифметическое значение результатов контрольных определений.

Если условие повторяемости выполняется, то рассчитывают результат контрольной процедуры анализа как среднее арифметическое результатов параллельных определений.

Таблица 1

Значения коэффициента $Q(P,n)$ для доверительной вероятности $P = 0,95$

n	$Q(P,n)$
2	2,77
3	3,31
4	3,63
5	3,86
6	4,03
7	4,17
8	4,29
9	4,39
10	4,47

Если условие $r_k \leq r_n$ не выполнено, процедуру контроля повторяют. При повторном превышении предела повторяемости выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Контрольные вопросы:

1. Что относится к элементам внутренней системы контроля?
2. В каких случаях проводят оперативный контроль процедуры анализа?
3. Кто осуществляет оперативный контроль?
4. Какие действия предусматривает процедура контроля повторяемости?
5. Какие действия предпринимают, если условие повторяемости выполняется?
6. Какие действия предпринимают, если условие повторяемости не выполняется?
7. Как рассчитывают результат контрольной процедуры, если условие повторяемости выполняется?

8. Как поступают, если получили повторное превышение предела повторяемости?

9. Как можно рассчитать предел повторяемости, если он не установлен в методике?

10. Опишите алгоритм контроля повторяемости при получении результатов контрольных измерений?

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 3

Тема: *Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа в условиях внутрилабораторной прецизионности.*

Цель: изучить алгоритм оперативного контроля процедуры анализа в условиях внутрилабораторной прецизионности.

В соответствии с РМГ 76-2014 алгоритм контроля внутрилабораторной прецизионности результатов анализа реализуют в тех случаях, когда возникает необходимость оперативной проверки расхождения результатов измерений, полученных в разных условиях (например, в случае выхода исполнителя анализа на работу после длительного перерыва и т.п.). При этом результаты контрольных измерений получают в условиях внутрилабораторной прецизионности, варьируя все факторы (время проведения анализа, средство измерений и т.п.), изменяющиеся в лаборатории при проведении анализа.

Образцами для выполнения данной процедуры являются рабочие пробы или образцы для контроля. При реализации контрольной процедуры получают два результата контрольных измерений \bar{X}_1 и \bar{X}_2 одной и той же пробы (или образца для контроля). За результат контрольного измерения принимают среднее арифметическое значение результатов параллельных определений (выполняющих в данной ситуации роль контрольных определений) в том случае, если они предусмотрены нормативными документами на методику анализа и удовлетворяют требованиям контроля повторяемости.

Рассчитывают результат контрольной процедуры R_k по формуле:

$$R_k = |\overline{X}_2 - \overline{X}_1|$$

Нормативом контроля внутрилабораторной прецизионности является предел внутрилабораторной прецизионности R_L , который может быть рассчитан по формуле:

$$R_L = Q(0,95, 2)\sigma_{R_L} = 2,77\sigma_{R_L},$$

где σ_{R_k} – значение точечной оценки показателя внутрилабораторной прецизионности результатов анализа, соответствующее содержанию компонента в пробе, найденному как среднеарифметическое значение $\overline{X} \left(\overline{X} = \frac{\overline{X}_1 + \overline{X}_2}{2} \right)$ результатов контрольных измерений \overline{X}_1 и \overline{X}_2 , используемых для получения результата контрольной процедуры R_k .

Результаты, полученные в условиях внутрилабораторной прецизионности считают удовлетворительными при выполнении условия:

$$|R_k| \leq R_L.$$

При невыполнении данного условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Контрольные вопросы:

1. В каких случаях реализуют алгоритм контроля внутрилабораторной прецизионности результатов анализа?
2. В каких условиях получают результаты контрольных измерений?
3. Что служит образцами для выполнения контроля внутрилабораторной прецизионности?
4. Как рассчитывают результат контрольной процедуры R_k ?

5. Какая величина является нормативом контроля внутрилабораторной прецизионности?
6. Как рассчитывают значение σ_{R_L} ?
7. При выполнении какого условия результаты считают удовлетворительными?
8. Какие действия предпринимают в случае признания результатов неудовлетворительными?
9. Что принимают за результат контрольного измерения?
10. Что обозначает величина σ_{R_L} ?

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 4

***Тема: Алгоритм оперативного контроля точности
результатов измерений с использованием
образцов для контроля.***

Цель: изучить алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля.

В соответствии с РМГ 76-2014 использование контрольной процедуры для контроля точности (КПКТ) процедуры анализа с применением образцов для контроля (ОК) наиболее предпочтительно, так как позволяет исполнителю оценить выполнение процедуры анализа в целом. КПКТ применяют при наличии ОК либо возможности и экономической целесообразности их создания в лаборатории для осуществления процедур внутреннего контроля качества результатов анализа.

ОК должны быть адекватны анализируемым пробам (возможные различия в составах ОК и анализируемых проб не вносят в результаты анализа дополнительную статистически значимую погрешность/неопределенность). Погрешность (неопределенность) аттестованного значения ОК – не более одной трети от значения показателя точности результатов анализа.

Образцами для контроля являются государственные стандартные образцы или аттестованные смеси анализируемых объектов. Образцами для контроля могут служить стандартные образцы, приготовленные на основе рабочих проб анализируемых объектов при отсутствии данного компонента или малой его кон-

центрации, в которые введена точная концентрация искомого компонента. Компонент вводят в пробу до стадии пробоподготовки.

При реализации контрольной процедуры получают результат контрольного измерения аттестованной характеристики образца для контроля \bar{X} и сравнивают его с аттестованным значением C . За результат контрольного измерения принимают среднее арифметическое значение результатов параллельных определений (выполняющих в данной ситуации роль контрольных определений) в том случае, если они предусмотрены нормативными документами на методику анализа и удовлетворяют требованиям контроля повторяемости.

Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_k = \bar{X} - C$$

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_L,$$

где $\pm \Delta_L$ — значение интервальной оценки показателя точности результатов анализа, соответствующее аттестованному значению ОК.

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию:

$$|K_k| \leq K,$$

то процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении данного условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Контрольные вопросы:

1. Какими преимуществами обладает КПКТ с применением образцов для контроля?

2. Что понимают под адекватностью образцов для контроля анализируемым пробам?
3. Что может быть использовано в качестве образцов для контроля?
4. Могут ли служить в качестве образцов для контроля рабочие пробы?
5. Как рассчитывают результат контрольной процедуры?
6. Как рассчитывают норматив контроля?
7. При выполнении какого условия процедуру контроля считают удовлетворительной?
8. Какие действия предпринимают в случае признания контрольной процедуры неудовлетворительной?
9. Приведите алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием КПКТ с применением ОК.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 5

Тема: Построение контрольных карт Шухарта.

Цель: изучить алгоритм построения контрольных карт Шухарта.

Контроль стабильности результатов анализа может предусматривать следующие формы:

1) контроль стабильности результатов анализа с использованием контрольных карт, реализуемый путем контроля и поддержания на требуемом уровне:

- погрешности (неопределенности) результатов анализа;
- внутрилабораторной прецизионности;
- повторяемости результатов параллельных определений;

2) периодическая проверка подконтрольности процедуры выполнения анализа;

3) выборочный статистический контроль (по альтернативному признаку) внутрилабораторной прецизионности, точности результатов анализа, полученных за определенный период времени.

При организации контроля стабильности выбирают в зависимости от организации работ в лаборатории применительно к каждой процедуре анализа одну из форм контроля стабильности.

Контроль стабильности результатов анализа с использованием контрольных карт представляет собой графический способ контроля показателей качества результатов анализа и применяется в целях обеспечения стабильности результатов анализа и принятия оперативных мер по управлению процессом анализа одновременно и регулярно строят контрольные карты для контроля показателей повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, точности результатов анализа.

Для организации контроля стабильности результатов анализа с использованием контрольных карт определяют:

- необходимое число контрольных процедур для достоверной оценки каждого из контролируемых показателей качества результатов анализа (с учетом принятых значений неопределенности оценок этих показателей;
- временной диапазон для получения необходимого числа контрольных процедур, устанавливаемый с учетом: длительности процесса выполнения анализа, стоимости анализа, взаимосвязи числа контрольных процедур с числом рабочих проб, анализируемых за определенный период времени.

Для контроля стабильности показателей качества результатов анализа могут быть использованы контрольные карты Шухарта и контрольные карты кумулятивных сумм. Для контроля повторяемости и внутрилабораторной прецизионности рекомендуется использовать контрольные карты Шухарта, для контроля точности – контрольные карты Шухарта или контрольные карты кумулятивных сумм.

Применение контрольных карт Шухарта основано на сопоставлении результатов контрольных процедур с установленными нормативами контроля: пределами действия (устанавливаемыми для доверительной вероятности $P = 0,997$) и пределами предупреждения (устанавливаемыми для доверительной вероятности $P = 0,95$)

Применение контрольных карт кумулятивных сумм основано на сопоставлении сумм результатов последовательных кон-

трольных процедур с нормативами контроля – границами регулирования.

При контроле стабильности с использованием контрольных карт в течение временного диапазона в соответствии с выбранным алгоритмом проведения контрольных процедур выполняют контрольные измерения. Контрольные измерения, необходимые для реализации контрольных процедур, проводят (по возможности) равномерно в течение временного диапазона.

При построении контрольной карты Шухарта для каждого из контролируемых показателей качества результатов анализа:

- выбирают алгоритмы проведения контрольных процедур (контроль точности – с применением ОК, метода добавок совместно с методом разбавления пробы, метода добавок, метода разбавления пробы, метода варьирования навески, контрольной методики анализа; контроль внутрилабораторной прецизионности и контроль повторяемости — с использованием ОК или рабочих проб);
- рассчитывают значения средней линии, пределов предупреждения и действия (в зависимости от выбранного алгоритма проведения контрольных процедур);
- наносят на контрольную карту значения средней линии, пределов предупреждения и действия (в виде горизонтальных линий);
- в соответствии с выбранным алгоритмом проведения контрольных процедур получают результаты контрольных измерений и формируют контрольные процедуры;
- рассчитывают результаты контрольных процедур и в точке, соответствующей номеру контрольной процедуры, наносят их значения на контрольную карту;
- проводят анализ контрольных карт и, при необходимости, корректирующие или предупреждающие действия.

Контрольные карты Шухарта допустимо строить в единицах измеряемых содержаний, в приведенных величинах, в относительных величинах.

Контрольные карты Шухарта в единицах измеряемых содержаний строят:

- для поддиапазонов с постоянными значениями показателей качества результатов анализа в единицах измеряемых содержаний;

- при наличии зависимости показателей качества результатов анализа от измеряемых содержаний – в случае использования в качестве средства контроля одного и того же ОК или одной и той же контрольной пробы.

Контрольные карты Шухарта в приведенных величинах строят для всего диапазона анализа рабочих проб, при наличии зависимости показателей качества результатов анализа от измеряемых содержаний и использовании различных средств контроля.

Контрольные карты Шухарта в относительных величинах строят для всего диапазона анализа рабочих проб, если в этом диапазоне показатели качества результатов анализа установлены в виде постоянных значений в относительных единицах.

Построение контрольных карт Шухарта в единицах измеряемых содержаний

Контрольные карты допустимо строить в привязке:

- к началу, середине и концу диапазона анализа (если показатели качества результатов анализа установлены по данным лаборатории в виде постоянных значений в единицах измеряемых содержаний для всех поддиапазонов диапазона анализа рабочих проб);

- к началу и концу диапазона анализа рабочих проб (если показатели качества результатов анализа установлены в виде линейной зависимости от содержания определяемого компонента или в виде постоянного значения в относительных единицах для всего диапазона анализа рабочих проб). В этом случае, при использовании в качестве средств контроля рабочих проб, определяют поддиапазоны, для которых устанавливают постоянные значения (в единицах измеряемых содержаний) показателей качества результатов анализа.

Построение контрольной карты Шухарта в приведенных величинах

Контрольную карту строят для всего диапазона анализа рабочих проб.

При построении контрольной карты используют приведенные величины – значения средней линии, пределов предупреждения, пределов действия, результатов контрольных процедур, нормированные: при контроле точности – в единицах предела предупреждения; при контроле внутрилабораторной прецизионности – в единицах точечной оценки показателя внутрилабораторной прецизионности; при контроле повторяемости – в единицах точечной оценки показателя повторяемости.

Построение контрольной карты Шухарта в относительных величинах

Контрольную карту строят для диапазона (поддиапазона) анализа, в котором показатели качества результатов анализа постоянны в относительных единицах.

Значения средней линии, пределов предупреждения, пределов действия, результатов контрольных процедур рассчитывают, используя их значения в приведенных величинах.

Динамику изменения стабильности процесса анализа отслеживают на основе регулярного анализа данных контрольных карт Шухарта. Интерпретация результатов анализа данных контрольных карт является основанием для проведения (при необходимости) корректирующих и/или предупреждающих действий с целью обеспечения стабильности процесса анализа рабочих проб.

Алгоритм проведения контрольной процедуры для контроля повторяемости

1. Контрольные процедуры для контроля повторяемости осуществляют с использованием рабочих проб или ОК.

2. При реализации контрольной процедуры проводят в соответствии с НД на методику анализа n контрольных определений, необходимых для получения результата контрольного измерения. Если методикой анализа не предусмотрены параллельные определения, для формирования контрольной процедуры ограничиваются проведением в условиях повторяемости двух контрольных определений.

3. Результат контрольной процедуры r_k в единицах измеряемых содержаний рассчитывают по формуле:

$$r_k = X_{\max} - X_{\min},$$

где X_{\max} (X_{\min}) – наибольший (наименьший) результат из результатов контрольных определений, выполненных в условиях повторяемости.

Расчет результатов контрольных процедур $r_{k.o}$ ($r'_{k.o}$) при построении контрольной карты в приведенных величинах (в относительных величинах) выполняют по формулам:

$$r_{k.o} = (X_{\max} - X_{\min})/\sigma_r,$$

$$r'_{k.o} = (X_{\max} - X_{\min})/\bar{X}$$

где σ_r - значение точечной оценки показателя повторяемости в единицах измеряемых содержаний, соответствующее содержанию компонента в пробе, найденному как среднее арифметическое значение результатов контрольных определений – \bar{X} .

Анализ данных контрольных карт и их интерпретация

С целью отследить динамику изменения стабильности процесса анализа проводят регулярный анализ контрольных карт в течение временного диапазона и их интерпретацию.

В случае контрольных карт для контроля повторяемости или внутрилабораторной прецизионности сигналом к возможному нарушению стабильности процесса анализа служит появление на контрольной карте следующих ситуаций:

- одна точка вышла за предел действия;
- девять точек подряд находятся выше средней линии;
- шесть возрастающих точек подряд;
- две из трех последовательных точек находятся выше предела предупреждения;
- четыре из пяти последовательных точек находятся выше половинной границы зоны предупреждения (т. е. четыре из пяти последовательных результатов контрольных процедур превышают значение $r_{cp} = (r_{пр} - r_{cp})/2$ при контроле повторяемости, $R_{cp} = (R_{пр} - R_{cp})/2$ при контроле внутрилабораторной прецизионности (r_{cp} , $r_{пр}$ – значение средней линии и предела предупреждения при контроле повторяемости; R_{cp} , $R_{пр}$ – значение средней линии и предела предупреждения при контроле внутрилабораторной прецизионности).

В случае контрольных карт для контроля точности сигналом к возможному нарушению стабильности процесса анализа служит появление на контрольной карте следующих ситуаций:

- одна точка вышла за пределы действия;
- девять точек подряд находятся по одну сторону от средней линии;
- шесть возрастающих или убывающих точек подряд;
- две из трех последовательных точек вышли за пределы предупреждения;
- четыре из пяти последовательных точек вышли за половинные границы верхней или нижней зоны предупреждения (т.е. значения четырех из пяти последовательных результатов контрольных процедур больше $K_{пр}/2$ или меньше $-(K_{пр}/2)$ ($K_{пр}$ – предел предупреждения);
- восемь последовательных точек находятся по обеим сторонам средней линии, и все эти точки вышли за половинные границы зоны предупреждения (т.е. модуль значений восьми последовательных результатов контрольных процедур превышает значение $K_{пр}/2$).

При появлении одной из перечисленных ситуаций необходимо выяснить причины возникшей ситуации, приостановить процесс анализа (при необходимости) и провести корректирующие или предупреждающие действия.

Контрольные вопросы:

1. Какие формы предусматривает контроль стабильности результатов анализа?
2. Что представляет собой контроль стабильности результатов анализа с использованием контрольных карт?
3. В каких целях строят контрольные карты?
4. Какие виды карт применяют?
5. Какие карты можно использовать для контроля повторяемости, внутрилабораторной прецизионности и точности?
6. На чем основано применение контрольных карт Шухарта?
7. На чем основано применение контрольных карт кумулятивных сумм?

8. Приведите алгоритм построения контрольной карты Шухарта.

9. В каких единицах строят контрольные карты Шухарта?

10. В каких случаях строят контрольные карты Шухарта в приведенных величинах? в относительных величинах? в единицах измеряемых содержаний?

11. Приведите алгоритм проведения контрольной процедуры для контроля повторяемости?

12. Какие ситуации служат сигналом к возможному нарушению стабильности процесса анализа при контроле повторяемости и внутрилабораторной прецизионности? при контроле точности?

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 6

Тема: Проектирование журнала регистрации проб.

Цель: спроектировать журнал регистрации проб.

В испытательных лабораториях все результаты анализов вносят в лабораторные журналы. В аккредитованной лаборатории все журналы должны быть прошиты и пронумерованы, назначены лица, ответственные за определенные виды журналов, отмечены дата начала и окончания ведения журнала. Журналы регистрации проб используют, когда в лаборатории анализируют большое число проб разных объектов анализа, а сам анализ выполняют на специализированных рабочих местах, хотя для аккредитованных лабораторий журналы регистрации проб обязательны.

Пробы, поступающие в лабораторию для исследования, должны быть зарегистрированы в журнале учета.

Проба должна соответствовать требованиям, приведённым в соответствующих методиках испытания на контролируемый показатель. Перед проведением испытания лаборант или контроллер регистрирует все отклонения от нормальных или установленных условий, описанных в методах испытаний. Регистрация данных ведётся в «журнале регистрации проб», где отмечается:

Пример 1 (журнал регистрации проб)

- идентификационный номер/ номер протокола;
- дата и время поступления;
- фамилия лица, принявшего пробу;
- заказчик;
- наименование пробы;
- условия хранения;
- определяемые показатели/метод;
- результат анализа;
- ответственный за выполнение;
- срок выполнения;
- дата начала выполнения анализа;
- подпись лица, выполнившего анализ.

Пример 2 (журнал регистрации проб и выдачи результатов исследования)

- лаборатория № ...;
- дата, время:
 - отбор проб;
 - поступление в лабораторию;
- название пробы (образца) др.;
- количество, объем;
- место отбора (образца и др.);
- особые условия при отборе;
- цель исследования;
- применяемые при отборе консерванты, стабилизаторы и др.;
- дата:
 - начала исследования;
 - окончания исследования;
 - уничтожения пробы;
- подпись проводившего исследования;
- дата и подпись получившего результат исследования.

Задание: спроектировать журнал регистрации проб.

Контрольные вопросы:

1. Назовите требования, предъявляемые к ведению лабораторных журналов.
2. Где должны быть зарегистрированы поступающие пробы?
3. Какие графы необходимо указывать в журнале регистрации проб?
4. Во всех ли лабораториях используют журнал регистрации проб?
5. Объясните назначение каждой графы, приведенной в примере журнала регистрации проб?

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 7

Тема: Проектирование журнала учета стандартных образцов.

Цель: спроектировать журнал учета стандартных образцов.

Важной составляющей метрологического обеспечения единства измерений является использование стандартных образцов (СО) состава и свойств веществ и материалов.

Стандартные образцы предназначены для воспроизведения, хранения и передачи характеристик состава и свойств веществ и материалов, выраженных в значениях единиц величин, допущенных к применению в Российской Федерации.

Стандартный образец (СО) – это образец вещества или материала с установленными по результатам испытаний значениями одной или более величин, характеризующих свойство или состав этого вещества или материала.

Фактически это средство измерений, представленное в виде вещества или материала, состав и свойства которого аттестованы.

В сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений применяются только стандартные образцы утвержденных типов.

Различают стандартные образцы состава и стандартные образцы свойства.

СО (состава) – это стандартный образец с установленными значениями величин, характеризующих содержание определен-

ных компонентов веществ (химических элементов, их изотопов, соединений химических элементов и т.п.).

СО (свойств) – это стандартный образец с установленными значениями величин, характеризующих физические, химические, биологические и другие свойства вещества.

Например, СО свойства – СО относительной диэлектрической проницаемости; СО состава – СО состава стирола, СО состава углеродистой стали.

Порядок работы с СО установлен в ГОСТ 8.315-97 «Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения».

Основная цель разработки и применения стандартных образцов) – это обеспечение единства и требуемой точности измерений химического состава, физических, физико-химических, эксплуатационных и других свойств веществ и материалов.

В зависимости от уровня утверждения и регистрации, а значит, и применения, стандартные образцы делятся на категории:

- межгосударственные (МСО);
- государственные (ГСО);
- отраслевые (ОСО);
- стандартные образцы предприятий (СОП).

Стандартные образцы выпускаются в соответствии с разработанной для них нормативно-технической документацией только специально аккредитованными для этих целей организациями.

Пример оформления журнала учета стандартных образцов приведен в таблице 2.

Задание: спроектировать журнал учета регистрации стандартных образцов.

Контрольные вопросы:

1. Для чего предназначены стандартные образцы?
2. Дайте определение стандартному образцу.
3. Какие различают стандартные образцы?
4. Какой нормативный документ устанавливает порядок работы со стандартными образцами?

5. Какова цель разработки и применения стандартных образцов?
6. На какие категории можно разделить стандартные образцы?
7. Объясните назначение каждой графы, приведенной в журнале учета стандартных образцов?

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 8

***Тема: Проектирование журнала учета
инструктажа по технике безопасности.***

Цель: спроектировать журнал учета инструктажа по технике безопасности.

По закону требование вести журнал по технике безопасности касается каждого работодателя. Он обязан присутствовать на производстве, в офисе и при проведении новых работ на ином оборудовании. О том, что сотрудник осведомлен с правилами ТБ проставляется отметка в форме, которая подтверждается его личной подписью.

Особое внимание ведению, заполнению и хранению такого документа уделяется на опасных производствах, где есть риск получения травм и увечий. Если с работником не проведен вводный, повторный и другие типы инструктажа, и он получил травмы или даже погиб, работодателя ждет большой штраф и даже уголовная

Таблица 2

Журнал учета стандартных образцов

№ п/п	Наименование СО, тип, номер и категория (ГСО, ОСО)	Назначение применяемых СО (градуировка, контроль точно- сти и др.)	Основные метро- логические характеристики	Дата вы- пуска СО	Срок год- ности СО	Примечание
Аттестованное значение	Погрешность ат- тестованного значения					
1	2	3	4	5	6	7
1	Стандартный образец мутности ОСО 42-28П (10 ME)	Определение мут- ности бактериаль- ных взвесей	Оптическая плотность $0,36 \pm 0,015$	Февраль 2008 г.	1 год	

ответственность. Также важно соблюдать периодичность проведения инструктажей и правил ведения самого журнала.

Выделяют несколько типов инструктажа:

– Вводный. Он проводится со всеми, кто поступает на работу. Отвечает за это инженер по технике безопасности или непосредственно руководитель, если компания небольшая. Суть его в проведении разъяснительной беседы с новичком, знакомство с инструкциями. Проводится исключительно индивидуально. Результаты о его проведении вносятся в журнал.

– Повторный. Необходимость его реализации прописана в законе. Требуется проводить его каждые 6 месяцев, независимо от направления деятельности компании. Такая необходимость возникает для обновления данных первичного инструктажа. Он может быть проведен внепланово, если требуется ознакомить сотрудников с новыми данными. Такой тип обучения носит коллективный характер, и проводит его только уполномоченное лицо.

– Целевой. Подобное изучение инструкций узконаправленное. Основная цель – это посвятить работника в специфику реализации той или иной задачи. Они проводятся на строительстве, заводах или при переводе на новый участок. Этот инструктаж требуется для исключения нанесения вреда здоровью и жизни, он является индивидуальным.

– Внеплановый. Не касается плана проведения обучения, которое зафиксировано на предприятии. Он практикуется при введении новой схемы работы, внедрении иного оборудования и при запуске дополнительного технологического процесса. В отдельных случаях внеплановый инструктаж связан с систематическими нарушениями техники безопасности или чрезвычайным происшествием на предприятии. Иногда проводится по требованию вышестоящих инстанций.

Проверяет журнал техники безопасности начальник подразделения ежедневно, независимо от того, были новые записи или нет. Это первая степень контроля. А также несет ответственность начальник отдела охраны труда, он должен проверять его оформление. В его должностных обязанностях подобная форма контроля значится как ежемесячная. Более того, в журнале обязана присутствовать его виза, касающаяся наличия или отсутствия

нарушений ведения. Даже генеральный директор должен проверять журнал с частотой один раз в квартал. Эта степень контроля последняя.

Бланки, которые являются едиными для всех структурных подразделений предприятия хранятся в одном месте и у одного человека – инженера по охране труда и технике безопасности. Ответственное лицо обязано вести журнал согласно следующим правилам:

- нумерация всех страниц;
- прошивка, заверенная руководством;
- наличие подписи и печати руководителя;
- для ведения используется канцелярская книга с разворотом формата А4;
- если запись очень длинная, то допускается внесение в несколько строк;
- в пустых графах проставляются прочерки;
- обложка и бумага должны быть износостойкими, так как документ рассчитан на длительное использование и постоянное хранение.

В журнале содержатся следующие данные:

- номер записи;
- дата;
- Ф.И.О. сотрудника, кому проводится инструктаж;
- дата и год рождения инструктируемого;
- указание профессии и должности. В отдельных случаях инструктаж может проходить для сотрудника иной организации. В таком случае обязательно нужно внести данные касательно реквизитов служебного удостоверения или распоряжения, которое является основанием для нахождения сотрудника на инструктаже;
- вид проводимого инструктажа. Если цель повторный или внеочередной, следует указать причину проведения;
- Ф.И.О. того, кто проводит обучение;
- подпись того, для кого было проведено обучение, и того, кто его осуществлял;
- по необходимости вносятся данные по количеству смен и дате стажировки.

Задание: спроектировать журнал учета инструктажа по технике безопасности.

Контрольные вопросы:

1. Объясните назначение каждой графы, приведенной в журнале инструктажа по технике безопасности.
2. Всегда ли должны вести журнал инструктажа по технике безопасности?
3. Какие типы инструктажа выделяют?
4. Когда проводят вводный инструктаж?
5. С чем связана необходимость проведения повторного инструктажа?
6. Когда проводят целевой инструктаж?
7. В каких случаях проводят внеплановый инструктаж?
8. Перечислите требования, предъявляемые к журналам инструктажа по технике безопасности.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 9

Тема: Проектирование журнала учета средств измерений.

Цель: спроектировать журнал учета средств измерений (СИ).

Учет СИ проводится с целью обеспечения оперативно-непрерывной информацией о СИ, имеющихся на предприятии, необходимой для обеспечения единства, достоверности и требуемой точности измерений. Учет СИ направлен на обеспечение единства измерений и рационального использования СИ.

Основными задачами учета являются:

- организация порядка хранения, выдачи и перераспределения СИ;
- ведение справочно-информационного фонда об объеме парка СИ предприятия, его номенклатуре, техническом уровне и подготовка предложений по замене морально и физически устаревших СИ;
- проведение периодической инвентаризации парка СИ в установленном порядке.

Организация учета, хранения и перераспределения СИ на предприятии осуществляется метрологической службой пред-

приятия, руководитель которой несет ответственность за уровень данных работ.

Учету подлежат все СИ предприятия: стандартные, нестандартизованные (специальные отраслевые и приобретенные по импорту), а также СИ, встроенные в станки, испытательное, энергетическое и другое технологическое оборудование.

При определении системы учета необходимо исходить из общего количества СИ на предприятии, разнообразия СИ по видам измерений, номенклатуры, уровня точности, состояния ремонтно-поверочной базы, а также специфики конкретного производства или закрепленных за предприятием конкретных областей деятельности.

Система учета должна обеспечивать получение, хранение, внесение изменений и выдачу оперативной информации по следующим вопросам:

- общий объем парка СИ;
- наличие и потребность в стандартных рабочих и образцовых СИ;
- наличие и потребность в нестандартизованных СИ;
- основные виды измерений, применяемые на предприятии;
- пределы измерений и уровень точности по каждому из основных видов измерений;
- состояние поверки СИ;
- состояние ремонта СИ;
- результаты метрологической аттестации, поверки и ремонта нестандартизованных СИ;
- выполнение графиков метрологической аттестации и поверки;
- местонахождение и движение СИ в процессе эксплуатации;
- результаты периодической инвентаризации и списания СИ.

Виды учетной информации определяются в зависимости от выбранной системы учета и могут иметь форму журнала, паспортов, формуляров, перфокарт, носителей информации автоматизированной системы.

Каждая форма учетной документации должна выполнять функции носителя определенной информации, содержащей постоянные и переменные признаки.

В учетном документе на конкретные СИ к информации с постоянными признаками относятся:

- наименование СИ;
- тип или система;
- предел измерения;
- класс или допустимая погрешность;
- цена деления шкалы;
- части основного комплекта;
- заводской номер;
- инвентарный номер;
- дата поступления в эксплуатацию;
- балансовая стоимость.

К информации с переменными признаками относятся:

- межповерочный интервал;
- результат поверки (аттестации);
- дата очередной поверки;
- сведения о ремонте;
- местонахождение СИ;
- сведения о группе (образцовое исходное, образцовое подчиненное, рабочее, индикатор).

Информацию с постоянными признаками вносят в учетный документ один раз, в момент его первоначального оформления. Информацию с переменными признаками, кроме результата поверки и сведений о ремонте, вносят карандашом или другими способами, позволяющими легко корректировать и добавлять эти данные по мере их изменения.

Порядок хранения, включая выдачу и перераспределение СИ на предприятии, устанавливает метрологическая служба.

Все СИ, поступающие на предприятия, должны подвергаться входному контролю, осуществляемому метрологической службой.

Всем СИ, поступающим на предприятие, присваивается инвентарный номер, который наносится на видном месте СИ.

Выдача СИ в подразделения предприятия, их перераспределение в процессе эксплуатации и списание в случае выхода из строя должны производиться подразделениями, определенными стандартами предприятия, через метрологическую службу.

Хранение СИ должно осуществляться в специально приспособленных для этих целей помещениях, удовлетворяющих требованиям стандартов, технических условий или указаний технической документации на СИ.

Рекомендуются следующие системы учета СИ:

- простая, с использованием журнала учета СИ;
- простая картотечная;

В качестве учетного документа применяют журнал учета СИ, который оформляется в соответствии с требованиями к информации о СИ.

Учет СИ ведется отдельно по видам измерений и рекомендуется для относительно небольшого парка СИ (менее 100 шт. по каждому виду измерений).

Простая картотечная система легко выполнима, несложна в обращении, приемлема для любых предприятий, не требует дополнительного оборудования и специального обслуживающего персонала, рекомендуется для предприятий с парком СИ до 500-600 шт. Недостатками являются большие затраты времени на поиск информации, необходимость составления поименных графиков поверки СИ.

Количество СИ является одним из главных признаков при выборе системы учета, но не единственным, так как при одном и том же количестве СИ можно выбрать различные системы – в зависимости от организационной структуры как самого предприятия, так и метрологической службы, от технических и материальных возможностей предприятия, квалификации обслуживающего данную систему персонала.

Задание: спроектировать журнал учета средств измерения.

Контрольные вопросы:

1. С какой целью проводят учет СИ?
2. Перечислите основные задачи учета СИ?

3. Кто осуществляет организацию учета, хранения и перераспределения СИ на предприятии?
4. Какой информацией обеспечивает система учета СИ?
5. Что в учетном документе СИ относится к информации с постоянными признаками?
6. Что в учетном документе СИ относится к информации с переменными признаками?
7. Назовите требования, предъявляемые к организации хранения СИ на предприятии?
8. Назовите рекомендуемые системы учета СИ?

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 10

Тема: Проектирование журнала учета реактивов.

Цель: спроектировать журнал учета реактивов.

Для учета движения материалов (реактивов) используются следующие виды документов:

- поступление материалов (реактивов);
- списание материалов (реактивов);
- перемещение материалов (реактивов);
- приготовление растворов.

Все эти документы ведут по фактам изменений в состоянии учета материалов, например, при поступлении реактивов от поставщиков или при передаче реактивов в другое подразделение (перемещение). Наряду с перечисленными выше видами операций, списание реактивов может выполняться также и при регистрации результатов испытаний.

Учет реактивов ведется в единице измерения, которая указана для каждого конкретного реактива (литр, грамм, ампула и т.п.).

Поступление материалов (реактивов)

Этот документ используется для оформления операций поступления и оприходования материалов (реактивов). При заполнении документа необходимо указывать следующий набор информации:

- тип операции:
 - поступление от поставщика;
 - поступление из другого подразделения;

- оприходование (например, ввод остатков);
- прочее;
- склад;
- поставщик (для поступлений от поставщиков);
- номер накладной поставщика;
- таблица материалов:
 - номенклатура;
 - единица измерения;
 - количество.

Списание материалов (реактивов)

Этот документ используется для оформления операций списания материалов (реактивов). При заполнении документа необходимо указывать следующий набор информации:

- тип операции:
 - списание на основную деятельность;
 - передача в другое подразделение;
 - прочее;
- склад;
- таблица материалов:
 - номенклатура;
 - единица измерения;
 - количество.

Перемещение материалов (реактивов)

Этот документ используется для оформления операций перемещения материалов (реактивов) между складами одного подразделения (для операций перемещения между разными подразделениями необходимо использовать два документа – поступление и списание). При заполнении документа необходимо указывать следующий набор информации:

- склад-отправитель;
- склад-получатель;
- таблица материалов:
 - номенклатура;
 - единица измерения;
 - количество.

Приготовление растворов

Одним из видов операций в лаборатории, подлежащих учету, является операция приготовления стандартных растворов (титров). Для оформления такого документа необходимо указывать следующий набор информации:

- склад;
- ответственный сотрудник;
- номенклатура раствора;
- количество раствора;
- срок годности;
- таблица исходных материалов (реактивов):
 - номенклатура;
 - количество.

Журнал учета реактивов химической лаборатории позволяет не только вести учет, но и дает возможность проследить динамику использования реактивов.

Графы журнала учета реактивов химической лаборатории:

1. № п/п;
2. Дата;
3. Наименование реактива;
4. Классификация;
5. Химическая формула;
6. Дата изготовления;
7. Срок хранения;
8. Количество;
9. Остаток реактива;
10. Подпись;
11. Примечание.

Задание: спроектировать журнал учета реактивов.

Контрольные вопросы:

1. Какие документы используют для учета движения реактивов?
2. В каких единицах измерения ведется учет реактивов?
3. С какой целью ведут журнал поступления реактивов? Какие графы указывают?
4. С какой целью ведут журнал списания материалов. Какую информацию указывают в журнале?

5. Когда используют журнал перемещения материалов? Какие графы в нем указывают?

6. Какую информацию указывают в журнале приготовления растворов?

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 11

Тема: Проектирование журнала учета качества дистиллированной воды.

Цель: спроектировать журнал учета качества дистиллированной воды.

Постоянный контроль дистиллированной воды очень важен. Это обусловлено тем, что дистиллированная вода используется как основной растворитель в лабораториях. Дистиллированная вода необходима при приготовлении реактивов, экстрагента, разбавителя исследуемых проб, прополаскивания лабораторной посуды. Именно поэтому качественная работа аналитической лаборатории зависит не только от квалификации специалистов, работающих в ней, использования поверенных приборов, наличия качественных реактивов с высокой их чистотой, стандартных образцов и стандартной мерной посуды, но и от качества дистиллированной воды.

Таким образом, необходимо большое внимание уделить контролю дистиллированной воды. Она по всем своим физико-химическим свойствам должна соответствовать требованиям, которые предъявляет к ней ГОСТ Р 58144-2018. Если все параметры соответствуют нормам, то дистиллированную воду можно употреблять для проведения лабораторных исследований. Ее качество не окажет влияние на метрологические характеристики анализов, которые выполняют сотрудники лабораторий. Необходимо также отметить тот факт, что периодичность контроля качества дистиллированной воды не установлена.

По ГОСТ Р 58144-2018 контроль качества дистиллированной воды проводят с помощью определения органолептических показателей, pH воды, удельной электрической проводимости, массовых концентраций аммония, нитрат-ионов, сульфат-ионов,

хлорид-ионов, алюминия, железа, кальция, меди, свинца, цинка, а также веществ, восстанавливающих марганцовокислый калий.

Воду хранят в закрытых стеклянных или полимерных (производственных) емкостях (бутылях) при температуре от 2 °С до 35 °С. Рекомендуемый срок хранения дистиллированной воды не более одного года, после вскрытия потребительской упаковки – не более семи дней при температуре от 2 °С до 30 °С.

Задание: спроектировать журнал учета качества дистиллированной воды.

Контрольные вопросы:

1. С какой целью проводят контроль качества дистиллированной воды?
2. В каком случае дистиллированная вода может быть использована для проведения исследований?
3. Какие параметры контролируют при проверке качества дистиллированной воды?
4. Какова периодичность контроля качества дистиллированной воды?
5. В какой таре хранят дистиллированную воду?
6. Приведите сроки хранения дистиллированной воды.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 12

Тема: Проектирование протокола испытаний.

Цель: спроектировать протокол испытаний.

Требования к оформлению протоколов испытаний изложены в ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025

Оценка качества протокола испытаний производится исходя не только из требований стандартов, но и из того, что лаборатория и заказчик должны одинаково понимать, что именно написано в протоколе испытаний.

Наиболее часто встречающиеся ошибки при оформлении протокола испытаний:

1. Неправильная ссылка на аккредитацию.

В регистрационный номер аттестата аккредитации входят как русские буквы, так и латинские (РОСС RU.....), поэтому встречаются случаи замены букв одного алфавита на другой, например, «РОСС РИ», а также замена буквы «U» на букву «V».

Встречается также неправильное наименование системы аккредитации. Иногда вместо наименования системы аккредитации указывают наименование системы сертификации.

Иногда при указании наименовании организации, выдавшей аттестат, указывают другую организацию.

Все указанные выше сведения легко уточнить, обратившись к оригиналу аттестата аккредитации.

Встречаются случаи, когда при оформлении нового аттестата аккредитации меняется регистрационный номер аттестата, наименование лаборатории или ее адрес, а соответствующие изменения в бланк протокола не вносятся. Имеет место и обратная ситуация, когда при смене наименования лаборатории или ее адреса изменения вносятся в бланк протокола, а в аттестате сохраняется в старом виде.

Отдельно следует упомянуть несоответствие содержания протокола области аккредитации. Как правило, область деятельности лаборатории шире, чем область аккредитации и нередки случаи, когда имеется необходимость включить в протокол результаты испытаний, отсутствующие в области аккредитации. Ссылка же на аккредитацию подразумевает, что все результаты испытаний, приведенные в протоколе, получены в аккредитованной лаборатории. Тем самым заказчик вводится в заблуждение относительно признания компетентности лаборатории в отношении отдельных результатов. В подобных случаях из протокола следует изымать ссылку на аккредитацию. Когда несоответствие области аккредитации и содержания протокола является незначительным (например, в область аккредитации лаборатории входит определение 15 компонентов, а испытания проведены по 17 компонентам) в отношении компонентов, отсутствующих в области аккредитации, допускается давать соответствующее примечание.

2. Неполное указание адресных данных.

Отдельные лаборатории не указывают в своих протоколах адрес, телефон (факс, электронную почту) или указывают реквизиты юридического лица, что затрудняет общение с лабораторией

по поводу выданных ею результатов и порождает сомнения в ее объективности.

3. Утверждение протокола.

Встречаются случаи включения в протокол испытаний утверждающих подписей вышестоящих руководителей (например, протокол, выданный экоаналитической лабораторией предприятия, утверждается начальником отдела охраны окружающей среды). Такая практика должна признаваться недопустимой, так как ответственность за результат испытания несет только руководитель лаборатории. Лица, не входящие в состав лаборатории, не несут никакой ответственности за результаты испытаний и не могут утверждать или не утверждать протокол испытаний..

Встречаются случаи подписания протоколов неуполномоченными лицами (например, когда лаборатория территориально разобщена, или работа производится в круглосуточном режиме). Руководители подразделений или начальники смен должны быть уполномочены на подписание протоколов.

Если протоколы испытаний предназначены для использования вне предприятия, в составе которого работает лаборатория, то эти протоколы следует заверять печатью предприятия или собственной печатью лаборатории. В обоих случаях право использования печати должно быть предоставлено лаборатории руководством юридического лица.

4. Ошибки в идентификационных данных.

К ошибкам идентификации можно отнести:

- отсутствие нумерации листов протокола;
- отсутствие на каждом листе протокола указания общего количества листов (или обозначение конца протокола);
- отсутствие на каждом листе протокола его номера;
- отсутствие на приложениях к протоколу ссылки на номер протокола.

Отдельно следует упомянуть ошибку, выражающуюся в присвоении одного номера более чем одному протоколу. Подобные случаи имеют место, когда протоколы оформляют и регистрируют в разных подразделениях лаборатории (например, протоколы анализа почв, оформляют в почвенной группе, а протоколы анализа удобрений – в группе удобрений). В результате под

одним номером (возможно, под одной датой) может быть выдано несколько протоколов. Во избежание подобных случаев можно ввести в регистрационный номер буквенный индекс подразделения или объекта анализа.

5. Ошибки ссылок.

Если протокол сопровождается приложениями (схемами, графиками, актом отбора проб, таблицами, хроматограммами, фотографиями и др.), в тексте протокола должны быть ссылки на эти приложения.

Если протокол содержит ссылку на документ, который не приводится в приложении к акту (договор, контракт, стандарт, гигиенические нормативы и т. п.), то эта ссылка должна быть дана таким образом, чтобы при необходимости можно было бы обратиться к этому документу.

6. Отсутствие сведений или неправильные сведения о заказчике.

Сведения о заказчике (наименование юридического лица, подразделения юридического лица или фамилия физического лица), как правило, приводятся в протоколе. Требования отдельных заказчиков исключить из протокола упоминание о себе, на практике часто свидетельствует об их недобросовестности, поэтому рекомендуется тщательно проанализировать возможные для лаборатории последствия.

Если лаборатория выдает протокол для внутреннего заказчика достаточно указать наименование подразделения-заказчика.

Не следует путать заказчика с местом отбора проб (проведения замеров). Такая ошибка является типичной для лабораторий, работающих в области аттестации рабочих мест и экологического контроля. Здесь часто заказчиком выступает совсем не та организация, где отбираются пробы или проводятся измерения.

7. Имеют место случаи, когда форма протокола не соответствует его содержанию. Это, как правило, имеет место, когда в форму протокола, разработанного для одного вида объектов испытаний, включают результаты испытаний другого вида (например, в форму протокола анализа сточных вод, вносят результаты анализа промышленных выбросов в атмосферу).

8. Включение в протокол заключений о соответствии объекта установленным требованиям.

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 допускает включение в протокол «мнений и толкований», однако не следует рассматривать «мнения и толкования» как заключения о соответствии. Деятельность по испытаниям относится к «оценке соответствия». Факт же подтверждения соответствия устанавливается в специальных документах, которые выпускаются от имени производителя или специально уполномоченных органов по сертификации (декларация о соответствии или сертификат соответствия). Часто лаборатории ОТК предприятий пытаются заменить заключение ОТК (декларацию о соответствии) протоколом испытаний.

В протоколе могут быть приведены значения норм из ТУ и стандартов, ПДК и т. п. и мнение лаборатории о соответствии или несоответствии полученных результатов установленным нормам.

9. Объект испытаний.

Объектом испытания может быть проба (образец), поступающий в лабораторию целиком, или объект, от которого отбирается некая часть, подвергаемая испытаниям. В любом случае ошибкой является неясное указание в протоколе объекта испытания. Объект испытания должен быть однозначно определен, например:

- слиток массой 54 г, являющийся по заявлению заказчика медно-цинковым сплавом и имеющий маркировку «МнЦ1»;
- дизельное топливо в ж/д цистернах (45 цистерн), согласно накладной НПЗ» №32/432 от 01.01.2001;
- вода природная р. Волга в районе выпуска (100 м ниже) с очистных сооружений завод».

9.1. Если объектом испытания является проба или образец, то лаборатория не должна распространять полученные результаты ни на какие другие объекты, даже если она обладает информацией о происхождении пробы (образца). Более того, рекомендуется делать в протоколе заявление о том, что сведения, приведенные в протоколе, относятся только к этой пробе (образцу).

9.2. Если объектом испытания является некий объект, характеристики которого должны быть определены в процессе испытания отобранных от этого объекта проб (образцов), то результаты испытания должны быть распространены на объект, даже если лаборатория не принимала участия в отборе проб (образцов). При этом лаборатория не может ограничивать свою ответственность

за адекватность отобранных субподрядчиком (или заказчиком) проб объекту испытания.

9.3. Если лаборатория не может гарантировать правильное выполнение процедуры отбора проб (самостоятельно или через субподрядчика или заказчика), то следует изменить описание объекта испытания, рассматривая в качестве такового пробу.

Если лаборатория не принимала участия в отборе проб, она не может нести никакой ответственности за правильность отбора проб и за их представительность. (Сказанное не относится к случаю, когда лаборатория сама поручает отбор проб какой-либо организации, как субподрядчику.) Она не должна приводить никаких сведений об этом процессе без ссылки на документ, содержащий сведения о пробоотборе (акт отбора проб). Рекомендуются также включать в протокол заявление о том, что «лаборатория не несет ответственности за отбор проб» или «ответственность за отбор проб несет заказчик».

Ошибкой является несоответствие данных о пробе, приведенных в протоколе, данным акта отбора проб. Другой ошибкой является отсутствие указания в протоколе о наличии любых отступлений, допущенных при отборе проб и указанных в акте отбора проб.

Если лаборатория сама проводит отбор проб, участвует в отборе или поручает проведение отбора какой-либо организации.

В этом случае вся ответственность за правильность отбора и правильное оформление акта отбора проб (в отдельных случаях, например, при использовании газоанализаторов, акт отбора проб может не составляться) лежит на лаборатории. Распространенными ошибками являются:

- несоответствие количества проб, отобранных от объекта заказчиком, методике отбора проб;
- отсутствие ссылки на методику и схему отбора точечных проб;
- отсутствие сведений о методике получения средней (композитной, составной) пробы;
- отсутствие сведений о консервации, упаковке, маркировке проб;

- отсутствие сведений о времени отбора (дате) и условиях отбора;

- отсутствие необходимых подписей в акте пробоотбора.

10. Результат

10.1. Физические величины и единицы измерения

К ошибкам этого рода можно отнести:

- неправильные наименования физических величин (например, «освещение», «процент», «коррозия»);

- использование физической величины «концентрация», выраженной безразмерной единицей измерения, без указания того, отношение каких физических величин имеется в виду (массовая, объемная, молярная);

- несоответствие наименования физической величины и единицы её измерения (например, потенциал (В/м²));

- неправильное обозначение единицы измерения (например, «Мг» вместо «мг»);

- использование несистемных и устаревших единиц измерения (сантистокс, фунт на квадратный дюйм и т. п.);

- отсутствие наименования физической величины и(или) единицы измерения.

10.2. Значения

К ошибкам указания значения результата можно отнести:

- отсутствие одного или нескольких значащих нулей в правой части числа (например, 2,3 вместо 2,30);

- избыточное количество значащих цифр в результате;

- для непрерывных величин, существующих в интервале отличном от $\{-\infty; +\infty\}$ указание в качестве результата значения нижней или верхней границы интервала. Например, для концентрации (массовая доля) одинаково неверным является указание в качестве результата как 0%, так и 100%.

11. Условные обозначения.

Когда результат измерения невозможно выразить конкретным значением (например, при качественном анализе или если значение результата лежит вне диапазона измерения), применяют условные обозначения, например, «-», «не обн.», «отс.», «следы». В таких случаях ошибкой является приведение условных обозна-

чений (сокращений, аббревиатур) без их расшифровки в тексте протокола.

12. Объём сведений.

Иногда при оформлении протоколов лаборатории сокращают объём сведений, приводимых в протоколе, что может привести к неправильной трактовке результата испытаний. Например, результат определения влажности методом высушивания, должен сопровождаться значением температуры. Если для определения значения физической величины применяется расчетный метод, то необходимо привести измеренные значения исходных величин. Объём сведений, приводимых в протоколе, часто приводится в конкретных методиках, или в специальных нормативных документах (типа «общие требования к методам анализа»).

13. Сведения о погрешности.

Погрешность конкретного результата измерения неизвестна, так как неизвестно истинное значение измеряемой величины, поэтому использование термина погрешность применительно к результату следует признать ошибочным. Рекомендуется оперировать терминами «приписанная погрешность методики измерения» или «неопределенность».

К другим ошибкам, связанным с указанием погрешности (неопределенности) следует отнести:

- отсутствие сведений о погрешности (неопределенности);
- несогласованность количества значащих цифр результата и характеристики погрешности методики;
- отсутствие указания на форму выражения характеристики погрешности (абсолютная или относительная), особенно если результат выражен в диапазоне от 50% до 100%. (Например, результат определения содержания компонента выраженный в массовой доле - 80%, «погрешность методики» – 5%. Если принять, что погрешность абсолютная – доверительный интервал от 75 до 85%. Если принять, что погрешность относительная, то доверительный интервал от 76 до 84%).

14. Ссылки на методику.

В случаях, когда в протоколе приводятся результаты анализа, полученные по различным методикам, ошибочным является

простое перечисление методик без их конкретной привязки к результатам.

Встречается ошибка, связанная с деятельностью лабораторий выполняющих испытания для целей сертификации. В результате жесткой регламентации методов, применяемых для испытаний в системах обязательной сертификации, некоторые лаборатории, применяющие высокоточные и новые методы, ссылаются в своих протоколах не на новые методики, а на те, которые указаны в правилах сертификации.

Также следует упомянуть о следующих ошибках:

- ссылки на методику без указания ее официального названия (шифра);
- ссылки на отмененные документы или устаревшие редакции;
- отсутствие ссылки на методику.

15. Если в протоколе приводятся данные, взятые из нормативных документов (нормы, ПДК, ПДУ и т. п.), ошибкой является отсутствие ссылки на источники, откуда получены эти данные.

16. Неправильные выводы (мнения и толкования)

Редко, но встречаются случаи, когда по результатам испытаний, приведенным в протоколе, и свидетельствующим о несоответствии продукции требованиям НД, в этом же протоколе делается заключение, что продукция соответствует установленным нормам. В основном такие заключения являются неосознанными ошибками (описками), однако в ряде случаев подобные заключения делаются умышленно.

17. Результаты субподрядчика

Иногда лаборатории включают в свои протоколы результаты, полученные в других лабораториях. Само по себе такое включение допустимо, однако при этом могут допускаться следующие ошибки:

- результаты другой лаборатории в протоколе никак не выделены;
- в протоколе аккредитованной лаборатории приведены результаты, полученные в неаккредитованной лаборатории;
- отсутствует ссылка на протокол субподрядной лаборатории.

В журнале содержатся следующие данные:

1. Данные об испытательной лаборатории (адрес, телефон, факс, аттестат аккредитации и др.);
2. Наименование пробы (образца);
3. Наименование, адрес, подразделение организации, направившей пробы;
4. Дата и время отбора пробы (образца);
5. Дата и время доставки пробы (образца);
6. Цель отбора;
7. Данные о месте отбора пробы;
8. Код пробы;
9. Изготовитель;
10. Дата изготовления;
11. Объем партии;
12. Тара, упаковка;
13. Нормативные документы на методику отбора;
14. Условия транспортирования и хранения;
15. Дополнительные сведения;
16. Лицо ответственное за оформление протокола;
17. Руководитель исследовательской лаборатории;
18. Номер страницы, общее количество страниц;
19. Определяемые показатели;
20. Результаты исследований;
21. Единицы измерения;
22. Гигиенический норматив или величина допустимого уровня;
23. Нормативные документы на исследования.

Задание: спроектировать протокол испытаний.

Контрольные вопросы:

1. Перечислите наиболее часто встречающиеся ошибки при оформлении протокола испытаний.
2. Неправильная ссылка на аккредитацию. Объясните ошибки оформления.
3. В чем состоят ошибки при неполном указании адресных данных.
4. Основные ошибки, допускаемые при утверждении протокола.

5. Ошибки в идентификационных данных.
6. Ошибки ссылок.
7. Ошибки, допускаемые при оформлении сведений о заказчике.
8. В чем заключается ошибка оформления формы протокола?
9. Назовите ошибки, связанные с объектом испытания.
10. Приведите основные ошибки, допускаемые при оформлении результатов испытаний.
11. Результаты субподрядчика. Назовите возможные ошибки оформления.
12. Назовите данные, которые должны содержаться в протоколе испытаний.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 13

Тема: Проектирование графика поверки средств измерений.

Цель: спроектировать график поверки средств измерений.

В сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений к применению допускаются средства измерений утвержденного типа, прошедшие поверку в соответствии с положениями Федерального закона 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений», а также обеспечивающие соблюдение установленных законодательством Российской Федерации об обеспечении единства измерений обязательных требований, включая обязательные метрологические требования к измерениям, обязательные метрологические и технические требования к средствам измерений, и установленных законодательством Российской Федерации о техническом регулировании обязательных требований. В состав обязательных требований к средствам измерений в необходимых случаях включаются также требования к их составным частям, программному обеспечению и условиям эксплуатации средств измерений. При применении средств измерений должны соблюдаться обязательные требования к условиям их эксплуатации.

Конструкция средств измерений должна обеспечивать ограничение доступа к определенным частям средств измерений (включая программное обеспечение) в целях предотвращения несанкционированных настройки и вмешательства, которые могут привести к искажениям результатов измерений.

Поверка средств измерений – совокупность операций, выполняемых органами Государственной метрологической службы (органами ГМС) или другими уполномоченными на то органами и организациями с целью определения и подтверждения соответствия средств измерений установленным техническим требованиям.

Средства измерений, предназначенные для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, до ввода в эксплуатацию, а также после ремонта подлежат первичной поверке, а в процессе эксплуатации – периодической поверке. Применяющие средства измерений в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели обязаны своевременно представлять эти средства измерений на поверку.

Поверку средств измерений осуществляют аккредитованные в соответствии с законодательством Российской Федерации об аккредитации в национальной системе аккредитации на проведение поверки средств измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

Правительством Российской Федерации устанавливается перечень средств измерений, поверка которых осуществляется только аккредитованными в соответствии с законодательством Российской Федерации об аккредитации в национальной системе аккредитации государственными региональными центрами метрологии.

Результаты поверки средств измерений удостоверяются знаком поверки, и (или) свидетельством о поверке, и (или) записью в паспорте (формуляре) средства измерений, заверяемой подписью поверителя и знаком поверки. Конструкция средства измерений должна обеспечивать возможность нанесения знака поверки в месте, доступном для просмотра. Если особенности конструкции или условия эксплуатации средства измерений не позволяют

нанести знак поверки непосредственно на средство измерений, он наносится на свидетельство о поверке или в паспорт (формуляр).

Порядок проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке устанавливаются федеральным органом исполнительной власти, осуществляющим функции по выработке государственной политики и нормативно-правовому регулированию в области обеспечения единства измерений.

Сведения о результатах поверки средств измерений, предназначенных для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений проводящими поверку средств измерений юридическими лицами и индивидуальными предпринимателями.

Средства измерений, не предназначенные для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, могут подвергаться поверке в добровольном порядке.

Как правило, графики поверки юридические и физические лица составляют на один год.

Чтобы определить стоимость работ по проведению поверки, которая зависит от типа поверяемых СИ, класса их точности, погрешности, конструктивных особенностей, диапазона измеряемых величин, и пр., по каждому средству должна быть представлена однозначная и точная информация.

При необходимости указания местонахождения средств измерения в структурном секторе предприятия либо иной информации, заполняется графа «Примечание» (вносится в график поверки при необходимости).

В графике поверки содержатся следующие данные:

1. Виды измерений.
2. Наименование, тип, заводское обозначение.
3. Класс точности.
4. Диапазон измерений.
5. Периодичность поверки (месяцы).
6. Дата последней поверки.
7. Сроки проведения поверки.
8. Сфера государственного метрологического контроля и надзора.

Задание: спроектировать график поверки средств измерений.

Контрольные вопросы:

1. 1. Дайте определение поверке средств измерений.
2. Кто проводит поверку средств измерений?
3. Что является результатом поверки?
4. Куда передаются сведения о результатах поверки средств измерений?
5. Перечислите основные графы, которые содержатся в графике поверки средств измерений.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

Основная литература

1. Беляков, Г. И. Охрана труда и техника безопасности: учебник для СПО / Беляков Г. И.. – 3-е изд., пер. и доп. – Москва : Юрайт, 2023. – 404 с. – ISBN 978-5-534-00376-5. – URL: <https://urait.ru/book/ohrana-truda-i-tehnika-bezopasnosti-512042>. – Текст : электронный.

2. Завертаная, Е. И. Управление качеством в области охраны труда и предупреждения профессиональных заболеваний.: учебное пособие для СПО / Завертаная Е. И.. – Москва : Юрайт, 2023. – 307 с. – ISBN 978-5-9916-9502-2. – URL: <https://urait.ru/book/upravlenie-kachestvom-v-oblasti-ohrany-truda-i-preduprezhdeniya-professionalnyh-zabolevaniy-514006>. – Текст : электронный.

3. Гайдукова, Б. М. Техника и технология лабораторных работ : учебное пособие / Б. М. Гайдукова, С. В. Харитонов. – 5-е изд., стер. – Санкт-Петербург : Лань, 2020. – 128 с. – ISBN 978-5-8114-4964-4. – Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. – URL: <https://e.lanbook.com/book/129227> – Режим доступа: для авториз. пользователей.

4. Кошечая, И. П. Метрология, стандартизация, сертификация : Учебник / И. П. Кошечая, А. А. Канке. – Москва : НИЦ ИНФРА-М, 2022. – 415 с. – ISBN 978-5-16-013572-4. – URL: <https://znanium.com/catalog/document?id=428864>. – Текст : электронный.

Дополнительная литература

1. Маслова, В. М. Управление персоналом: учебник и практикум для СПО / Маслова В. М.. – 4-е изд., пер. и доп. – Москва : Юрайт, 2022. – 431 с. – ISBN 978-5-534-10222-2. – URL: <https://urait.ru/book/upravlenie-personalom-489859>. – Текст : электронный.

2. Родионова, О. М. Охрана труда.: учебник для СПО / Родионова О. М., Семенов Д. А.. – Москва : Юрайт, 2023. – 113 с. – ISBN 978-5-534-09562-3. – URL: <https://urait.ru/book/ohrana-truda-512993>. – Текст : электронный.