**ЛЕКЦИОННЫЙ МОДУЛЬ.**

**Общие принципы обеспечения качества и контроля качества.**

Физическая величина – это одно из свойств физического объекта, общее в качественном отношении для многих физических объектов, но в количественном от- ношении индивидуальное для каждого физического объекта. Физические величины делятся на измеряемые и оцениваемые. Измеряемые физические величины могут быть выражены количественно в установленных единицах измерения (единицах физической величины). Оцениваемые физические величины это величины, для которых единицы измерений не могут быть введены. Их определяют при помощи установленных шкал. Физические величины классифицируются по следующим видам явлений: а) вещественные – они описывают физические и физико-химические свойства веществ, материалов и изделий из них; б) энергетические – описывают энергетические характеристики процессов преобразования, передачи и поглощение (использование) энергии; в) физические величины, характеризующие протекание процессов во времени. Единицей физической величины – называют физическую величину фиксированного размера, которой условно присвоено числовое значение равное единице, и которое применяется для количественного выражения однородных с ней физических величин.

Различают основные и производные единицы физических величин. Для некоторых физических величин единицы устанавливаются произвольно, такие единицы физических величин называют основными. Производные единицы физических величин получают по формулам из основных единиц физических величин. Система единиц физических величин – это совокупность основных и производных единиц физических величин, относящихся к некоторой системе величин. Так, в международной системе единиц СИ (Система Интернациональная) принято семь основных единиц физических величин: единица времени – секунда (с), единица длины – метр (м), массы – килограмм (кг), единица силы электрического тока – ампер (А), термодинамической температуры – кельвин (К), силы света – кандела (кд) и единица количества вещества – моль (моль). Эталон единицы физической величины – это средство измерения, предназначенное для хранения и воспроизведения единицы физической величины с целью её передачи другим средствам измерений данной величины. Понятие единство измерений характеризует состояние измерений, когда их результаты выражены в узаконенных единицах, а погрешности известны и не выходят за установленные пределы с заданной вероятностью. Погрешность измерения – это отклонение результата измерения от истинного значения измеряемой величины.

*Классификация погрешностей измерения*

Погрешности классифицируются по следующим признакам:

* По форме числового выражения а) абсолютные; б) относительные. Например, вагон массой 50т измерен с абсолютной погрешностью ±50 кг, а в относительном выражении эта погрешность составит 0,1%.
* По источникам возникновения а) инструментальные (обусловленные свойствами средств измерения твердости, геометрических параметров и т.д.); б) методические погрешности, возникающие в результате несовершенства принятого метода измерений, при использовании эмпирических зависимостей (фор- мула получена на основе эксперимента) и т.д.; в) субъективные – погрешности оператора.
* По характеру проявления а) систематическая – такая погрешность в процессе измерения одной и той же ф.в. остается постоянной или изменяется по определенному закону при одинаковых условиях измерения, т.е. не меняются внешние условия измерения (температура, давление, влажность, уровень вибраций и др.), оператор, класс точности измерительного прибора, цена деления измерительного прибора; – постоянная (присутствует все время на протяжении измерений); – временная; б) случайная – это погрешность, которая изменяется случайным образом при повторном измерении одной и той же величины в одних и тех же условиях. Случайные погрешности, в отличие от систематических, изменяются хаотично по неизвестному закону.

Измерение физических величин Измерение – это нахождение значения физической величины опытным путем с помощью специальных технических средств. Истинное значение физической величины – это значение, идеально отражающее соответствующее свойство объекта, как в количественном, так и в качественном отношениях. Действительное значение физической величины – это значение, найденное опытным путём и настолько приближенное к истинному, что для данной цели может быть принято вместо него. Измеренное значение физической величины – это значение, полученное при измерении с применением конкретных методов и средств измерений. Свойства измерений: а) точность – это свойство измерений, отражающее близость их результатов к истинному значению измеряемой величины; б) правильность – это свойство измерений, отражающее близость к нулю систематических погрешностей в их результатах. Результаты измерений правильны, когда они не искажены систематическими погрешностями; в) сходимость – это свойство измерений, отражающее близость друг к другу результатов измерений, выполняемых в одинаковых условиях одним и тем же средством измерения одним и тем же оператором. Сходимость – важное качество для методики измерений; г) воспроизводимость – это свойство измерений, отражающее близость друг к другу результатов измерений выполняемых в разных условиях, т.е. в разное время, в разных местах, разными методами и средствами измерений. Воспроизводимость – важное качество при испытаниях готовой продукции.

***Классификация измерений***

Измерения классифицируются по следующим признакам:

По физической сущности измеряемой величины

По характеристике точности А) Равноточные измерения – это ряд измерений какой-либо физической величины выполненных при одинаковых условиях (одно и тоже средство измерения, параметры среды, один и тот же оператор и т.д.) Б) Неравноточные измерения – это ряд измерений какой-либо физической величины выполненных либо разными по точности приборами, либо при разных условиях измерения.

По числу измерений А) Однократные измерения Б) Многократные измерения – измерения одной и той же физической величины результат, которого получен из нескольких следующих друг за другом измерений.

По изменению измеряемой величины во времени А) Статические Б) Динамические (при которых измеряемая величина изменяется во времени)

По метрологическому назначению А) Технические Б) Метрологические

По выражению результатов измерения А) Абсолютные – измеряемые в кг., м., Н и т.д. Б) Относительные – измеряемые в долях или процентах.

По способу получения числового значения физической величины А) Прямые – это измерения, при которых искомое значение физической величины получают непосредственно. Б) Косвенные – это измерения, при которых искомое значение физической величины получают на основании прямых измерений других физических величин. В) Совместные измерения – одновременное измерение двух или нескольких не одноименных ФВ для определения зависимости между ними. Г) Совокупные – это одновременное измерение нескольких одноименных физических величин, а искомое значение величин находят путем решения системы уравнений, получаемых при прямых измерениях различных сочетаний этих величин.

***Методы измерения физических величин***

Метод измерений – это приём или совокупность приёмов сравнения измеряемой физической величины с её единицей в соответствие с реализованным принципом измерений. Методы измерений определяются видом измеряемых величин, их размерами, требуемой точностью результата, требуемой быстротой процесса измерения и прочими данными. В предыдущей теме перечислялись виды измерений по способу получения числового значения. Наибольшее распространение, на практике, получили прямые измерения из-за их простоты и скорости исполнения. Прямые измерения можно производить следующим методами, которые можно разделить на две основных группы:

Метод непосредственной оценки – значение величины определяют непосредственно по отсчётному устройству мерительного прибора (силу тока по ампер- метру, массы – по циферблатным весам и т.д.).

Метод сравнения с мерой – измеряемую величину сравнивают с величиной воспроизводимой мерой (измерение массы рычажными весами с уравновешиванием гирями).

А) Дифференциальный метод – метод сравнения с мерой, при котором на из- мерительный прибор действует разность измеряемой величины и известной величины, воспроизводимой мерой (измерения, выполняемые при проверке мер длины сравнением с образцовой мерой на компараторе).

Б) Нулевой метод – метод сравнения с мерой, когда результирующий эффект воздействия на прибор сравнения доводят до нуля (измерение электрического сопротивления мостом с полным его уравновешиванием).

В) Метод совпадений – метод сравнения с мерой, при котором разность между измеряемой величиной и величиной воспроизводимой мерой, измеряют, используя совпадения отметок шкал прибора (измерение линейных размеров с помощью штангенциркуля).

Г) Метод замещения – метод сравнения с мерой, когда измеряемую величину замещают известной величиной воспроизводимой мерой (взвешивание с поочерёдным помещением измеряемой массы и гирь на одну и ту же чашу весов).

Понятие о средстве измерений

Средство измерений – это техническое средство или комплекс средств, пред- назначенное для измерений. Оно имеет нормированные метрологические характеристики, воспроизводящие или хранящие единицу физической величины. Средство измерений должно реализовывать одну из следующих функций: – воспроизводить величину заданного размера; – вырабатывать сигнал, несущий информацию о значении измеряемой величины. Такие сигналы могут любо непосредственно восприниматься органами чувств человека, либо проходить через вспомогательные (преобразующие приборы для это- го). Все средства измерений можно классифицировать по двум основным признакам:

1 По метрологическому назначению средства измерения делятся на:

а) Рабочие средства измерения – применяются для проведения технических измерений

– лабораторные (используются при научных исследованиях, при проектировании технических устройств, а также для проведения медицинских измерений);

– производственные (используются для контроля качества продукции на производстве и для контроля технологического процесса производства);

– полевые (используются непосредственно на всех видах транспорта).

б) Эталоны

2) По конструктивному исполнению средства измерения делятся на:

а) меры физической величины – это средства измерения, предназначенные для хранения и воспроизведения единицы физической величины

б) измерительные приборы – это средство измерения, предназначенное для получения значений измеряемой физической величины в заданных пределах. Прибор, как правило, содержит устройство для преобразования измерительной величины, а также индикацию в наиболее доступной для восприятия форме.

в) измерительные преобразователи – это средства измерений, предназначенные для преобразования измерений физической величины в другую величину удобную для переработки, хранения и, при необходимости, дальнейшего преобразования

г) измерительная установка – это комплекс функционально объединенных мер, измерительных преобразователей, измерительных приборов и других устройств, предназначенных для измерения одной или нескольких физических величин. Как правило, этот комплекс располагается в одном месте, например испытательный стенд

д) измерительная система – это совокупность функционально объединенных измерительных приборов, мер, измерительных преобразователей и других технических средств, размещенных в различных точках контролируемого пространства и предназначенных для измерения одной или нескольких физических величин.

***Метрологические характеристики средств измерений и контроля***

Эта характеристика одного из средств измерения влияющая на результат и его погрешность. Рассмотрим наиболее часто встречающиеся метрологические характеристики средств измерений и контроля: Цена деления шкалы прибора – это разность величин, соответствующих двум соседним отметкам шкалы. Она всегда указывается на шкале прибора. Длина деления шкалы прибора – это фактическое расстояние между осями (центрами) соседних отметок шкалы прибора. Начальное и конечное значение шкалы – наименьшее и наибольшее значение измеряемой величины, которые могут быть отсчитаны по шкале данного средства измерения. Диапазон показаний средства измерений – это область значений шкалы прибора, ограниченная начальным и конечным значениями шкалы. Существуют средства измерения, начальное значение которых не равно нулю (например, микрометрический нутромер). Измерительное усилие – это усилие, возникающее в зоне контакта измерительного наконечника прибора с измеряемой поверхностью. Перепад измерительного усилия – разность измерительного усилия при двух положениях указателя в пределах диапазона показаний.

Чувствительность – это способность средства измерения реагировать на изменения измеряемой величины. Определяется как отношение изменения выходного сигнала средств измерения к вызывающему его изменению измеряемой величины. Порог чувствительности средств измерения – то наименьшее значение изменения физической величины, с которого возможно начать измерение этой величины данным средством измерения. Вариация показаний измерительного прибора – это разность показаний прибора в одной и той же точке диапазона показаний при плавном подходе к этой точке показывающего элемента (стрелки) со стороны больших и меньших значений измеряемой величины.

Передача размеров единиц физических величин – это приведение размеров единицы физической величины хранимой поверяемым средством измерения к размеру единицы ф.в., хранимой и воспроизводимой эталоном, осуществляемое при их поверке или калибровке. Размер передаётся от более точных средств измерений к менее точным. Суть поверки и калибровки средств измерений заключается в нахождении погрешности средства измерения и установлении его пригодности к использованию. Поверка средств измерений – это совокупность операций выполняемых государственной метрологической службой с целью определения и подтверждения соответствия средств измерений установленным техническим требованиям. Поверка носит обязательный характер, и проводиться в отношении средств измерений, которые применяются в установленных законом сферах (здравоохранение, охрана окружающей среды, обеспечение обороноспособности страны и т.д.) Калибровка средств измерений – это комплекс операций осуществляемых с целью определения и подтверждения действительных характеристик средств измерения и пригодности к применению этих средств измерений (неподлежащие государственному контролю и надзору). Калибровка носит добровольный характер. Сопоставление государственного эталона, вторичного эталона и рабочих средств измерений определено государственной поверочной схемой. Поверочная схема – документ, устанавливающий средства (с помощью чего), методы (каким образом) и точность передачи размеров единиц от государственного эталона к рабочим средствам измерения.

Виды поверок средств измерения.

В РФ применяются следующие виды поверки средств измерения:

а) первичная поверка, ей подлежат средства измерений при выпуске из производства после ремонта, а также средства измерений ввозимые по импорту.

б) периодическая поверка, такой поверке подлежат средства измерения находящиеся в эксплуатации или на хранении.

в) внеочередная поверка, осуществляется при эксплуатации и хранении в следующих случаях:

– повреждение поверительного клейма;

– утрата свидетельства о поверке; – ввод в эксплуатацию средства измерения, длительное время находящегося на хранении (длительность определяется государственной метрологической службой);

– неудовлетворительная работа прибора.

г) инспекционная поверка, ее проводят для подтверждения пригодности к применению средств измерений. При проведении государственного метрологического надзора.

д) экспертная поверка, производиться при возникновении спорных вопросов по метрологическим характеристикам средств измерений, их исправности и пригодности к применению.

***Государственный метрологический контроль и надзор за средствами измерения***

Государственный метрологический контроль и надзор – это деятельность, осуществляемая органами государственной метрологической службы по проверке юридических лиц на соответствие Закону «Об обеспечении единства измерений» и требованиям государственных стандартов и другим нормативным документам в области метрологии.

Государственный метрологический контроль осуществляется путем: – калибровки средств измерений – надзор за состоянием и применением средств измерений, за выполнением методик измерений и контроль мер применяемых при калибровке (контроль эталонов) – выдача обязательных предписаний с целью устранения нарушений метрологических правил и норм – проверка своевременности представления средств измерений на испытания для утверждения типа средств измерений, а также на поверку или калибровку.

Государственный метрологический контроль включает:

1. Утверждение типа средств измерений необходимо для постановки на производство и выпусков в обращение новых типов средств измерений или при их ввозе по импорту. Процедура утверждения типа предусматривает обязательные испытания средств измерений. Принятие решения об утверждении типа, ее государственную регистрацию и выдачу сертификата об утверждении типа средства измерения. На средство измерения утвержденного типа наноситься специальное клеймо.
2. Поверка средств измерения, в том числе эталонов осуществляется органами государственного метрологического контроля и надзора РФ. В отличие от процедуры утверждения типа средства измерения, в котором участвует только одно средство измерения представляющее тип, поверке подлежит каждое средство измерения.
3. Согласно закону об обеспечении единства измерений деятельность по изготовлению, ремонту, продаже и прокату средств измерений должна подвергаться лицензированию органами государственной метрологической службы. Лицензия – это документально оформленное решение, выдаваемое органами.

ГМС юридическому или физическому лицу на осуществление деятельности по изготовлению, ремонту, продаже и прокату средств измерения. По настоящему законодательству лицензия выдается не более чем на 5 лет. Государственный метрологический надзор производится на предприятиях и в организациях независимо от подчинённости и форм собственности в виде проверок соблюдения норм в соответствии с Законом «Об обеспечении единства измерений». Государственный метрологический надзор следит: – за выпуском, состоянием и применением средств измерения – за аттестованными методиками измерений – за эталонами единиц ФВ – за соблюдением правил и норм, касающихся метрологии на предприятиях – за количеством отчуждаемых товаров – за количеством фасованных товаров в упаковках любого вида при их фасовке и продаже Проверки, проводимые органами государственной метрологической службы, могут быть: плановыми, внеплановыми, повторными. Плановая проверка не реже одного раза в 3 года. Внеплановые проверки производятся по инициативе потребителей (общество защиты прав потребителей, налоговой инспекцией). Повторная проверка осуществляется для контроля выполнения предписаний выданных органами государственной метрологической службы. При этом срок проведения повторных проверок указан в предписании.

**Качество продукции. Основные термины и определения, относящиеся к качеству.**

Продукцией называется результаты производственной деятельности человека, которые имеют материальную ценность и предназначены для удовлетворения его потребностей. Продукция может быть изделиями или продуктами. Изделия – результат работы производственного предприятия, который характеризуется величиной исчисляемой в различных единицах счета (шт.). Продукты – результат работы производственного предприятия, характеризуемые величиной измеряемой в килограммах, метрах, м3 и т.д.

Продукция может разделяться на 2 класса (по способу использования):

1. Потребляемая продукция – продукция, которая в процессе использования расходуется (электричество, топливо).
2. Эксплуатируемая продукция – расходует свой ресурс, а ее масса остается практически не изменой в процессе эксплуатации.

Продукция, представляемая этими 2-мя классами, может быть подразделена на 5 групп:

1) сырье и природное топливо

2) материалы и продукты (ткани, пластмассы, искусственное топливо, пище- вые продукты)

3) расходные изделия (относятся все упакованные изделия – топливо в бочках, консервы и т.д.)

4) не ремонтируемые изделия (ремни ременной передачи, полупроводниковые элементы приборов, крепежные изделия и т.д.)

5) ремонтируемые изделия (оборудование длительного использования - машины).

Каждый вид продукции обладает рядом специфических свойств, благодаря которым данную продукцию можно отличить от продукции какого-либо другого вида.

Свойство продукции – объективная особенность продукции, проявляющаяся при ее создании и использовании. Признак продукции – качественная или количественная характеристика свойств продукции. Качество продукции – совокупность свойств продукции способных удовлетворять ее пригодность для потребления в соответствующей ей сфере. Для оценки качества продукции разработана система показателей качества, а также разработаны методы позволяющие определять эти показатели. Отрасль практической деятельности, которая занимается разработкой теоретических основ и разработкой методов, количественные оценки качества называется квалиметрией.

Показатели качества продукции.

Ниже перечисленные показатели качества распространяются на все виды промышленной продукции и способны отображать количественные характеристики свойств продукции рассматриваемых применительно создания этой продукции или применительно ее использования. В каждую группу показателей качества входят как единичные показатели, так и комплексные. Единичный показатель качества – отображает одно свойство (грузоподъемность, энергоемкость). Комплексный показатель качества – отображает несколько свойств продукции. Разновидность комплексных показателей является обобщенные показатели качества, которые представляют собой сумму единичных показателей качества имеющих одну размерность с учетом коэффициента значимости каждого из единичных показателей. Десять групп показателей качества: Показатели назначения – характеризует назначение продукции, ее область применения, конструктивные особенности и т.д. К таким показателям относится производительность, энергоемкость машин и другие. Показатели надежности – характеризуют свойства изделия выполнять заданные функции, сохраняя значения установленных эксплуатационных параметров. К показателям надежности относятся безотказность, долговечность, ремонтопригодность, сохраняемость. Показатель технологичности – характеризует соответствие изделия и его элементов реальным условиям производства, рациональность использования конструкционных материалов, приспособленность продукции к применению прогрессивных технологических методов производства, возможность максимального использования централизованного производства и рациональной организации ремонта и обслуживания. Одними из важнейших показателями технологичности является коэффициент сборности изделия, коэффициент использования рациональных материалов, удельная трудоемкость производства и удельная материалоемкость. Показатели стандартизации и унификации – они характеризуют степень использования в данном изделии стандартизованных и унифицированных деталей (узлов, механизмов, сборочных единиц). Патент на правовые показатели качества они включают в себя два показателя: 1) показатель патентоспособности – патентоспособным считается изделие содержащее технические решения, которые могут быть признаны изобретением в одной или нескольких странах. 2) патентная чистота – патентная чистота – степень новизны изделия. Эргономические показатели качества – такие показатели качества оценивают степень приспособленности изделия к взаимодействию с человеком (возможность создания оптимальных условий для эффективного управления машиной для соблюдения необходимых норм гигиены для оператора и окружающей среды). Эстетические показатели качества – характеризуют внешний вид продукта, степени ее соответствия определенному стилю, гармоничность сочетания отдельных элементов рассматриваемого изделия друг с другом, а также соответствие форм изделия его назначению, цветовое оформление, а также качество отделки внешних поверхностей и качество фурнитуры. Показатели транспортабельности – характеризует степень приспособленности изделия к транспортировке, которое не сопровождается его использованием или потреблением, эти показатели выбираются с учетом конкретного вида транспорта и определяет материальные или трудовые затраты на операции связанные с транспортировкой (упаковка, загрузка, транспортировка, разгрузка). Показатели безопасности – характеризуют свойство продукции обуславливающие безопасность человека и окружающей среды при ее использовании. К таким показателям относится: скорость срабатывания защитных устройств, сопротивление изоляции в проводах и т.д. Показатель экологичности – характеризует показатель степень вредных воздействий на окружающую среду возникающих при эксплуатации изделия (содержание вредных элементов в составе продукции).

Методы определения показателей качества

Показатели качества определяют двумя методами: – инструментальный; – экспертный. Инструментальный метод основан на результатах измерений различных параметров, которые характеризуют ту или иную группу показателей качества. Разновидностью инструментального метода являются расчетный (метод основан на вычислениях с использованием значений найденных экспериментально), и субъективный метод, где определение показателей качества основано на решении, принимаемом группой специалистов-экспертов. Этот метод часто применяется для определения комплексных показателей качества. Экспертный метод делится на два подхода: 1) органолептический – основан на определении показателей качества продукции (в баллах) с использованием восприятия окружающей среды органами чувств; 2) социологический – основан на сборе и учете мнений фактических или потенциальных потребителей продукции. Этим методом в основном определяют показатели качества товаров широкого потребления.

Методы оценки качества продукции в целом

Уровень качества продукции в целом – это относительная характеристика качества продукции основанная на сравнении совокупности показателей ее качества (рассмотренных выше) с соответствующей совокупностью базовых показателей. Базовый показатель качества – такой показатель качества продукции, который принят за исходный показатель. При сравнительных оценках качества, такими показателями являются различные эталоны (длина, вес, эталоны цвета - как базовые; если стиль, то основные характерные черты этого стиля). Уровень качества однородной продукции может быть определен тремя различными методами: Дифференциальный метод оценки уровня качества в целом. Основан на раздельном сопоставлении единичных показателей качества рассматриваемого изделия с аналогичными базовыми показателями. Такие показатели качества (определенные этим методом) не позволяют получить точное численное значение уровня качества продукции, однако благодаря простоте метод широко применяется. Qi=Ti/Tiб, где Qi – уровень качества; Ti – показатель качества рассматриваемого изделия (единичный не комплексный) Tiб – единичный базовый показатель. Оценку по этой формуле применяют для тех показателей, увеличение которых свидетельствует о повышении качества. Qi=Tiб/Ti . По этой формуле качество оценивается для показателей, уменьшение которых свидетельствует о повышении качества.

Комплексный метод.

Он предусматривает использование обобщенных показателей качества в отличие от дифференциального метода его можно использовать для получения однозначной числовой оценки качества. Обобщенный показатель качества определяется по формуле:

где

Ti–единичный показатель качества, выраженный в баллах, каждому такому показателю коэффициент весомости;

Ki – коэффициент весомости; n – число единичных показателей (рассмотренных).

Смешанный метод. Применяется в тех случаях, когда обобщенный показатель качества, используемый в комплексном методе, не достаточно полно учитывает все существующие свойства продукции. Он заключается: единичные показатели качества объединяют в группы, определяют соответствующий им комплексный показатель, а наиболее важные показатели качества, как правило, в группы не сводят и используют как единичный показатель качества.

Понятие о системе качества

Система качества – такой способ организации производства, который позволяет поставлять потребителю продукцию, отвечающую его требованиям. Термин система качества означает совокупность организационной структуры, методик, процессов необходимых для общего руководства качеством на всех этапах его формирования. Для потребителя система качества, которую выбрало предприятие, может являться аргументом доверия и гарантом того, что он получит продукцию желаемого качества. В настоящее время используются различные системы управления качеством, выбранные и реализуются основные принципы системного подхода к управлению системой качества. Являются основой для готовящихся обновлений стандартов по управлению качеством ИСО серии 9000 всего 8 принципов:

1. Ориентация на потребителя
2. Роль руководства в реализации всех принципов управления качеством является определяющей
3. Вовлечение работников в деятельность по управлению качеством
4. Процессный подход в совокупности с системным подходом к управлению рассматривается в сочетании взаимосвязанных процессов
5. Системный подход
6. Постоянное улучшение
7. Принятие решений основанных на фактах
8. Взаимно выгодные отношения с поставщиками.

В 1995 году была разработана и принята «Система сертификации систем качества и производств», которая получила название «Регистр систем качества» это система добровольной сертификации, однако она является частью государственной системы сертификации ГОСТ–Р, которая является системой обязательной сертификации.

Категории нормативных документов.

Нормативный документ о стандартизации – документ, устанавливающий правила (нормы, принципы, характеристики) касающихся объектов стандартизации различных видов деятельности, который доступен широкому кругу пользователей. Стандарт – нормативный документ, по стандартизации разработанный на основе согласия по основным вопросам большинства заинтересованных стран и принятых официальным органом (государственный стандарт или его подразделения). Стандарты делятся на: международный, региональный международный стандарт. Международный стандарт – стандарт, принятый какой-либо международной организацией по стандартизации. Статус таких стандартов добровольный (носят рекомендательный характер). Региональный международный стандарт – стандарт, принятый международной, межправительственной, региональной организацией по стандартизации. Статус такого стандарта для стран входящих в это региональное объединение обязательно. ГОСТ – бывший стандарт СССР, который действует. Межгосударственный стандарт для стран бывших республик. ГОСТ-Р – стандарт, принимаемый государственным стандартом России или государственным строем. К объектам этого стандарта относятся организационно методические и обще технические объекты, а также работа, продукция и услуги, имеющие межотраслевое общенародное хозяйственное назначение. ОСТ – отраслевой стандарт, его объектами являются аналогичные с ГОСТ-Р и ГОСТ объекты, имеющие, однако исключительно отраслевое значение. Отраслевые стандарты могут устанавливать ограничения на ГОСТ-Р и ГОСТ, части номенклатуры (перечня), типа размеров и требований, не снижая при этом качество продукции. Такие стандарты называются ограничителями. Отраслевые стандарты применяют предприятия или организации употребляющие продукцию данной отрасли. СТО – стандарты научно-технических и инженерных обществ. Объектами этих стандартов являются оригинальные или новые виды продукции и услуг, а также методы испытаний, новые принципы организации и управления. СТП – стандарты предприятий (организаций). Стандарты, которые применяются на предприятии. Объектами этих стандартов являются детали, узлы изготавливаемых изделий, нормы и правила в области организации и управления производством. Эти стандарты могут ограничивать ГОСТ, ГОСТ-Р, ОСТ без ухудшения качества продукции. Правила по стандартизации – нормативный документ по стандартизации применяемый ГОСТ-Р. Эти стандарты разрабатываются на конкретные производственные процессы, связанные с решением задач по организации работ по стандартизации, метрологии, сертификации. Норма – нормативный документ, содержащий положения, устанавливающая количественные меры или качественные критерии, которые должны быть удовлетворены в процессе производства. Рекомендации – нормативный документ, содержащий добровольное для применения правило и методы выполнения работ. Технические условия – документ, разрабатываемый предприятием или организацией в том случае, когда разрабатывать стандарт не целесообразно. Объектом технических условий может быть пробная продукция или продукция разовой доставки.

Виды стандартов применяемых в РФ

Понятие «вид стандарта» определяет содержание в зависимости от его назначения. Большую роль в повышении качества сырья, материалов и готовой продукции играет стандартизация. Стандартизация – это деятельность, направленная на достижение оптимальной степени упорядочения в определенной области посредством установления положений дня всеобщего и многократного использования в отношении реально существующих или потенциальных задач.

Основные результаты деятельности стандартизации – повышение степени соответствия продукта (услуги), процессов их функциональному назначению, устранение технических барьеров в международном товарообмене, содействие научно-техническому прогрессу и сотрудничеству в различных областях.

Стандартизация осуществляется в целях обеспечения: безопасности продукции, работ и услуг для окружающей среды, жизни, здоровья и имущества; технической и информационной совместимости, а также взаимозаменяемости продукции; качества продукции, работ и услуг в соответствии с уровнем развития науки, техники и технологии; единства измерений; экономии всех видов ресурсов; безопасности хозяйственных объектов с учетом риска возникновения природных и техногенных катастроф и других чрезвычайных ситуаций; обороноспособности и мобилизационной готовности страны; выполнения законодательства методами и средствами стандартизации.

Основные принципы стандартизации:

− взаимное стремление всех заинтересованных сторон, разрабатывающих, изготавливающих и потребляющих продукцию, к достижению общего согласия с учетом мнения каждой из сторон по управлению многообразием продукции, ее качеству, экономичности, применимости, совместимости и взаимозаменяемости, ее безопасности для жизни, здоровья людей и имущества, охране окружающей среды и другим вопросам, представляющим взаимный интерес;

− программно-целевое планирование работ по стандартизации;

− техническая, экономическая, социальная обоснованность разработки нормативных документов по стандартизации;

− преемственность при применении нормативных документов по стандартизации;

− комплексность стандартизации взаимосвязанных объектов, включая метрологическое обеспечение, путем согласования требований к этим объектам, к средствам измерений и увязкой сроков введения в действие нормативных документов по стандартизации;

− гармонизация нормативных документов по стандартизации с международными, региональными и национальными стандартами других государств;

− соответствие требований нормативных документов по стандартизации современным достижениям пауки, техники, передового опыта, а также законодательным актам, нормам и правилам органов, выполняющих функции государственного надзора;

− взаимосвязь и согласованность нормативных документов по стандартизации всех уровней;

− открытость информации о действующих нормативных документах по стандартизации;

− утверждение стандартов на основе достижения согласия всеми заинтересованными сторонами;

− пригодность нормативных документов по стандартизации для их применения в целях сертификации.

Объект стандартизации – это продукция, процесс или услуга, для которых разрабатывают те или иные требования, характеристики, параметры, правила и т.п. объекта в целом иди отдельных его составляющих (характеристик). Стандартизация осуществляется посредством создания нормативных документов. Международная организация по стандартизации (ИСО) рекомендует следующие виды нормативных документов: стандарты, документы технических условий, своды правил, регламенты (технические регламенты), положения.

Стандарт – это нормативный документ, разработанный на основе консенсуса, утвержденный признанным органом, направленный на достижение оптимальной степени упорядочения в определенной области. В нем устанавливаются для всеобщего и многократного использования общие принципы, правила, характеристики, касающиеся различных видов деятельности или их результатов. Документ технических условий устанавливает технические требования к продукции, услуге, процессу. Обычно в документе технических условий должны быть указаны методы и процедуры, которые необходимо использовать для проверки соблюдения требований данного нормативного документа в таких ситуациях, когда это необходимо. Стандарт как основной вид нормативного документа имеет следующие разновидности: основополагающий стандарт, терминологический стандарт, стандарт на методы испытаний, стандарт на продукцию, стандарт па процесс, стандарт на услугу, стандарт на совместимость. Выделяют следующие уровни стандартизации: международный; региональный; национальный; административно-территориальный. Государственная система стандартизации устанавливает следующие виды стандартов:

1. Основополагающие
2. Стандарты на продукцию и услуги
3. Стандарты на работы (процессы)
4. Стандарт на методы контроля (на методы испытаний, методы измерений)
5. Международные стандарты (ИСО);
6. Региональные стандарты (EN – стандарты европейской организации по стандартизации);
7. Руководящий документ отрасли (РД);
8. Стандарты предприятий (СП 1);
9. Технические условия (ТУ);
10. Техническое описание (ТО).

Разрабатываются в целях обеспечения взаимопонимания, единства подходов и взаимосвязи деятельности науки и производства. Эти стандарты устанавливают нормы, требования, правила которые рассматриваются в качестве общих и должны содействовать решению общих для науки и производства задач. Основополагающие стандарты могут устанавливать научно-техническую терминологию, широко используемую в науке и производстве.

Стандарты на продукцию устанавливают требования либо к конкретному виду продукции, либо к группе однородной продукции в зависимости от этого делятся на 2 вида:

* Стандарт технических условий. Содержащие требования к конкретной продукции. Эти стандарты касаются производства, поставки, эксплуатации, ремонта и утилизации продукции. Эти стандарты не должны противоречить стандартам общих технических условий и содержать дополнительные (по сравнению со стандартами общих технических условий) требования к продукции.
* Стандарты обще технических условий. Стандарты, которые содержат общие требования к группам однородной продукции. Они содержат такие границы как:

1. Классификация
2. Основные параметры (размеры)
3. Общие требования к качеству
4. Требования к маркировке
5. Требования к безопасности для жизни и имущества человека, и для окружающей среды.

Также эти стандарты содержат требования к приемке продукции, методы контроля, транспортирования и хранения. Они устанавливают требования к конкретным видам работ, которые осуществляются на разных стадиях существования (проектировка, производство, поставка, эксплуатация, ремонт, утилизация). Стандарты на работу должны содержать требования по ТБ и ПБ, и работах навсех стадиях жизненного цикла продукции. Предназначены для обеспечения все стороннего контроля всех обязательных требований к качеству продукции.

Стандарты устанавливаются на продукцию серийного и массового производства, для определения единообразных понятий, технических терминов, обозначений величин и общетехнических требований. Стандарты на продукцию серийного и массового производства содержат полную техническую характеристику стандартизируемой продукции. Они предусматривают типы, виды, марки, формы, размеры изделий и материалов, которые должны выпускаться по определенным группам продукции с учетом качественных показателей и норм (физико-механические свойства, химический состав, степень чистоты материалов, внешний вид и т.п.). Одновременно предусматриваются правила приемки и методы испытаний, необходимые для проверки с определенной точностью установленных норм, требований и характеристик. Сегодня стандартизированы требования к организационным системам предприятий, направленные на обеспечение качества продукции, созданы системы управления качеством продукции на предприятии, стандартизированы принципы, методы и подходы в этом направлении. Применение стандартов обеспечивает взаимозаменяемость отдельных деталей и целых узлов машин и механизмов, позволяет лучше использовать сырье, материалы, топливо и энергию, способствует специализации производства, внедрению новой техники. Снижаются затраты на внедрение в производство стандартных технологических процессов и методов, используемых при проектировании и изготовлении продукции. Особое место занимает унификация. Унификация – это выбор оптимального числа размеров или видов продукции, процессов или услуг (основана на рациональном сокращении излишнего многообразия типов, типоразмеров изделий, их частей, материалов, методов испытаний и т.п.). Применение стандартных деталей и сборочных единиц позволяет создавать изделия по агрегатному и модульному принципу. Современный уровень развития технологических процессов позволяет значительно повысить требования, предъявляемые к качеству производимой продукции. По мере развития научно-технического прогресса оно все больше зависит от уровня технологии и определяется такими факторами, как механизация и автоматизация технологических процессов, их непрерывность, качество исходных материалов, энерговооруженность труда, научная организация труда, общая культура производства, требования техники безопасности и охраны труда на производстве.

Показатели стандартизации и унификации характеризуют насыщенность изделия стандартными, унифицированными и оригинальными составными частями, каковыми являются входящие в него детали, узлы, агрегаты, комплекты и комплексы. К данной группе относятся: коэффициент применяемости, коэффициент повторяемости, коэффициент унификации изделия или группы изделий.

Основными средствами и методами обеспечения качества продукции на сегодняшний день является системное управление качеством, как способ создания конкурентоспособной продукции. Только тот товар, который создается в расчете на определенного потребителя, оказывается конкурентоспособным. Выпускать продукцию необходимого качества возможно лишь при условии создания систем управления качеством с учетом требований международных стандартов серии ИСО 9000. При этом необходимо выполнять требования стандартов по элементам системы качества, осуществлять маркетинговые исследования рынка с целью удовлетворения запросов потребителей. Программа повышения качества, учитывающая особенности спроса потенциальных потребителей и систем обеспечения качества, должна быть интегрирована в производство. Обеспечить стабильное качество изделий невозможно, если не добиться стабильности качества исходных материалов. Поэтому отмечается тенденция к более тесному взаимодействию изготовителя продукции с поставщиками сырья, материалов и комплектующих деталей. Главный инструмент управления качеством – контроль − в последнее время претерпевает большие изменения. Создается атмосфера доверия и уверенности в надежности партнеров благодаря отработанным методам взаимодействия поставщика и потребителя. Оттесняется в прошлое сплошной входной контроль, уменьшается количество контролеров, совершенствуются методы контроля. На важнейший фактор конкурентоспособности товара – себестоимость − оказывают прямое влияние затраты на качество. Системный анализ этих затрат и их оптимизация – неотъемлемая часть программ качества. За последние годы получили дальнейшее совершенствование методология и принципы сертификации систем качества, разработаны новые проекты международных стандартов серии ИСО 9000, которые приняты в нашей стране в 2000 году. Развивается сертификация продукции работ и услуг, включая механизм подтверждения соответствия. Тем самым изготовителям продукции предоставляется возможность внедрять более современные правила и процедуры с целью повышения качества. Поэтому перед предприятиями-экспортерами в настоящее время особо остро стоит проблема повышения уровня образованности кадров в области качества. Мировой опыт управления качеством был сконцентрирован в пакете международных стандартов ИСО 9000-9004, принятых Международной организацией по стандартизации (ИСО) в марте 1987 г. В стандартах был воплощен опыт конкурентоспособных зарубежных фирм, что качественный товар, соответствующий запросам покупателей, может быть изготовлен лишь с учетом комплексного исследования рынка, в виде «петли качества», которая начинается с маркетинга и заканчивается маркетингом. Система обеспечения качества складывается из действий, которые распространяются на все стадии «петли качества». Организационная структура системы управления качеством включается в общий процесс управления деятельностью фирмы.

Модель «петли качества» включает следующие элементы:

1. Маркетинг. Поиск и изучение рынка.

2. Проектирование и разработка технических требований к продукции.

3. Материально-техническое снабжение.

4. Подготовка и разработка производственных процессов.

5. Производство продукции.

6. Контроль и испытания.

7. Упаковка и хранение.

8. Реализация и распределение.

9. Монтаж и эксплуатация.

10. Техническая помощь в обслуживании.

11. Утилизация после использования.

Сфера деятельности ИСО касается стандартизации во всех областях, кроме электротехники и электроники, относящихся к компетенции Международной электротехнической комиссии (МЭК). Некоторые виды работ выполняются совместными усилиями этих организаций. Кроме стандартизации ИСО занимается проблемами сертификации.

ИСО определяет свои задачи следующим образом: содействие развитию стандартизации и смежных видов деятельности в мире с целью обеспечения международного обмена товарами и услугами, а также развития сотрудничества в интеллектуальной, научно-технической и экономической областях.

Организационно в ИСО входят руководящие и рабочие органы. Руководящие органы: Генеральная ассамблея (высший орган), Совет, Техническое руководящее бюро. Рабочие органы — технические Комитеты (ТК), подкомитеты, технические консультативные группы (ТКГ).

Генеральная ассамблея – это собрание должностных лиц и делегатов, назначенных комитетами-членами. Каждый комитет-член имеет право представить не более трех делегатов, но их могут сопровождать наблюдатели. Члены- корреспонденты и члены-абоненты участвуют как наблюдатели.

Совет руководит работой ИСО в перерывах между сессиями Генеральной ассамблеи. Совет имеет право, не созывая Генеральной ассамблеи, направить в комитеты-члены вопросы для консультации или поручить комитетам-членам их решение. На заседаниях Совета решения принимаются большинством голосов присутствующих на заседании комитетов-членов Совета. В период между заседаниями и при необходимости Совет может принимать решения путем переписки.

Совету ИСО подчиняется семь комитетов: ПЛАКО (техническое бюро), СТАКО (комитет по изучению научных принципов стандартизации); КАСКО (комитет по оценке соответствия); ИНФКО (комитет по научно-технической информации); ДЕВКО (комитет по оказанию помощи развивающимся странам); КОПОЛКО (комитет по защите интересов потребителей); РЕМКО (комитет по стандартным образцам).

ПЛАКО подготавливает предложения по планированию работы ИСО, по организации и координации технических сторон работы. В сферу работы ПЛАКО входят рассмотрение предложений по созданию и роспуску технических комитетов, определение области стандартизации, которой должны заниматься комитеты.

СТАКО обязан оказывать методическую и информационную помощь Совету ИСО по принципам и методике разработки международных стандартов. Силами комитета проводятся изучение основополагающих принципов стандартизации и подготовка рекомендаций по достижению оптимальных результатов в данной области. СТАКО занимается также терминологией и организацией семинаров по применению международных стандартов для развития торговли.

КАСКО занимается вопросами подтверждения соответствия продукции, услуг, процессов и систем качества требованиям стандартов, изучая практику этой деятельности и анализируя информацию. Комитет разрабатывает руководства по испытаниям и оценке соответствия (сертификации) продукции, услуг, систем качества, подтверждению компетентности испытательных лабораторий и органов по сертификации. Важная область работы КАСКО – содействие взаимному признанию и принятию национальных и региональных систем сертификации, а также использованию международных стандартов в области испытаний и подтверждения соответствия. КАСКО совместно с МЭК подготовлен целый ряд руководств по различным аспектам сертификации, которые широко используются в странах-членах ИСО и МЭК: принципы, изложенные в этих документах, учтены в национальных системах сертификации, а также служат основой для соглашений по оценке соответствия взаимопоставляемой продукции в торгово-экономических связях стран разных регионов. КАСКО также занимается вопросами создания общих требований к аудиторам по аккредитации испытательных лабораторий и оценке качества работы аккредитующих органов; взаимного признания сертификатов соответствия продукции и систем качества и др.

ДЕВКО изучает запросы развивающихся стран в области стандартизации и разрабатывает рекомендации по содействию этим странам в данной области. Главные функции ДЕВКО: организация обсуждения в широких масштабах всех аспектов стандартизации в развивающихся странах, создание условий для обмена опытом с развитыми странами; подготовка специалистов по стандартизации на базе различных обучающих центров в развитых странах; содействие ознакомительным поездкам специалистов организаций, занимающихся стандартизацией в развивающихся странах; подготовка учебных пособий по стандартизации для развивающихся стран; стимулирование развития двустороннего сотрудничества промышленно развитых и развивающихся государств в области стандартизации и метрологии. В этих направлениях ДЕВКО сотрудничает с ООН. Одним из результатов совместных усилий стало создание и функционирование международных центров обучения.

КОПОЛКО изучает вопросы обеспечения интересов потребителей и возможности содействия этому через стандартизацию; обобщает опыт участия потребителей в создании стандартов и составляет программы по обучению потребителей в области стандартизации и доведению до них необходимой информации о международных стандартах. Этому способствует периодическое издание Перечня международных и национальных стандартов, а также полезных для потребителей руководств: "Сравнительные испытания потребительских товаров", "Информация о товарах для потребителей", "Разработка стандартных методов измерения эксплуатационных характеристик потребительских товаров" и др.

КОПОЛКО участвовал в разработке руководства ИСО/МЭК по подготовке стандартов безопасности.

РЕМКО оказывает методическую помощь ИСО путем разработки соответствующих руководств по вопросам, касающимся стандартных образцов (эталонов). Так, подготовлен справочник по стандартным образцам и несколько руководств: "Ссылка на стандартные образцы в международных стандартах", "Аттестация стандартных образцов. Общие и статистическое принципы" и др. Кроме того, РЕМКО — координатор деятельности ИСО по стандартным образцам с международными метрологическими организациями, в частности, с МОЗМ — Международной организацией законодательной метрологии.

Стандарты ИСО — наиболее широко используемые во всем мире, их более 15 тыс., причем ежегодно пересматривается и принимается вновь 500-600 стандартов. Стандарты ИСО представляют собой тщательно отработанный вариант технических требований к продукции (услугам), что значительно облегчает обмен товарами, услугами и идеями между всеми странами мира. Во многом это объясняется ответственным отношением технических комитетов к достижению консенсуса по техническим вопросам, за что несут личную ответственность председатели ТК. Кроме принципа консенсуса при голосовании по проекту международного стандарта ИСО впредь намерена обеспечивать еще и обязательную прозрачность правил разработки стандартов, понятных для всех заинтересованных сторон.

Крупнейший партнер ИСО — Международная электротехническая комиссия (МЭК). В целом эти три организации охватывают международной стандартизацией все области техники. Кроме того, они стабильно взаимодействуют в области информационных технологий и телекоммуникации.

Государственный контроль и надзор за соблюдением требований государственных стандартов.

В соответствии с Законом «О стандартизации» осуществляется государственный контроль и надзор за соблюдением субъектами хозяйственной деятельности обязательных требований государственных стандартов. К таким требованиям относится - требование по обеспечению безопасности для жизни людей их имущества, для окружающей среды, а также другие требования указанные в законах. По содержанию контроль и надзор идентичны, различие заключается в полномочиях субъектов, которые осуществляют надзор или контроль. В случае выявления нарушений обязательных требований государственных стандартов составляется акт проверки, который является основанием для выдачи предписаний и внесения постановления о наложении штрафа. В случае не выполнения субъектами хозяйственной деятельности полученных предписаний государственные инспекторы направляют необходимые материалы в суд в установленном порядке.

*Применение международных и национальных стандартов на территории РФ.*

Применение международных и национальных стандартов других стран на территории РФ возможно в трех случаях:

* принимается текст международного стандарта в качестве российского стандарта без каких-либо изменений текста. В этом случае стандарт обозначается так ГОСТ-Р ИСО 2001-96.
* принимается текст международного стандарта как основной, но вводятся изменения отражающие специфику российских требований. Обозначается ГОСТ-Р 50321-92 (ИСО 7173:1989).
* международный стандарт используется как источник информации. Из него заимствуют отдельные положения. В этом случае в обозначении стандарта международный стандарт не указывается, но упоминается в тексте стандарта как первоисточник.

Установление требований к качеству продукции, процессов и услуг - важнейшее условие их разработки, производства, реализа­ции, использования и утилизации. Эти требования, как правило, от­ражены в стандартах и других нормативных документах. Требова­ния к качеству предполагают ту или иную проверку и подтвержде­ние их выполнения.

Известны многие процедуры и различные методы подтвер­ждения соответствия объектов заданным требованиям, но особое место среди них заняла сертификация, которая отличается, прежде всего, тем, что выполняется третьей стороной, независимой от из­готовителей и потребителей.

По определению руководства сертификация - это «процедура, посредством которой третья сторона письменно удо­стоверяет (с помощью сертификата соответствия), что продукция, процесс или услуга соответствует заданным требованиям».

Система подтверждения соответствия неразрывно связана с аккредитацией, поскольку посредством аккредитации устанавлива­ется компетентность органа по сертификации (испытательной ла­боратории) и обеспечивается доверие к его (ее) деятельности.

Аккредитация - официальное признание уполномоченным ор­ганом компетентности (способности) лаборатории проводить кон­кретные испытания по оценке соответствия в определенной области деятельности.

Цели аккредитации:

- обеспечение доверия к аккредитованным организациям и ре­зультатам их деятельности;

- устранение технических барьеров в торговли

- защита интересов потребителей в вопросах качества про­дукции и услуг.

Принципы аккредитации:

- добровольность. Этот принцип предполагает, что ни одна лаборатория и ни один орган по подтверждению соответствия не могут быть принуждены пройти процедуру аккредитации;

- компетентность. Принцип компетентности предполагает, что любая работа по аккредитации должна выполняться органами, обладающими достаточной компетентностью;

- отсутствие дискриминации,

- конфиденциальность;

- единые требования к организациям, работающим в обяза­тельной и в добровольной сферах деятельности. Процедура и тре­бования, предъявляемые к лаборатории и органу по подтвержде­нию соответствия не должны зависеть от того, какая лаборатория или орган по подтверждению соответствия обратились за аккреди­тацией.

К объектам аккредитации отнесены органы по сертификации продукции (услуг), персонала, систем качества и систем охраны окружающей среды, испытательные и калибровочные лаборатории, инспекционные органы и метрологические службы, задействован­ные в оценке соответствия .

Организационные вопросы аккредитации регламентируются ГОСТ Р 51000.1-96 «ГСС РФ. Система аккредитации в Российской Федерации. Система аккредитации органов по сертификации, ис­пытательных и измерительных лабораторий». В соответствии с этим стандартом аккредитацию организаций, осуществляющих деятельность в законодательно регулируемой сфере, организуют и проводят Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии и другие федеральные органы исполнительной вла­сти, на которые законодательными актами Российской Федерации возлагается эта работа в пределах их компетенции. Эти же органы дают разрешение аккредитованной организации на проведение ра­бот в соответствующей системе сертификации.

В добровольной сфере аккредитацию может осуществлять юридическое лицо, взявшее на себя функции аккредитующего ор­гана, при условии, что оно отвечает предъявляемым к аккреди­тующим органам требованиям.

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии выполняет функции национального органа по аккреди­тации.

Аккредитация лабораторий - удобное средство выбора заказ­чиками надежных испытательных, измерительных и калибровоч­ных услуг. Аккредитация - эффективный инструмент маркетинга для испытательных, калибровочных и измерительных организаций, а также паспорт для представления предложений подрядчикам, ищущим лаборатории, обеспечивающие доверие к их деятельно­сти.

Таким образом, аккредитация дает лаборатории большое пре­имущество, поскольку лаборатория имеет возможность получать дополнительную прибыль, оказывая услуги по проведению испы­таний и исследований сторонним организациям, - повысить свой престиж путем повышения компетентности, а также повысить до­верие потребителей к деятельности лаборатории и ее результатам. Порядок проведения аккредитации устанавливается нацио­нальным органом по аккредитации.

Аккредитация -международный признанный способ оценки и при­знания компетентности лабораторий и органов, осуществляющих оценку и подтверждение соответствия различных видов услуг.

В зарубежных странах аккредитация проводится практически на всех уровнях:

- национальном (в рамках отдельной страны);

- региональном (в рамках содружеств государств) и

- международном (по линии И СО, МЭК и др.).

Анализ зарубежной практики выявил три формы организации работ по аккредитации на национальном уровне:

- аккредитация в стране полностью централизована и проводится единым органом (Австрия, Венгрия, Финляндия, Японии);

- в стране действует несколько систем аккредитации, деятельность которых координируется (Германия);

- в стране действует несколько самостоятельных систем аккредита­ции (США).

Анализ выявил основные мировые тенденции в организации работ по аккредитации:

- стремление к взаимному признанию результатов аккре­дитации; -

создание единых национальных систем; ведение работ по еди­ным правилам;

- разделение деятельности аккредитации и сертификации;

- связь аккредитованных организаций и лабораторий с системами сертифи­кации через уполномочивание;

- активное участие государств в деятельно­сти национальных систем аккредитации (через законодательные акты).

Основными причинами, побудившими многие страны создать на­циональные системы аккредитации, являются:

- необходимость ведения единой технической политики в области аккредитации;

- создание условий для обеспечения доверия потребителей к единой национальной сети орга­нов оценки соответствия;

- обеспечение высокого авторитета национальной системы с целью международного признания и продвижения товаров на международный рынок.

В 1992 году Госстандарт России принимает постановление о создании единой системы - Системы аккредитации Российской Федерации в сферах деятельности по оценке соответствия установленным требованиям качества в безопасности продукции и услуг.

В Российской Федерации действующее законодательство преду­сматривает проведение аккредитации разными федеральными органами исполнительной власти. В результате этого возник целый ряд проблем, та­ких как: наличие множества аккредитующих органов и их ведомственная разобщенность; пересечение областей деятельности аккредитующих орга­нов и отсутствие механизма их координации; применение различных кри­териев и процедур в действующих аккредитующих органах; несоответст­вие организации работ по аккредитации международным требованиям; совмещение работ по аккредитации и сертификации.

Учитывая стремление России вступить в ВТО, возникает необходи­мость решения вышеуказанных проблем с целью обеспечения взаимного признания результатов испытаний и оценки соответствия с нашими парт­нерами по международному торгово-экономическому сотрудничеству.

Нормативной базой для создания такой системы должны служить стандарты РФ серии 51000, разработанные с учетом аналогичных евро­пейских стандартов серии ЕМ 45000, я также ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2000 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровоч­ных лабораторий».

Реализация законов Российской Федерации «О защите прав потре­бителей» и «Об охране окружающей среды», переход к рыночной эконо­мике, введение страховой медицины и новых экономических механизмов природопользования обусловили необходимость выполнения комплекса мероприятий по обеспечению единства и точности измерений, включая признание компетентности лабораторий и центров, выполняющих измере­ния, как гарантию соблюдения всех установленных норм, требований, правил.

Введение этой системы, гармонизированной с международными требованиями, включая рекомендации ИСО, МЭК, ИЛАК, является также одним из условий признания заинтересованными экономическими струк­турами зарубежных стран результатов сертификации сырья и материалов, проводимых в нашей стране, а также для международного сотрудничества при выполнении этой работы.

Система является элементом Государственной системы обеспечения единства измерений.

Организационная структура РОСА

Организационную структуру системы аккредитации испытательных лабораторий (РОСА) образуют:

- центральный орган по аккредитации;

-аттестационный совет;

-органы по аккредитации аналитических лабораторий (центров);

-аналитические лаборатории (центры);

-комиссия по апелляциям.

Центральный орган по аккредитации является организующим и ко­ординирующим центром Системы. Он рассматривает, согласовывает и представляет на утверждение Положения о конкретных органах по аккре­дитации; организует деятельность аттестационного совета и комиссии по апелляциям Системы; обеспечивает ведение Реестра Системы; согласовы­вает программы подготовки через ВИСМ экспертов-аудиторов Системы; обеспечивает оформление документов аттестованным экспертам-аудиторам Системы; взаимодействует с управлениями Госстандарта Рос­сии и другими органами государственного управления по вопросам аккре­дитации лабораторий, реализует взаимодействие с другими системами ак­кредитации лабораторий.

Аттестационный совет формируется центральным органом по аккре­дитации и действует на основании «Положения об аттестационном сове­те».

Органы по аккредитации лабораторий создаются на базе организа­ций, имеющих юридические права и обязанности, обеспечивающие их деятельность в области аккредитации.

Основными функциями органа по аккредитации являются:

-аккредитация лабораторий;

-организация инспекционного контроля деятельности аккредито­ванной лаборатории; .

-отмена или приостановление действия выданных аттестатов аккре­дитации;

-содействие внедрению в практику лабораторий отечественных и зарубежных достижений в области КХА;

-разработка документов, уточняющих требования Системы и поря­док проведения аккредитации;

-ведение текущей финансовой деятельности и делопроизводства.

Орган по аккредитации имеет право:

-участвовать в разработке правил процедуры и управления Систе­мы;

-принимать решения об аккредитации лабораторий;

-устанавливать, наряду с правилами Системы дополнительные тре­бования к аккредитации лабораторий, исходя из специфики деятельности этих лабораторий;

-принимать решения о признании аттестатов аккредитации, выдан­ных органами по аккредитации, действующих в других системах аккреди­тации;

-приостанавливать или аннулировать аттестаты аккредитации лабораторий;

-заключать соглашения о признании с другими органами по аккре­дитации;

-участвовать в работе международных организаций по вопросам ак­кредитации лабораторий;

-устанавливать расценки на проведение работ по аккредитации и осуществление контроля деятельности аккредитованной лаборатории,

Орган по аккредитации обязан:

-обеспечивать доступ к Системе для любой лаборатории;

-заключать лицензионные договоры с аккредитованными аналити­ческими лабораториями, предусматривающие отчисления от прибыли, по­лученной аккредитованными лабораториями от деятельности, связанной с проведением КХА и выдачей протоколов в Системе;

-информировать аккредитованные лаборатории об изменениях пра­вил Системы;

-вести учет выданных, аннулированных и приостановленных атте­статов аккредитации, а также признание аттестатов других органов по ак­кредитации;

-публиковать информацию об аккредитованных им лабораториях;

-содействовать в проведении работ по зарубежному и (или) между­народному признанию аккредитованных лабораторий и (или) Системы в целом;

-предоставлять центральному органу по аккредитации отчет о своей деятельности (по его запросу);

-содействовать обмену опытом между аккредитованными лаборато­риями

-не разглашать конфиденциальные сведения, полученные о

аккре­дитованных лабораторий в процессе аккредитации;

-рассматривать претензии заказчиков к аккредитованным лаборато­риям по вопросам качества проведения КХА.

Апелляции на решения органа по аккредитации рассматривает ко­миссия по апелляциям, которая формируется центральным органом по ак­кредитации аналитических лабораторий и действует на основании «По­ложения о Комиссии по апелляциям». «Положение Комиссии по апелля­циям» утверждает Госстандарт России.

Требования к аккредитованным испытательным лабораториям

Нормативным документом установлены следующие тре­бования, которым должны соответствовать испытательные и ка­либровочные лаборатории.

Беспристрастность, независимость и неприкосновенность.

Испытательные лаборатории и их персонал не должны под­вергаться коммерческому, финансовому, административному или другому давлению, способному оказывать влияния на выводы или оценки. Всякое влияние на результаты испытаний, оказываемое со стороны внешних организаций или лиц, должно быть исключено. Испытательная лаборатория не должна заниматься деятельностью, способной подорвать доверие в отношении ее независимости в принятии решений и беспристрастности при проведении испыта­ний. Оплата труда персонала, которому поручено проводить испы­тания, не должна зависеть от количества испытаний и их результа­тов. Если изделия испытывают организации, которые приняли уча­стие в разработке, производстве или реализации этих изделий (на­пример, изготовители), то должны быть разработаны дополнитель­ные требования об условиях, обеспечивающих объективность ис­пытаний.

Техническая компетентность.

«Испытательная лаборатория должна быть компетентной для проведения соответствующих испытаний. При отсутствии уста­новленного метода испытания необходимо документально офор­мить соглашение между заказчиком и лабораторией о применяе­мом методе испытания. Испытательная лаборатория должна иметь:

- организационную структуру, обеспечивающую для каждого сотрудника конкретную сферу деятельности и пределы его полно­мочий (обязанностей и ответственности);

- технического руководителя, который несет ответственность за выполнение всех технических задач, связанных с проведением испытаний;

- документированное положение, содержащее описание орга­низации деятельности лаборатории, распределение обязанностей сотрудников, а также другие сведения об организации работы ла­боратории (выполняемых функциях, взаимодействии с другими ор­ганизациями и др.).

В испытательной лаборатории должна проводиться внутрен­няя проверка, которая должна осуществляться компетентными ли­цами, знакомыми с методами испытаний, их целями и оценкой ре­зультатов.

Испытательная лаборатория должна располагать достаточным числом специалистов, имеющих соответствующее образование и квалификацию, и обеспечивать постоянное обучение и повышение квалификации персонала.

Лаборатория должна располагать необходимой документацией и сведениями, касающимися квалификации, практического опы­та и подготовки кадров. Для каждого специалиста должна иметься должностная инструкция, устанавливающая функции, обязанности, права и ответственность, квалификационные требования к образо­ванию, техническим знаниям и опыту работы.

Испытательная лаборатория должна быть оснащена оборудо­ванием, а также расходными материалами (химическими реакти­вами, веществами и др.) для правильного проведения испытаний и измерений, что требуется для признания ее компетентности. В ис­ключительных случаях можно использовать на договорных усло­виях оборудование, не принадлежащее лаборатории, при условии, что это оборудование аттестовано, а средства измерений провере­ны в установленном порядке. Испытательное оборудование, сред­ства измерений и методики измерений должны соответствовать требованиям стандартов государственной системы обеспечения единства измерений, нормативных документов на методы испыта­ний.

Окружающая среда, в условиях которой проводят испытания, не должна отрицательно влиять на результаты и искажать требуе­мую точность измерений. Помещения для проведения испытаний должны быть защищены от воздействия таких факторов, как по­вышенные температуры, пыль, влажность, пар, шум, вибрация, электромагнитные возмущения, и отвечать требованиям приме­няемых методик испытаний, санитарных норм и правил, требова­ниям безопасности труда и охраны окружающей среды. Помеще­ния должны быть достаточно просторными, чтобы устранить риск порчи оборудования и возникновения опасных ситуаций, обеспе­чить сотрудникам свободу перемещения и точность действий. По­мещения для испытаний должны быть оснащены необходимым оборудованием и источниками энергии и при необходимости устройствами для регулирования условий, в которых проводятся ис­пытания.

Оборудование лаборатории, в том числе и средства измере­ний, должно использоваться по назначению, документация но его эксплуатации и техническому обслуживанию должна быть доступ­на. Неисправное оборудование, которое дает при испытаниях со­мнительные результаты, должно быть снято с эксплуатации и этикетировано соответствующим образом, указывающим на его не­пригодность. Такое оборудование следует хранить в специально отведенном месте до тех пор, пока оно не будет отремонтировано и его пригодность не будет подтверждена с помощью испытаний (поверки, калибровки).

Испытательная лаборатория должна располагать необходи­мой документацией по эксплуатации и функционированию соот­ветствующего оборудования, по обращению с испытуемыми изде­лиями и их подготовке к испытаниям (в случае необходимости). Все стандарты, руководства, инструкции, справочные данные и другие документы, используемые в работе испытательной лабора­тории, должны быть актуализированы и доступны для персонала. Испытательная лаборатория должна использовать методы и проце­дуры, установленные стандартами и (или) техническими условия­ми, в соответствии с которыми испытывают изделия. Эти докумен­ты должны быть в распоряжении сотрудников, ответственных за проведение испытаний. Испытательная лаборатория должна от­клонять заявки на проведение испытаний по методам, которые мо­гут привести к необъективным результатам или имеют низкую точность. Если в случае необходимости применялись не стандарти­зованные методы испытаний и процедуры, лаборатория должна полностью запротоколировать это.

Лаборатория должна иметь внутреннюю систему качества, соответствующую области аккредитации испытательной лаборато­рии. Элементы этой системы должны быть включены в руково­дство по качеству, предоставляемое для пользования персоналу ла­боратории. Актуализация руководства по качеству возлагается на ответственного сотрудника лаборатории. Лицо или лица, ответст­венные за обеспечение качества работы лаборатории, должны на­значаться ее руководителем и иметь прямой доступ к руководству, которому подотчетна лаборатория.

Результаты испытания должны быть представлены аккуратно, четко, полностью и недвусмысленно в соответствии с инструкция­ми., разработанными на применяемый метод испытания. Количест­венные результаты должны быть представлены с указанием рас­четной или оценочной погрешности.

Испытательная лаборатория должна иметь систему регистра­ции результатов испытаний, соответствующую установленным правилам и обеспечивающую регистрацию первоначальных на­блюдений, расчетов, производных данных, актов поверки и итого­вого протокола испытаний в течение установленного срока. Прото­колы каждого испытания должны включать необходимый объем информации, позволяющий удовлетворительно провести повтор­ные испытания. Регистрация включает данные о персонале, осуще­ствляющем испытания и работу с образцами. Все протоколы испы­таний хранятся в надлежащем месте с соблюдением конфиденци­альности, если законом не устанавливаются другие требования.

Система обозначения образцов или изделий, предназначен­ных для испытаний, предусматривающая наличие документации или маркировку, должна исключать возникновение путаницы при определении образцов или испытуемых изделий, а также результа­тов проведенных испытаний (измерений). Образцы изделий, по­ступающие на испытания, должны быть идентифицированы на со­ответствие нормативной документации и сопровождаться соответ­ствующим протоколом отбора. Система регистрации должна га­рантировать конфиденциальность использования образцов или ис­пытуемых изделий, например, в отношении других заказчиков. Должны соблюдаться требования, установленные инструкциями на эксплуатацию изделий. Получение, хранение, возвращение (или утилизация) образцов производятся по четко установленным пра­вилам.

Персонал испытательной лаборатории должен хранить про­фессиональную тайну в отношении информации, полученной при выполнении своих функций. Испытательная лаборатория должна соблюдать договоры и обеспечивать условия, гарантирующие кон­фиденциальность своей деятельности в соответствии с требова­ниями заказчиков, и безопасность труда своих сотрудников.

Как правило, в соответствии с договором (контрактом) испы­тательные лаборатории должны проводить испытания самостоя­тельно. В исключительных случаях испытательная лаборатория может передать какую-то часть испытаний на условиях субподряда другой испытательной лаборатории, отвечающей настоящим тре­бованиям. При этом испытательная лаборатория должна быть уве­рена в том, что ее субподрядчик удовлетворяет критериям компе­тентности, которые установлены для испытательных лабораторий. Испытательная лаборатория должна уведомить заказчика о своем намерении поручить часть испытаний другой лаборатории. Суб­подрядчик должен быть одобрен заказчиком. Испытательная лабо­ратория должна регистрировать и хранить документацию, под­тверждающую компетентность и соответствие субподрядчиков предъявляемым требованиям, а также должна вести регистрацию всех работ, выполняемых на условиях субподряда.

В документах, содержащих результаты испытаний, должны быть четко выделены результаты, которые получены субподрядчи­ком.

Лаборатория-заказчик несет полную ответственность за все работы, выполненные по субподряду в области аккредитации. На­личие договоров субподряда не может быть основанием для рас­ширения области аккредитации лабораторий.

Взаимодействие.

Испытательная лаборатория должна оказывать содействие за­казчику или его представителю, чтобы они могли оценить возмож­ность выполнения их заявки на испытание и контролировать ход работ.

Испытательная лаборатория должна иметь четко определен­ную процедуру рекламации, которая должна быть документирова­на и предоставлена по требованию заказчика.

В случае необходимости испытательные лаборатории могут принять участие в разработке национальных, европейских или ме­ждународных стандартов в области испытаний. Испытательная ла­боратория может принять участие в информационном обмене с другими лабораториями, работающими в том же направлении и в той же технической области, что позволит иметь единые методики испытаний и улучшить качество их проведения. Чтобы обеспечить требуемую точность и качество испытаний, необходимо регулярно проводить сравнение их результатов.

Обязанности.

Аккредитованная испытательная лаборатория должна:

- удовлетворять любым критериям, установленным аккреди­тующим органом;

- заявлять об аккредитации только тех испытаний, которые входят в область аккредитации;

- нести финансовые расходы, связанные с представлением за­явки, членством, участием, оценкой, надзором и другими услугами, периодически определяемыми аккредитующим органом с учетом соответствующей стоимости;

- не использовать полученную аккредитацию в ущерб аккре­дитующему органу;

- прекратить деятельность немедленно по истечении срока действия, а также не ссылаться на аккредитацию в рекламе лабора­тории;

- во всех контрактах, заключаемых с заказчиками, указывать, что аккредитация лаборатории или ее протоколы об испытании не означают автоматически, что продукция (услуга, процесс) одобря­ется аккредитующим органом или другой организацией как соот­ветствующая установленным требованиям;

- следить за тем, чтобы протокол испытания или часть прото­кола испытания не были использованы заказчиком или другой сто­роной по разрешению заказчика в целях собственного развития или рекламы, если аккредитующий орган считает такое использование неправильным. В любом случае протокол испытаний не может быть частично перепечатан без письменного разрешения аккреди­тующего органа и испытательной лаборатории;

- немедленно информировать аккредитующий орган о каких-либо изменениях, влияющих на соответствие установленным тре­бованиям или любого критерия, определяющего компетентность или область деятельности испытательной лаборатории.

Испытательная лаборатория может аннулировать аккредита­цию, уведомив об этом аккредитующий орган в письменной форме за месяц (или другой срок, согласованный между сторонами).

Документация испытательной лаборатории

Испытательная лаборатория должна обладать документацией прошедшую проверку при аккредитации её деятельности.

Основные группы аккредитации испытательной лаборатории:

1) Правовая документация:

- положение об испытательной лаборатории;

- паспорт испытательной лаборатории;

- аттестат аккредитации;

- лицензия (при проведении испытаний для целей сертификации в законодательно регулируемой сфере).

2) Организационно-методическая документация:

- стандарты ИСО, документы ИСО;

- документы ИСО/МЭК;

- стандарты серии ЕN45000;

- ГОСТ Р 51000, регламентирующие организационные и методические вопросы аккредитации и деятельности аккредитованных лабораторий.

3) Нормативная документация на испытательную продукцию:

- документация, регламентирующая технические требования к испытываемой продукции и методы ее испытаний и из­мерений в области аккредитации лаборатории;

- стандарты и другая нормативная документация.

4) Документация на систему обеспечения качества

- руководство по качеству по качеству;

- политика, цели в области качества.

5) Документация на испытательное и измерительное оборудование:

- наименование и вид оборудования;

- предприятие-изготовитель (фирма), тип (марка), заводской и инвентарный номер;

- дата изготовления, получения и ввода в эксплуатацию обо­рудования;

- состояние при покупке (новое, бывшее в употреблении, после ремонта и т. д.);

- данные об имеющихся неисправностях, ремонтах, техни­ческом обслуживании; данные об аттестациях, проверках;

- документы по эксплуатации и техническому обслуживанию испытательного оборудования и средств измерений; паспорт на каждую единицу испытательного оборудования и средств измерений;

- методики проведения проверок средств измерений, а также программы и методики аттестации испытательного обору­дования;

- порядок аттестации и утверждения нестандартизированных методик испытаний и измерений;

- документы по учету проверок средств измерений и аттеста­ции испытательного оборудования; графики аттестации ис­пытательного оборудования и поверок средств измерений.

6) Документация по делопроизводству:

- личные дела сотрудников лаборатории;

- должностные инструкции;

- материалы по аттестации сотрудников лаборатории.

7) Документация на испытываемые образцы изделий (паспорт, технические описания и руководства по эксплуатации на испы­тываемые изделия), а также инструкции, содержащие:

- порядок идентификации образцов изделий;

- порядок проверки комплектности и работоспособности об­разцов при их приемке;

- требования к комплектности документов на образцы изде­лий;

- порядок обеспечения сохранности образцов;

- порядок возврата образцов изделий заказчику.

8) Документация на порядок проведения испытаний и регист­рации данных:

- программы и методики проведения испытаний;

- документы, содержащие порядок расчетов и расчетные дан­ные;

- рабочие журналы, содержащие результаты испытаний и из­мерений;

- протокол испытаний;

- отчеты о проведенных испытаниях.

9) Документация по поддержанию условий в помещениях:

- инструкции по обеспечению должного порядка в производственных помещениях и журналы контроля состояния помещений;

- эксплутационная документация на оборудование, контролирующее и (или) поддерживающее необходимые условия окружающей среды в помещениях.

10) Документация по архиву:

- инструкции по порядку ведения архива данных измерения и испытаний;

- рабочие журналы;

- расчетные данные;

- протоколы;

- отчеты;

- сопроводительные документы к образцам и т.д.

В обязательном порядке испытательная лаборатория должна иметь внутреннюю систему обеспечения качества, соответствую области её аккредитации. Элементы этой системы включаются в «Руководство по качеству», предоставляемое для пользования персоналу лаборатории. Допускается также разработка сокращенного варианта этого документа для представления заказчикам.

Если испытательная лаборатория удовлетворяет всем перечисленным выше требованиям в соответствии с ГОСТ Р 51000. 3-96 или ЕN45001, то она подает заявку на аккредитацию. Одновременно с заявкой в орган по аккредитации направляют­ся все необходимые документы, подтверждающие беспристрастность, независимость, неприкосновенность и техническую компетентность лаборатории. Порядок аккредитации в целом одинаков как для органа по сертификации, так и для испытательной лаборатории.

Руководство по качеству

Качество всего процесса сертификации соответствия определя­ется эффективностью функционирования системы качества орга­на по сертификации и испытательной лаборатории. По определе­нию ИСО 8402 система качества представляет собой совокупность организационной структуры, методик, процессов и ресурсов, не­обходимых для осуществления общего руководства качеством.

Системы качества органов по сертификации и испытательных лабораторий создаются на базе требований к их деятельности, изложенных в стандартах серии ГОСТ Р 51000 и EN45000 их новыми задачами являются:

- формулирование и реализация политики качества;

- периодическая корректировка целей обеспечения качества с учетом реальных условий;

- разработка и периодическая актуализация программы качества с определением первоочередных задач, сроков, персонала и финансовых средств для их осуществления;

- составление годовых отчетов по качеству с их последую­щим анализом;

- организация структуры и документации системы качества,

в первую очередь «Руководству по качеству;

- назначение сотрудника, ответственного за создание и веде­ние системы качества, подчиненного высшему руководству и имеющего прямой доступ к нему.

Элементы системы качества органов по сертификации и испы­тательных лабораторий не полностью совпадают с элементами для промышленных предприятий, приведенных в стандартах се­рии ИСО 9000. При со­здании системы качества органа по сертификации или испыта­тельной лаборатории должно учитываться то, что серия ИСО 9000 ориентирована на производство, а сертификация — это особый вид услуг.

Элементы системы качества органов по сертификации и испы­тательных лабораторий кратко поясняются следующим образом.

Ответственность руководства за обеспечение качества заключается в формировании политики в области качества, пла­нировании мероприятий по ее реализации. Руководство опреде­ляет ответственность и полномочия персонала органа по сертификации и испытательной лаборатории, деятельность которого влияет на качество сертификации, которые устанавливаются в должностных инструкциях. Обязательно предусматривается контроль за обеспечением качества со стороны руководства. Для это­го назначается ответственный за качество в лаборатории или органе по сертификации. Главное, что необходимо знать, так это то, что все усилия рядовых сотрудников по достижению высоко­го уровня качества испытаний и сертификации будут напрасны­ми, еслиих не поддерживает высшее руководство.

Система управления качеством, органов по сертификации и испытательных лабораторий заключается в документально оформленных процедурах по обеспечению качества на всех ста­диях сертификации, их применении и постоянном улучшении. Для этого должны быть созданы все условия, включая необходи­мое оборудование, площади, персонал я др.

Анализ заключаемых договоров должен проводиться в органе по сертификации и испытательной лаборатория для уверенности в своей способности выполнить требования заявителя, правиль­ного установления порядка и согласования с заявителем отдель­ных вопросов по предстоящей сертификации.

Действия по управлению документацией являются одним из важнейших элементов системы качества органов по сертифи­кации и испытательных лабораторий. В специальном документе должен быть установлен порядок разработки, утверждения, ре­гистрации, издания, внедрения, проверки, учета, внесения изме­нений, пересмотра, продления действия и отмены документов, на основании которых выполняются работы по испытаниям и оценке соответствия.

Управление продукцией, предоставляемой клиентамипри работе органа по сертификации или испытательной лаборатории в первую очередь касается образцов продукции, поступающих на сертификацию. При этом необходимо установить правила по от­бору, транспортированию, обслуживанию, хранению и утилиза­ции образцов изделий.

Маркировка (идентификация) — процедура, предпола­гающая специальную отметку образцов продукции, поступив­ших на сертификацию, оборудования, материалов, а также при­меняемой нормативной и рабочей документации с целью предотвращения возможного брака при испытаниях и серти­фикации, например для исключения возможности перепутать образцы продукции при испытаниях. Маркировка выступает также как элемент обеспечения конфиденциальности инфор­мации о проведении сертификации. Прослеживаемость пред­ставляет собой способность проанализировать предысторию, ме­стонахождение или использование интересующего изделия или документа.

Управление процессами должно проводиться постоянно путем планирования, разработки и контроля рабочих инструк­ций по процессам сертификации. Ни одно действие в органе по сертификации и испытательной лаборатории не должно проте­кать хаотично.

Контроль продукции (услуг) при проведении сертифика­ция проводится на всех стадиях от этапа заявки до решения о задача сертификата. Его элементы должны быть включены в соответствующие процессы. Также осуществляться инспекционный контроль за сертифицированным объектом. Обязательна регист­рация результатов контроля для последующего анализа.

Управление средствами измерений, испытаний и контро­ля, которыми располагает испытательная лаборатория, должно осуществляться в соответствии с правилами и нормативными до­кументами Государственной системы обеспечения единства из­мерений.

Управление несоответствующей продукцией (услугами) осуществляется в органах по сертификации и испытательных ла­бораториях при наличии четких инструкций на каждом рабочем месте о действиях при обнаружении отклонений в ходе процесса сертификации, например, как поступать с образцами изделий, не выдержавшими испытания, иди действовать при обнаруже­нии ошибок в обработке результатов испытаний.

Корректирующие мероприятия проводятся в случае обнару­жения отклонений в работе органов по сертификации и испыта­тельных лабораторий во время внутренних аудитов или инспек­ционного контроля со стороны органа по аккредитации. Они под­разумевают приведение в норму всех отмеченных несоответствий по плану, утвержденному руководством органа или лаборатории.

Хранение, транспортирование, упаковка— элемент системы качества, относящийся к деятельности испытательных ла­бораторий в части обращения с образцами испытываемой про­дукции. Каждая лаборатория должна иметь рабочие инструкции на эти операции, указывающие правила, порядок и ответственных за их проведение. Для органов по сертификации этот элемент имеет переносное значение и может быть понят как надле­жащее оформление и выдача сертификата соответствия.

Регистрация данных о качестве предполагает учет и ана­лиз показателей качества сертификации на основании ведения в органах по сертификации и испытательных лабораториях прото­колов испытаний, отчетов об аудитах, сведений о рекламациях, публикаций и других документов. Предусматриваются периоди­ческие рассмотрения результатов анализа данных о качестве ра­боты органа или лаборатории всем персоналом.

Внутренний аудит качествавключает в себя периодичес­кие и документально оформленные проверки системы обеспече­ния качества с целью установления реальной деятельности в об­ласти качества сертификации. Органы сертификации и лабора­тории должны иметь планы-графики внутренних аудитов. Как правило, их проведением руководит ответственный за качество. По инициативе руководства могут выполняться также внеплановые проверки. Результаты внутреннего аудита доводятся до све­дения руководства, являются основанием для разработки про­граммы корректирующих мероприятий и принимаются во вни­мание органом по аккредитации при инспекционном контроле.

Подготовка кадров в органах по сертификации и испыта­тельных лабораториях должна охватывать все уровни персонала. Особое внимание следует обратить на подготовку специалистов, привлекаемых со стороны и назначенных на новые должности.

Сервисные услуги выполняются органом по сертификации в виде информационной деятельности. Она предполагает публи­кацию сведений об обладателях сертификатов, изменениях в структуре органа, о новшествах, в правилах сертификации для производителей и потребителей продукции и услуг. Важной сер­висной услугой является ведение реестра сертифицированной про­дукции, услуг, систем качества или персонала. К сервисным ус­лугам можно отнести проведение инспекционного контроля со стороны органа за сертифицированным объектом.

Статистические методына основе теории вероятностей и математической статистики должны применяться в органах по сертификации и испытательных лабораториях при анализе всех данных, связанных с качеством сертификации.

Механизм приведения в действие элементов системы качества должен найти отражение в документации органа по сертифика­ции и испытательной лаборатории. Документация по обеспече­нию качества условно формируется на трех уровнях (рис. 1).

Рис. 1 Документация систем обеспечения качества сертификации

В основании представленной на рисунке пирамиды на первом уровне находятся документы на отдельные операции сертифика­ции, влияющие на качество. Для этого технологический процесс сертификации разбивается на этапы (см. рис. 1.13), а этапы — на операции. Выполнение каждой операции должно быть продума­но, документально оформлено в виде рабочей инструкции и оп­робовано в действии. К рабочим инструкциям первого уровня (иногда их называют внутренними документами) можно отнести:

- методики измерений и испытаний;

- заявочные документы на сертификацию (опрсные листы, бланки заявки, договор и др.);

- формуляры (чек-листы, протоколы испытаний, матрицы распреде­ления ответственности, карточки на экспертов-аудиторов и т.д.);

- программы и методики внутренних аудитов;

- инструкции по тех­ническому обслуживанию и ремонту испытательного оборудова­ния;

- должностные инструкции и другие документы.

На втором уровне документации системы качества находят­ся общие правила проведения сертификации. Исходными материалами для них являются положения системы сертифика­ции, в рамках которой функционируют орган по сертификации и испытательная лаборатория; законодательные акты, связан­ные с вопросами безопасности, экологии, охраны труда, финан­сово-экономической деятельности; нормативные документы в виде ГОСТов, ТУ, РД и т.д. Все это относится к внешним доку­ментам. На их основании органы по сертификации и испыта­тельные лаборатории устанавливают, например, правила по отбору образцов на испытания, порядок проведения внутрен­них аудитов и инспекционного контроля, порядок рассмотре­ния жалоб, принятие решения о выдаче или отказе в выдаче сертификата, организационную структуру и взаимодействие с другими организациями.

Главным документом, подтверждающим наличие системы обес­печения качества в органе по сертификации или испытательной лаборатории, является «Руководство по качеству». Руководящие указания по разработке \* Руководства по качеству» излагаются в международном стандарте ИСО 10013.

«Руководство по качеству базируется на первых двух видах документации и дополняется специфичными материалами, таки­ми как политика б области качества, учет требований заявителей, выполнение законодательных норм. «Руководство по качеству» — документ, имеющий обязательный характер. Оно служит основой признания системы качества в органе по сертификации и испыта­тельной лаборатории заявителями, министерствами и ведомства­ми, страховыми и банковскими структурами, другими органами я лабораториями, органами по аккредитации.

«Руководство по качеству» представляет собой визитную кар­точку организации, проводящей сертификацию или испытания.

С этой точки зрения оно должно отражать:

- описание предлагаемых услуг в области сертификации;

- административную и организационную структуру органа и лаборатории;

- политику в области качества;

- изложение механизма реализации положений элементов си­стемы качества;

- выполнение требований аккредитации.

Обязательных требований относительно структуры и формата

«Руководства по качеству» не существует. Однако оно должно четко, полно и репрезентативно отражать политику, целя и воз­можности организации в области обеспечения качества услуг по сертификации. Примерная структура построения «Руководства по качеству» представлена в табл. 1

Таблица 1 Структура построения «Руководства по качеству»

|  |  |
| --- | --- |
| Элемент структуры | Основные требования к содержанию |
| Титульный лист | - Полное наименование организация, на базе которой создан орган по сертификации или испытательная лаборатория.  - Юридический статус.  - Наименование органа или лаборатории.  - Идентификации «Руководства по качеству», т, е. порядковый номер экземпляра.  - Номер и дата издания, так как «Руководство по качеству» должно периодически актуали­зироваться.  - Сведения об авторском праве (при необхо­димости).  - ФИО лица, утвердившего «Руководство по качеству», и его подпись. |
| Содержание | - Обозначение глав и разделов должно произ­водиться по логичной системе нумерации, удобной для пользователя. |
| Общие положения | - Цели и область применения «Руководства по качеству». |
| Термины и определения | - Пояснение специальных терминов, встре­чающихся в «Руководстве по качеству», для облегчения знакомства с ним. |
| заявление о политике в области качества | - Цели и задачи органа по сертификации или испытательной лаборатории, для решения которых создается система обеспечения ка­чества. |
| Описание органа по сертификации или испытательной лаборатории | - История развития органа по сертификации или испытательной лаборатории.  - Данные о руководстве.  - Административная и организационная структура.  - Область деятельности. |
| Описание элементов системы качества | - Изложение основных мероприятий, с помо­щью которых достигается и гарантируется соответствующее качество услуг в области сертификации. |
| Приложение | - Перечень и форма основных рабочих документов, связанных с обеспечением качества. |

«Руководство по качеству» для органа по сертификации и ис­пытательной лаборатории, если они находятся в составе единого сертификационного центра, разрабатывается как общий документ. Если орган и лаборатория работают самостоятельно и соответ­ственно самостоятельно аккредитуются, то они имеют собствен­ные «Руководства по качеству».

Более подробно содержание этого документа рассмотрим на примере «Руководства по качеству» испытательной лаборатории, проводящей аналитические испытания в области пищевых про­дуктов, косметических изделий, микробиологии и т.п. Эта лабо­ратория аккредитована в качестве независимой и технически компетентной Госстандартом РФ в 1994 г. и немецкой организа­цией по аккредитации ВАР в 1995 г. Она является самостоятель­ной фирмой с негосударственной формой собственности и имеет три филиала.

Данное «Руководство по качеству состоит из введения, глав, приложений, а также специальных глав, в которых указы­ваются дополнительные сведения об основной лаборатории и ее филиалах. Оно, как и практически все «Руководства по каче­ству», начинается с указаний для пользователя о назначении, построении и порядке работы с данным документом системы обес­печения качества. Эта информация в первую очередь полезна не­специалистам и широкому кругу заказчиков испытаний. Далее в «Руководстве по качеству» сделано заявление о политике в обла­сти качества и показаны средства достижения высокого качества испытаний, среди которых выделены:

- ответственность руководства за" обеспечение качества;

- оптимальная структура лаборатории;

- наличие компетентного персонала;

- применение признанных методов и средств испытаний;

- проведение внутренних аудитов обеспечения качества;

- своевременное устранение несоответствий.

В заявлении в той или иной форме должно быть сказано о том, что система обеспечения качества необходима для реализа­ции двух целей:

1) полного удовлетворения клиентов путем достижения высо­кого качества услуг по испытаниям;

2) сокращения непроизводительных затрат и уменьшения сто­имости услуг благодаря действующей системе предотвращения несоответствий в работе и проведения корректирующих мероп­риятий.

Для удобства работы с «Руководством по качеству» выделяет­ся глава «Термины и определения». В ней дается расшифровка таких понятий, как ответственный за обеспечение качества, сие тема обеспечения качества, образцовые вещества, рабочая инст­рукция, технический руководитель, управляющий лабораторией(директор) и др.

При пояснении ответственности руководства за обеспечение качества испытаний указывается, что руководство испытатель­ной лаборатории берет на себя всю ответственность за обеспече­ние качества услуг. Для этого в лаборатории разрабатывается специальная программа действий и назначается ответственный за обеспечение качества.

В «Руководстве по качеству» обычно приводится глава «Струк­тура и организация лаборатории», которая содержит все необхо­димые данные о фирме, К ним относятся сведения о правовой форме, учредителях, уставном капитале, месторасположении. Здесь же приводятся перечень продукции и видов испытаний, которые осуществляет данная лаборатория. В виде структурной схемы показываются организация лаборато­рии, списочный состав руководства с распределением обязаннос­тей. Дополнительно к этому перечисляются специфичные для лаборатории задачи по обеспечению качества, и указывается, кто ответственен за качество.

Глава, посвященная аудитам, включает в себя информацию о наличия в испытательной лаборатории системы внутренних ауди­тов качества предоставляемых услуг. Глава обычно содержит следующие разделы:

- Определение аудита и его назначение.

- Сведения о том, кто планирует аудиты и отвечает за них (как правило, ответственный за качество).

- Перечень и периодичность основных мероприятий при ауди­тах системы качества.

- Требования к оформлению отчетов по аудиту.

- Сведения о том, какие меры должны применяться по ито­гам аудитов.

- Требования к управлению аудитами со стороны ответствен­ных лиц лаборатории.

В главе «Персонал» приводится подробное описание требова­ний к работникам в зависимости от занимаемой должности. Учи­тываются общее и основное специальное образование, дополни­тельная квалификация, наличие публикаций и выступлений на практических и научных конференциях. Особое внимание уделе­но требованиям к повышению квалификации, особенно для но­вых сотрудников и занимающих руководящие посты. В главе при­водятся список документов, представляемых персоналом при най­ме на работу, а также указывается, что каждый сотрудник имеет соглашение с руководством о конфиденциальности информации, получаемой в ходе испытаний продукции заказчика. Руковод­ства многих органов по сертификации и испытательных лабора­торий содержат в этой главе еще полный список всех сотрудни­ков с указанием занимаемых ими должностей.

В рассматриваемом нами «Руководстве по качеству» имеется глава «Обеспечение безопасности», в которой указывается на то, что в лаборатории уделено внимание вопросам охраны труда и техники безопасности (путем управления процессами обращения с опасными веществами, периодическим инструктажем персона­ла, указанием требований к безопасности в должностных инст­рукциях и др.),

Глава «Измерительное и испытательное оборудование» состоять из следующая разделов;

- Общие правила обращения со средствами измерений, испы­таний и контроля в данной лаборатории, в Порядок регистрации и учета оборудования.

- Ведение инвентарного списка оборудования.

- Порядок обращения с рабочими эталонами для калибровки измерительного к аттестации испытательного оборудования (если эти виды работ выполняются в лаборатории).

- Использование оборудования, не принадлежащего лабора­тории, для отдельных видов испытаний.

- Порядок обращения с неисправными средствами измерений и испытаний.

- Порядок приобретения нового оборудования.

В «Руководстве по качеству» не приводится подробное описа­ние всех рабочих инструкций по обращению с измерительным и испытательным оборудованием, а лишь указывается, что в лабо­ратории учтены все необходимые моменты, и делается ссылка на конкретные документы.

Специальная глава, посвященная работе с методиками испы­таний, может иметь название «Методы испытаний и анализа». В ней указываются порядок применения типовых и специализиро­ванных методик испытаний, их актуализация. В ней может быть приведен полный перечень методик испытаний, применяемых в лаборатории, или даны ссылки на приложения или нормативные документы.

В главе «Использование статистических методов» говорится о том, что испытательная лаборатория применяет в своей работе статистический анализ показателей качества процесса испыта­ний с использованием специальных бланков — контрольных карт.

Глава «Договор на испытания» указывает на мероприятия, предусматриваемые в лаборатории при проведении испытаний. При заключении договора с клиентом об испытаниях его продук­ции лаборатория обязуется произвести выбор необходимого ме­тода испытаний или анализа, определить потребность в расход­ных материалах и производственных мощностях. В соответствии с договором лаборатория обеспечивает постоянный контроль в ходе процесса испытаний, качественную обработку результатов испытаний, применение межлабораторных сличений в случае необходимости. Весь процесс испытаний документируется по ус­тановленным в испытательной лаборатории правилам к может быть проанализирован клиентом.

Глава «Отбор проб» устанавливает правила взятки проб и об­разцов продукции на испытания. Всем заинтересованным сторо­нам сообщается, что з лаборатории имеются все необходимые методы и средства, ответственный персонал. Порядок отбора, который представлен в виде отдельной рабочей инструкции, пре­дусматривает правила упаковки, маркировки, транспортирова­ния и хранения проб и образцов.

О наличии такого элемента системы качества, как маркиров­ка (идентификация), в испытательной лаборатории говорится в главе «Управление пробами и химическими реактивами». Она подробно разъясняет способы единой маркировки образцов в ис­пытательной лаборатории, включая имеющиеся филиалы. В иден­тификационный номер пробы входят данные об испытательном подразделении (филиалах или головной лаборатории), годе отбо­ра и анализа, порядковый номер. Например, 2-98/0001 означа­ет, что проба взята и обработана в подразделении № 2 в 1998 г. и ее порядковый номер 0001, Управление испытываемыми образ­цами предусматривает порядок их движения по лаборатории от приема заказа до выдачи результатов заявителю, что также от­мечается в «Руководстве по качеству».

В главе «Порядок обращения с документацией» отмечается, что в лаборатории назначается ответственный за учет, регистра­цию, архивирование, обновление внутренних и внешних норма­тивных документов, рабочих инструкций, протоколов испыта­ний и анализа и т.д. Таким образом, указывается на наличие в лаборатории системы управления документацией.

Важное место в «Руководстве по качеству» занимает глава, где приводятся требования к форме и содержанию протокола испытаний. В лаборатории: в обязательном порядке должна быть разрабо­тана система проведения корректирующих мероприятий. В спе­циальной главе «Корректирующие мероприятия» отмечается, что в данной испытательной лаборатории проводится устранение не­соответствий, выявленных при внутренних и внешних аудитах системы качества, по утвержденным рабочим инструкциям.

Глава «Рассмотрение жалоб» содержит краткое объяснение порядка работы с рекламациями, поступающими от клиентов.

В главе «Субподряды» отмечается, что испытательная лабора­тория в случае необходимости может передать часть работ по ис­пытаниям другим организациям, прошедшим аккредитацию в установленном порядке на техническую компетентность и независимость. Данная деятельность согласуется с заказчиков испытаний.

«Руководство по качеству» испытательных лабораторий, ра­ботающих с потенциально опасными веществами, может содер­жать главу «Утилизация отходов». В ней указывается, что хи­мические реактивы и расходные материалы, требующие уничто­жения после испытаний, а также образцы проб и продукции после установленного срока хранения утилизируются в соответствии с действующими нормативными документами. Эта деятельность подтверждается рабочими инструкциями и ведением соответствующей документации.

Заключительная глава «Ведение архива документов» представ­ляет порядок обращения с документацией в лаборатории. Приво­дятся правила хранения, регистрации, пользования и внесения изменений. Для этого назначается специальный сотрудник.

В качестве приложений выделяют:

- профессиональная биогра­фия ответственного за качество;

-перечень основных рабочих ин­струкций в области обеспечения качества;

- образцы формуляров, используемых сотрудниками в ходе испытаний, протокола испы­таний, протокола отбора проб, учета химических реактивов, на­ходящихся в лаборатории на хранении.

В специальных главах «Руководства по качеству» приводят­ся сведения об области деятельности каждого из подразделений испытательной лаборатории, о их структуре, персонале, обору­довании и аккредитации с приложением копии аттестата аккре­дитации.

Порядок обращения с испытываемыми образцами изделий

Испытательная лаборатория должна обладать четко отрегулированными и документально оформленными рабочими процедурами, которые сопровождают весь испытательный процесс от приема заказа до выдачи протокола испытаний (рис. 2). Таким образом, достигается однозначность в выполнении технологических операций в лаборатории, В ГОСТ 51000.3-96 особое внимание уделено процедурам, оказывающим существенное влияние на результаты испытаний.

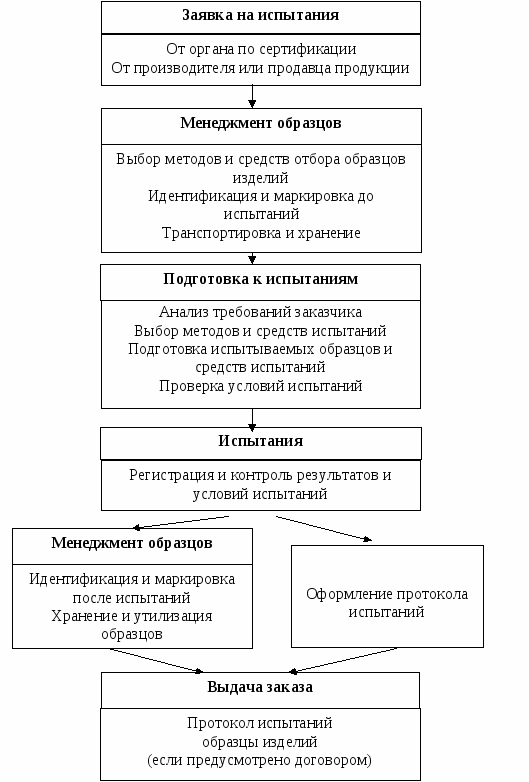


Рис. 2 Структура процесса сертификационных испытаний в лаборатории

Порядок обращения с испытываемыми образцамиизделий, иногда этот процесс называютменеджмент образцов, включает себя правильную подготовку и проведение отбора образцов, их маркировку, соблюдение условий транспортирования и хранения. Образцы изделий, поступающие на испытания, должны быт; идентифицированы на соответствие нормативной документации и сопровождаться соответствующим протоколом отбора. Система регистрации должна гарантировать конфиденциальность ис­пользования образцов или испытуемых изделий, например в отношении других заказчиков. При необходимости вводят процедуру, обеспечивающую хранение изделий на складе. На всех стадиях хранения, транспортирования и подготовки изделий к испытаниям предпринимают необходимые меры предосторожности, исключающие порчу изделий в результате загрязнения, коррозии или чрезмерных нагрузок, отрицательно влияющих ни результаты испытаний. Должны соблюдаться требования, установленные инструкциями на эксплуатацию изделий. Получение, хранение, возвращение (или утилизация) образцов производятся по четко установленным правилам.

Правильный менеджмент образцов — один из важнейших этапов в обеспечении качества испытаний. Испытательная лаборатория не должна принимать на сертификационные испытании образцы, происхождение которых неизвестно.

При проведении испытаний в лаборатории необходимо использовать методы, установленные стандартными или техническим;; условиями на процессы испытаний. Эти документы должны быть в распоряжении сотрудников, ответственных за проведение испытаний. При отсутствий установленного метода испытания следует документально оформить соглашение между заказчиком и лабораторией о применяемом методе.

Работа, проводимая испытательной лабораторией, отражается в протоколе, показывающем точно, четко и недвусмысленно результаты испытаний и другую относящуюся к ним информацию. Каждый протокол испытаний должен содержать, по край ней мере, следующие сведения:

- наименование, адрес испытательной лаборатории и место проведения испытания, если оно имеет другой адрес;

- обозначение протокола (например, порядковый номер) и нумерацию каждой страницы, а также общее количество страниц;

- фамилию и адрес заказчика;

- характеристику и обозначение испытуемого образца;

- даты получения образца и проведения испытания;

- обозначение технического задания на проведение испытания, описание метода и процедуры (при необходимости);

- описание процедуры отбора образцов (выборки);

- любые изменения, вносимые в техническое задание на про ведение испытаний или другую информацию, относящуюся к определенному испытанию;

- данные, касающиеся проведения нестандартных методы испытаний или процедур;

- измерения, наблюдения и полученные результаты, подтверждаемые таблицами, графиками, чертежами и фотографиями, а в случае необходимости и любые зарегистрированные отказы;

- констатацию погрешности измерения (в случае необходимости);

- подпись должностного лица, ответственного за подготовку протокола испытаний, и дату его составления;

- заявление о том, что протокол касается только образцов, подвергнутых испытанию;

- заявление, исключающее возможность частичной перепечат­ки протокола без разрешения испытательной лаборатории,

При оформлении протокола испытаний особое внимание не обходимо обращать на изложение результатов испытаний и исключение трудностей при их восприятии пользователем. Про­токолы по каждому виду проводимых испытаний могут отличаться по содержанию, однако рубрики должны быть стандартизированы. Исправления или дополнения в протоколе испытаний после его выпуска оформляются только в виде отдельного документа, озаглавленного, например, «Дополнение к прото­колу испытаний». Документы о дополнениях должны иметь те же рубрики, которые содержатся в протоколе. В протоколе ис­пытаний не следует помещать оценки, давать советы или реко­мендации по результатам испытания. Результаты испытания должны быть представлены аккуратно, четко, полностью и не­двусмысленно в соответствии с инструкциями, разработанны­ми на применяемый метод испытания. Количественные резуль­таты необходимо представлять с указанием расчетной или оце­ночной погрешности.

Результаты испытаний, полученные при испытаниях выбор­ки из партии, пробы или одной серии продукции, часто исполь­зуют для определения свойств данных партии, пробы или серии продукции. Экстраполяция результатов испытаний при опреде­лении свойств партии, пробы или одной серии продукции долж­на быть включена в отдельный документ.

В качестве образца для разработки собственного протокола ис­пытаний лаборатория может использовать различные рекомен­дации, изложенные в нормативных документах, например, соглас­но приложению 2 ГОСТ 25051.1-82 «ГСИ. Представление, обра­ботка, оценка точности и оформление результатов испытаний. Общие требования».

Все протоколы испытаний хранятся в надлежащем месте с со­блюдением конфиденциальности, если законом не устанавлива­ются другие требования.

* В соответствии с Федеральный закон от 26.06.2008 N 102-ФЗ (ред. от 13.07.2015) "Об обеспечении единства измерений" к результатам измерений в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора предъявляются определенные требования, основными из которых являются следующие:

1. результаты измерений должны быть выражены в установленных единицах физических величин,
2. погрешность каждого результата должна быть известна,
3. эта погрешность не должна превышать установленных норм погрешности.

Для того чтобы результаты измерений удовлетворяли перечисленным требованиям, необходимо обеспечить соблюдение норм и требований, регламентирующих использование средств измерений, вспомогательного и испытательного оборудования, разработку, аттестацию и применение методик выполнения измерений, процедуры подтверждения технической компетентности лаборатории, проводящей измерения. В нашей стране основы законодательства в сфере обеспечения единства измерений были заложены законом «Об обеспечении единства измерений» (01. 01. 94).

Большое значение для обеспечения качества испытаний име­ют процедуры, связанные с эксплуатацией средств измерений, испытаний и контроля. Здесь важно предусмотреть:

• ведение реестра средств испытаний, измерений и контроля с указанием необходимых технических и метрологических характеристик;

• маркировку и хранение этого оборудования;

• наличие методик выполнения измерений, испытаний и кон­троля на каждом рабочем месте;

• соблюдение внешних условий эксплуатации;

• наличие графиков технического обслуживания и ремонта, а также документацию по проверке и калибровке;

• назначение ответственного за состояние и эксплуатацию средств измерений, испытаний и контроля, как правило, инженера-метролога.

* Прежде всего СИ должны пройти испытания с целью утверждения типа средств измерений. После получения положительного результата испытаний такие средства измерений включаются в установленном порядке в Государственный реестр средств измерений.

<http://www.fundmetrology.ru/10_tipy_si/7list.aspx?w1=хроматограф>

* Сертификат на СИ установленного типа выдается на определенный срок (не более 5 лет)

Критерии аккредитации юридических лиц, индивидуальных предпринимателей, выполняющих работыи (или) оказывающих услуги по обеспечению единства измерений устанавливаются ПРИКАЗОМ Минэкономразвития РФ от 30 мая 2014 г. N 326, который устанавливает и обязательные требования к средствам измерений, в том числе требования к их составным частям, программному обеспечению и условиям эксплуатации средств измерений<http://fsa.gov.ru/index/staticview/id/192/>.

* Документы, содержащий сведения, предусмотренные [приказом](consultantplus://offline/ref=A80DC82E6E16628FDD22DA607150A25DCC611A55F3A94E3AE7FE779A37P2H5K) Минэкономразвития России от 30 мая 2014 г. N 326 по:

1. оснащенности лаборатории средствами измерений
2. оснащенности лаборатории испытательным оборудованием, содержащий сведения, предусмотренные [приказом](consultantplus://offline/ref=A80DC82E6E16628FDD22DA607150A25DCC611A55F3A94E3AE7FE779A37P2H5K)
3. оснащенности лаборатории вспомогательным оборудованием,
4. оснащенности лаборатории стандартными образцами,
5. помещениям, используемым для проведения исследований (испытаний) и измерений, содержащий сведения, предусмотренные [приказом](consultantplus://offline/ref=A80DC82E6E16628FDD22DA607150A25DCC611A55F3A94E3AE7FE779A37P2H5K) Минэкономразвития России от 30 мая 2014 г. N 326.

Документы (их копии), подтверждающие наличие на праве собственности или на ином законном основании, предусматривающем право владения и (или) пользования, помещений, испытательного оборудования, средств измерений, стандартных образцов, а также иных технических средств и материальных ресурсов, указанных в области аккредитации.

* Для удобства хранения и обработки результатов измерений прибор должен быть оснащен выходом, позволяющим осуществлять его интерфейс с компьютером.
* Исходя из принципа минимизации затрат на эксплуатацию прибора, необходимо обращать внимание на то, что СИ должно быть обеспечено поверкой не только на заводе - изготовителе, но и в том регионе, где оно реально будет установлено.
* Немаловажными требованием является низкая стоимость эксплуатации прибора.
* Приборы, предназначенные для массовых анализов, не должны требовать очень высокой квалификации исполнителя.
* Для импортных приборов существенным является требование наличия технической документации на русском языке, а также русскоязычного программного обеспечения для СИ.
* Ремонт прибора не должен быть очень дорогим.

К числу обязательных требований к испытательному оборудованию относятся:

* наличие утвержденной методики аттестации, своевременное проведение аттестации и оформление ее результатов в виде акта, наличие в составе испытательного оборудования средств измерений, позволяющих осуществлять контроль параметров внешних воздействий в ходе испытаний.

К вспомогательному оборудованию относят устройства и приспособления, которые не применяются непосредственно для получения аналитического сигнала, но используются в процессе отбора проб и подготовки их к анализу. В качестве желательных характеристик можно указать долговечность, надежность в работе, невысокие водо- и энергопотребление, легкость монтажа, отсутствие побочных эффектов при работе, компактность, безопасность, безопасность для персонала.

К средствам метрологического обеспечения контроля относятся: стандартные образцы (состава или свойства вещества), эталоны сравнения, поверочные газовые смеси (ПГС), различные генераторы, разбавители веществ и т. д. ГОСТ Р 8.315 -97 «Стандартные образцы состава и свойств вещества. Порядок изготовления. Аттестации и применения». Так поверочные газовые смеси и стандартные образцы должны быть внесены в соответствующий раздел Государственного реестра СИ, конкретные ПГС и СО не должны иметь истекший срок годности, недопустимо использовать СО или ПГС с истекшим сроком утверждения типа СО.

**Требования к методикам выполнения измерений**

Ст. 9 Закона РФ «Об обеспечении единства измерений» устанавливает ограничение на применение только аттестованных МВИ. В ГОСТ Р 8.563 - 96 «ГСИ. Методики выполнения измерений» изложены требования к разработке, аттестации и применению МВИ.

Действующими нормативными документами установлены различные требования к средствам пробоотбора. Так, электроаспираторы, применяемые для отбора проб атмосферного воздуха и промышленных выбросов в атмосферу, должны обеспечивать:

* возможность непрерывной работы в течение 20 мин.,
* поддержание стабильного расхода воздуха при отборе,
* отбор проб одновременно через несколько каналов,
* определение объемного расхода с погрешностью не более 5 % для атмосферного воздуха и до 10 % для промышленных выбросов в атмосферу.

Валидация методов контроля качества.

Слово «VALID» впервые было использовано в английском языке в середине 17 века и в переводе означало «валидный», т.е.: - действительный, имеющий силу; - веский, обоснованный; - лежащий на надежной, логичной основе. Т.е. валидировать – делать валидным, утверждать, обосновывать, придавать законную силу. В середине 19 века в отчете Лондонского аптечного общества был описан прообраз валидации поставки материалов в виде деятельности «комитета по рассмотрению различных вопросов», который собирался каждую пятницу, чтобы подтвердить качество сырья, поставленного на предыдущей неделе.

Сегодня оно используется для обозначения: Validation – 1) утверждение, ратификация; 2) легализация, придание законной силы 3) проверка работоспособности; 4) подтверждение, проверка истинности; и т.д.

Валидация – документально оформленные действия, которые в соответствии с принципами надлежащей производственной практики доказывают, что определенная процедура, процесс, деятельность или система приводят к ожидаемым результатам с заранее установленными критериями приемлемости. Валидируются как процессы, так и методики испытаний. Испытание – определение одной или нескольких характеристик объекта согласно процедуре Методика испытаний (МИ) – документированная процедура, включающая совокупность операций и требований, выполнение которых обеспечивает определение количественных или качественных показателей объекта испытаний.

Валидация методики испытания – документированное подтверждение обоснованности (правильности) выбора методики испытаний, гарантирующее получение ожидаемых и воспроизводимых результатов, соответствующих поставленной цели. Цель валидации МИ – экспериментальное доказательство того, что методика пригодна для решения поставленных задач.

Виды валидации МИ:

* Перспективная валидация – осуществляется при разработке новой продукции до начала серийного производства;
* Сопутствующая валидация – осуществляется во время серийного производства продукции, если перспективная валидация при определенных обстоятельствах не была завершена или были незначительные изменения в процессе производства. Порядок проведения валидации:
* Наличие необходимого и достаточного аттестованного лабораторного оборудования;
* Наличие обученного персонала требуемой квалификации;

При проведении валидации используются только стандартные образцы с известными характеристиками, подтвержденными документально;

Соблюдение трех этапов валидации: - разработка и утверждение плана валидации МИ - проведение валидации в строгом соответствии с планом валидации.

Каждая стадия валидации должна быть документально оформлена и утверждена - подготовка отчета о валидации, с указанием всех замеченных отклонений и выводов с рекомендациями по устранению отклонений.

Типовой перечень валидационных характеристик и показателей точности, которые должны учитываться при проведении валидации МИ:

1. Показатели точности:

* Правильность
* Прецизионность (точность) - повторяемость (сходимость ) -внутрилабораторная воспроизводимость - межлабораторная воспроизводимость

2. Валидационные характеристики:

* Специфичность
* Робастность
* Предел обнаружения
* Предел количественного определения
* Линейность
* Диапазон применения Объем валидации МИ
* Валидация в полном объеме – если используемые МИ не включены в действующие Перечни
* Валидация в сокращенном объеме – если используемые МИ включены в действующие Перечни.

Объем валидации в данном случае определяется поставленной целью.

Прецизионность (точность). Прецизионность МИ - выражение степени близости результатов для серии измерений, выполненных по данной методике на различных пробах одного итого же образца (одной серии). • Прецизионность подтверждается повторяемостью, внутри - и межлабораторной воспроизводимостью. Повторяемость – характеризует точность методики при ее выполнении в течение небольшого промежутка времени в одних и тех же условиях: одним аналитиком, при неизменных условиях окружающей среды (t, W, P).

Внутрилабораторная воспроизводимость - устанавливает влияние случайных факторов на точность валидируемой методики. Типичные исследуемые факторы: различные аналитики, различное оборудование, различные дни. Ход испытания – аналогично исследованию повторяемости.

Межлабораторная воспроизводимость – оценивается путем проведения межлабораторных исследований.

Правильность МИ - выражение степени соответствия между принятым эталонным значением и значением, полученным на основании большой серии результатов испытаний по данной методике.

Принятое эталонное значение – например, теоретически рассчитанное значение содержания вещества в модельном растворе.

Каждое отдельное исследование оформляется в виде протокола. Основные требования к протоколам:

* должны содержать информацию об условиях, в которых проводились испытания;
* должны в полном объеме содержать первичные данные испытаний;
* должны последовательно отображать ход эксперимента.

Эффективность и достоверность методик и методического обеспечения системы контроля определяются пробоотбором и пробоподготовкой.

**Классификация и основные характеристики СИ**

Три группы:

1. автоматические и неавтоматические,
2. мобильные и стационарные (носимые, переносные, перевозимые),
3. анализаторы и сигнализаторы,

* универсальные СИ - измеряющие содержание практически любых веществ различных классов (например, спекторофотометр),
* групповые - анализирующие ряд сходных по свойствам веществ одного класса или группы (анализатор выхлопных газов автотраснспорта)
* целевые - специфичные к конкретным веществам (например, анализатор СО, анализатор паров Hg);

по анализируемой среде: газоанализаторы,

* аква - анализаторы,
* анализаторы сыпучих тел.

по способу регистрации результатов:

* аналоговые

цифровые.

**Средства контроля воздушных и других газообразных сред**

* Подразделяют на: системы (комплексы), приборы, другие технические средства контроля (ТСК) воздушного бассейна, при этом группируя их по особенностям анализируемой воздушной среды следующим образом:
* ТСК атмосферы,
* ТСК воздуха населенных мест и жилых помещений,
* ТСК воздуха рабочей зоны и производственных помещений,
* ТСК выбросов и паровоздушных смесей, поступающих в атмосферу.

По степени автоматизации: на автоматические автоматизаторы и газосигнализаторы, и неавтоматические приборы и другие средства контроля.

Всего в Госреестре СИ зафиксировано более 150 марок отечественных (35 %) и импортных (около 65 %) газоаналитических приборов, являющихся аттестованными СИ. Они могут быть сгруппированы следующим образом:

* промышленные газоанализаторы - более 60 (> 40 %),
* анализаторы атмосферного воздуха - около 50 (30 %),
* газоанализаторы транспортных выбросов - около 20 (13 %),
* аппаратура контроля пыли и дымности - около 20 (13 %),
* иные (экспресс - определители и др.) - более 5 (около 4 %).

Среди промышленных газоанализаторов наиболее часто применяются автоматические приборы, предназначенные для контроля воздуха в помещениях рабочей зоны, а также выбросов различных производств и теплоэнергетических установок для следующих загрязняющих веществ:

* СО - > 16 типов приборов,
* SO2 - около 15 типов,
* NO - около 14 типов,
* NO2 - примерно 8 типов,
* O2 - около 7 типов,
* CO2 - около 5 типов,
* H2S - около 6 типов,
* NOx - примерно 4 типа,
* Cl2, NH3 - примерно по 2 типа,
* органических и других веществ - несколько типов

Анализаторы атмосферного воздуха в наибольшей степени ориентированы на контроль

1. SO2 (30 %),
2. NOx и Hg (по 23 %),
3. О3 (18 %), а также H2S, CS2, NH3, УВ, пыль.

Универсальные приборы лабораторного анализа воздух

* фотометры и спектрофотометры 50 % (>60 методик),
* хроматографы 20 % (30),
* атомно-абсорбционные спектрометры 10 % (15),
* потенциометрические приборы 4 % (5),
* флуориметры и титраторы по 2.5 % (по 3),
* кулонометры и весовые приборы по 1,5 % (по 2),
* остальные (хромато-масс-спектрометры, рентгено-флуоресцентные и электрометрические приборы и т. д.) < 1 % (по 1 - 2).

**Газоанализаторы вредных веществ**

* Автоматический газоанализатор представляет собой прибор, в котором отбор проб воздуха, определение количества контролируемого компонента, выдача и запись результатов анализа проводится автоматически по заданной программе без участия оператора. Для контроля воздушной среды используют газоанализаторы, работа которых основана на различных принципах.
* *Термокондуктометрические газоанализаторы.*
* *Магнитные и термомагнитные газоанализаторы.*
* *Кулонометрические газоанализаторы.*
* *Ионизационные газоанализаторы.*
* *Фотоколориметрические газоанализаторы.*
* *Оптико - акустические газоанализаторы.*
* *Хемилюминисцентные газоанализаторы.*
* *Флуоресцентные.*
* *Лазерные.*
* *Интерференционные.*

**Аппаратура для отбора проб газов**

* Основным способом отбора проб исследуемого воздуха является пропускание его через сорбционное устройство с помощью побудителя расхода с определенной скоростью регистрируемой расходным устройством (ротаметром, реометром, газовыми часами). Для удобства отбора проб в производственных условиях широк, применяют аспирационные устройства, включающие побудитель расхода и расходомерное устройство. На стадии подготовки проб, как правило, не требуется технических средств, так как обычно для этих целей применяется типовое лабораторное оборудование.

Важнейшая стадия технологического цикла контроля газовой среды - количественное измерение (как уже отмечалось ранее, за исключением автоматических газоанализаторов) - также, как правило, проводится на универсальном лабораторном оборудовании с помощью различных измерительных приборов (в основном хроматографов, спектрофотометров, спектрометров, спектрографов).

* Хроматограф газовый малогабаритный типа ХПМ - 5 для анализа сложных смесей веществ. Масса - 20 кг (аналитический блок) и 8 кг (блок питания), габариты, мм - 412х282х341 (аналитический блок) и 120х311х290 (блок питания). Пределы обнаружения: S - 1,0·10-10 (пламенно-фотометрический детектор), P - 1·10-11 - (пламенно-фотометрический детектор) и 2,0·10-12 (термоионный детектор), N-5·10-12 (термоионный детектор), пестициды - 4,0·10-13 (детектор электронного захвата), УВ - 2,0·10-8 (детектор по теплопроводности) и 2·10-11(пламенно-ионизационный детектор).
* Хроматографы жидкостные переносные типа «Цвет - 403». Масса - 16 кг, предел обнаружения, в мг/мл: 10-8 - 10-10 (электрохимический детектор) и 10-4 (ультрафиолетовый детектор).
* Фотометр КФК-05 переносной малогабаритный (АООТ «Загорский оптико - механический завод», г. Сергиев-Посад). Габариты 190х170х83 мм, вес 1,2 кг, электропитание 220 и 12 В. Погрешность 1 %, среднеквадратичное отклонение 0,15 %.
* Хроматограф газовый полевой типа ЭХО-М (г. Новосибирск) масса 6 - 7 кг, электропитание 12 В, время непрерывной работы 8 ч. Детектор электронного захвата. Возможна замена детекторов (фотоионизационный детектор, пламенно-ионизационный детектор). Предел обнаружения с детектором электронного захвата составляет 5 10-13 кг (с возможным дополнением 1000 - кратного обогащения в выносном концентраторе).
* Хроматограф газовый переносной для анализа неорганических газов и продуктов сгорания топлива типа АХГ - 002. Предел обнаружения, г/см3: по Н2 - 8,4·10-10, по СО - 3,5·10-8, по СН4 - 6,6·10-9, по О2 - 8,7·10-9, по СО2 - 9,2·10-7 с детектором по теплопроводности.
* Микрофотоколориметр полевой. МКМФ-02П (микропроцессорный аналог).
* Спектрофотометр переносной DR/2010 VIS, =400-900 нм, погрешность 2 %, среднеквадратичное отклонение 0,15 %.

**Средства контроля вод и других жидких сред**

* приборы для измерения концентрации веществ,
* приборы для контроля физико-химических параметров,
* приборы для контроля обобщающих показателей ("органический" или общий углерод, БПК, ХПК и др.).

**Всего в Госреестре зафиксировано около 60 марок отечественных (38 %) и импортных (около 60 %) приборов, сгруппированных следующим образом:**

* приборы для измерения концентраций веществ - более 40 (70 %).
* приборы контроля физико-химических параметров - 10 (20 %),
* приборы для обобщающих показателей - 10 (10 %).

**Приборы универсального назначения используемые при анализе вод и других жидких сред**

* фотометры и спектрофотометры - около 35 % (40 методик),
* хроматографы - около 20 % (30 методик),
* атомно-адсорбционные спектрометры - около 10 % (12 методик),
* электрохимические - около 10 % (9 методик),
* турбидиметрические около 8 % (9 методик),
* ИК-спектрометры - около 3,5 % (4 методик),
* хромато-масс-спектрометры около 2,5 % (3 методики),
* денситометры около 2,5 % (3 методики),
* флуориметры
* весовые приборы по 1,5 % (по 2 методики),
* остальные менее 1 %.

На первой стадии технологического цикла контроля - используются «экспресс-анализаторы», под которыми следует понимать средства, с помощью которых возможно быстрое и простое обнаружение и/или первичное определение искомых компонентов. Эти средства в основном предназначены для проведения экспресс - анализа «on-line».

На второй стадии технологического цикла контроля важнейшими техническими средствами, применяемые для отбора проб, являются пробоотборные устройства - различной конструкции (различные батометры, аспираторы и т.д.).

* Отбор пробы является важной частью ее анализа, необходимым условием получения правильных результатов. Ошибки, возникающие из-за неправильного отбора проб, в дальнейшем исправить невозможно.
* Условия, которые следует соблюдать при отборе проб, настолько разнообразны, что нельзя дать подробных рекомендаций для всех случаев в соответствии со всеми требованиями. Основные принципы, которые необходимо соблюдать при отборе проб, состоят в следующем:
* проба должна отражать условия и место ее отбора;
* отбор, хранение, транспортировка и работа с пробой должны проводиться так, чтобы не произошло изменений в содержании определяемых компонентов или в свойствах объекта;
* объем пробы должен быть достаточным и должен соответствовать применяемой методике анализа.
* *Место для отбора пробы* выбирают в соответствии с целями анализа и с учетом всех обстоятельств, которые могли бы оказать влияние на состав взятой пробы.

В соответствии с целями анализа проводят *разовый* или *серийный* отбор проб. При разовом отборе пробу берут один раз в определенном месте и рассматривают результаты одного анализа. Этот способ применяется в редких случаях, когда результатов единичного анализа достаточно для суждения о качестве исследуемого вещества.

Различают два основных вида проб: простую и смешанную. Простую пробу получают путем однократного отбора всего требуемого количества воды. Анализ простой пробы дает сведения о составе воды в данный момент в данном месте. Смешанную пробу получают, сливая простые пробы, взятые в одном и том же месте через определенные промежутки времени или отобранные одновременно в различных местах обследуемого объекта. Количество пробы, которое необходимо отобрать, зависит от числа определяемых компонентов.

Представительность и точность пробы зависят от массы и числа частичных проб.

Отбор проб сыпучих масс представляет трудоемкую и сложную операцию. Чтобы установить степень влияния отдельных факторов на точность опробования, проведены систематические опыты с различными ископаемыми, в результате которых найдены общие принципы, основанные на теории математической статистики. В основе принципа математической статистики лежит теория вероятности.При определении массы пробы и числа частичных проб, исходят из положения, что ошибка при опробовании не должна превышать некоторых предельных значений. При обогащении полезных ископаемых объектами химического опробования являются: полезные ископаемые, находящиеся в забое, штабелях, вагонах; хвосты обогатительных фабрик, находящиеся в хвостохранилищах; концентраты, хранящиеся в бункерах, и промежуточные продукта обогащения, находящиеся в движении при обогащении руд. Неравномерность распределения признака характеризуется среднеквадратическим отклонением, коэффициентом вариации. Связь между числом частичных проб (объем выборки) и степенью неравномерности распределения устанавливается вариационной статистикой, в основекоторойлежит теория вероятности.

В качестве сосудов для отбора и хранения проб жидкостей обычно используют бутыли из химически стойкого стекла. Закрывают их резиновыми или стеклянными притертыми пробками. В специальных случаях используют полиэтиленовые бутыли или термосы. Посуда должна быть тщательно вымыта, обезжирена и высушена.

Газовую пробу для анализа отбирают:

1. в баллоны (создавая в них избыточное давление) ;
2. в газовые пипетки различного объема;
3. в стеклянные сосуды, пробки которых снабжены специальным устройством - мешочком из инертного материала, не адсорбирующего на своей поверхности анализируемое вещество, позволяющим вытеснить газ при отборе пробы;
4. в систему сообщающихся сосудов, предварительно заполненных раствором, практически не поглощающим анализируемую смесь.

* Главными моментами пробоотбора являются

1. получение представительной пробы (газы, пары, аэрозоли и твердые ча­стицы), отражающей реальный состав анализируемого газа,
2. накопление в ловушке-концентраторе достаточного для аналитического определения количества вещества.

Если проводится анализ воды и не на месте отбора пробы или не в тот же день в лаборатории, то пробу консервируют. Необходимость консервирования обусловлена тем, что некоторые характеристики воды при хранении изменяются (температура, pH, содержание различных газов; некоторые вещества могут выпасть в осадок, другие, наоборот, раствориться и т.д.). В неконсервированной пробе могут также протекать различные биохимические процессы, вызванные деятельностью микроорганизмов или планктона. Универсального консервирующего средства не существует. Для полного анализа воды следует отобрать пробу в несколько бутылей, в которые добавляют различные консервирующие вещества. Пробы для определения всех видов связанного азота, окисляемости, пиридина консервируют, прибавляя к ним серную кислоту, при определении взвешенных частиц и сухого остатка добавляют к пробам хлороформ, для определения фенолов – пробы подщелачивают и т.д. Довольно затруднительным является консервирование сточных вод, особенно при наличии в пробе нерастворимых веществ, т.к. консервирующее вещество может оказать мешающее действие. Консервирование сточных вод химическими реагентами проводят лишь в тех случаях, когда консервирующий реагент не мешает определению компонентов анализируемой воды и если невозможно провести определение сразу после отбора проб

В качестве устройств, используемых на третьей стадии - подготовки пробы, как правило, используется типовое общелабораторное оборудование, с помощью которого осуществляется разделение и концентрирование проб, повышающее чувствительность и селективность последующего анализа. Применяются также специальные устройства подготовки проб. Параметрами такого прибора являются автоклавные модули для химической пробоподготовки серии МКП-04 и модули МКП-05. Другой пример - ультрафиолетовая камера ФК-12 М (фотолизное окисление органических веществ).

Пробоподготовка

* Накопление компонентов на месте отбора газовой пробы можно проводить:

1. вымораживанием (при этом ловушка охлаждается, например, твердым СО2, жидким азотом и т.д., а через нее пропускают определенный объем пробы);
2. адсорбцией (отделяя примеси или концентрируя их на патроне с адсорбентом);
3. абсорбцией (поглощая отдельные компоненты или всю анализируемую смесь специально подобранной жидкостью).

Выбор варианта накопления компонентов пробы будет определяться их концентрацией и особенностями использующегося в дальнейшем метода анализа.

При анализе воды подготовка пробы обычно является обязательной стадией. Лишь в исключительных случаях удается избежать этого и использовать прямой ввод пробы (например, при определении в питьевой воде тригалометанов методом капиллярной газовой хроматографии с электронно-захватным детектором или полиядерных ароматических углеводородов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуоресцентным детектированием).

Слишком разбавленные или сложные по составу образцы приходится подвергать ряду специфических процедур, чтобы сделать возможным их исследование на имеющейся аналитической аппаратуре и достичь эффективного разделения и детектирования. Подготовка пробы может ограничиваться только концентрированием исходного образца, а может включать также и фракционирование содержащихся в пробе компонентов. Для концентрирования пробы и разделения ее на фракции могут применяются выпаривание, отгонка, дистилляция, вымораживание, осаждение и соосаждение, экстракция, сорбция, хроматография и другие методы.

Выпаривание является самым простым и доступным способом концентрирования. Концентрации растворенных веществ можно увеличить при этом в 10-1000 раз. Однако метод не лишен довольно существенных недостатков:

* при выпаривании концентрируются не только определяемые в воде микрокомпоненты, но и макрокомпоненты, которые при высоких концентрациях обычно мешают определению;
* при значительном концентрировании выпариванием нередко выпадают осадки, отделение которых фильтрованием может привести к потере определяемых компонентов проб;
* если определяемые вещества летучи, то при выпаривании может произойти частичное или даже полное удаление их из пробы;
* при выпаривании возможно загрязнение пробы веществами, извлекаемыми из материала посуды.

Значительно эффективнее можно использовать выпаривание после экстракции (выпаривание экстрагента). Увеличение концентрации определяемого вещества в этом случае будет равно произведению результатов обоих процессов – экстракции и выпаривания. Кроме того, при этом отделяются все неэкстрагируемые примеси.

Методом отгонки микрокомпонентов (при атмосферном давлении или в вакууме) концентрируют летучие вещества (аммиак, летучие фенолы, летучие кислоты и др.), а также неопределяемые компоненты, которые можно превратить в летучие вещества (например, фтор в виде SiF4, цианиды в виде HCN). При отгонке следует всегда учитывать возможность разложения отделяемого соединения и неполноту его отгонки.

* Концентрирование примесей *вымораживанием* основано на том, что при замерзании части водного раствора растворенные компоненты остаются в жидкой фазе. Этот метод применяют для концентрирования веществ, обладающих достаточной растворимостью в воде при низких температурах, и в особенности гидрофильных веществ, трудно извлекаемых из воды другими методами. К преимуществам метода относятся:
* незначительные потери летучих соединений;
* отсутствие загрязнения применяемыми реактивами;

значительно меньшая опасность изменения компонентного состава исследуемой воды вследствие протекания каких-либо превращений определяемых веществ.

* Основными факторами, определяющими эффективность процесса вымораживания, являются *скорость нарастания льда, возможность отвода веществ* из зоны раствора, прилегающей к намерзающему льду, и *структура* получаемого *льда.*
* Возможны различные варианты проведения процесса, из которых чаще всего используют следующие:

в простейшем случае анализируемую воду помещают в конусообразный сосуд, расширяющийся кверху. Вымораживают основную массу воды в морозильной камере при температуре –120 С или в бане с охлаждающей смесью. Способ очень прост, однако здесь практически нет возможности влиять на параметры, определяющие эффективность процесса;

* *по Бейкеру* , исследуемую воду помещают в круглодонную колбу, емкость которой должна в 4-5 раз превышать объем пробы. Колбу с пробой погружают под углом 600 в охлаждающую смесь с температурой –120 С и вращают с частотой 80 оборотов/мин. При необходимости можно варьировать температуру вымораживания и частоту вращения, влияя таким образом на скорость намерзания льда и быстроту отделения от поверхности льда слоя воды, более концентрированного чем остальной раствор. Вымораживание по Бейкеру проводят до замерзания приблизительно 9/10 раствора. Хладоагентами могут быть солевой раствор, фенолы, жидкий аммиак и др.;Оригинальным вариантом вымораживания является так называемый *метод направленной кристаллизации.* Он осуществляется на специальной установке, обеспечивающей постепенное погружение пробирок с исследуемой водой в охлаждающую смесь при постоянном и достаточно интенсивном перемешивании жидкой фазы около границы лед-вода. Нарастание кристалла льда здесь происходит снизу вверх. Метод позволяет максимально варьировать условия эксперимента и влиять таким образом на эффективность процесса.
* Существенным ограничением метода вымораживания является резкое падение эффективности при анализе систем с высоким солевым фоном. При этом получают только 10-12-кратное обогащение. Уменьшение эффективности концентрирования наблюдается при этом в явной мере для всех компонентов раствора. Оно связано с нарушением структуры льда и захватом уже сконцентрированной фазы намерзающими кристаллами.
* ***Соосаждение*** является одним из самых эффективных методов концентрирования при определении неорганических веществ. Таким способом часто выделяют очень малые (следовые) количества определяемого металла из большого объема сточной воды. Для этого вводят в достаточном количестве соль другого металла (макрокомпонент, носитель, коллектор) и осаждают этот металл подходящим реагентом. Образующийся осадок увлекает с собой и микрокомпоненты – определяемый металл. Выпавший осадок растворяют в возможно меньшем объеме необходимого растворителя и анализируют полученный концентрат. Методом соосаждения можно достигнуть повышения концентрации в десятки тысяч раз
* Одним из важнейших методов, применяемых для концентрирования неорганических веществ, является **экстракция**. Наиболее часто используемая это ***жидкостно–жидкостная экстракция*** может проводиться встряхиванием анализируемого образца с органическим раствором в делительной воронке или автоматически, при использовании экстрактора непрерывного действия. В зависимости от условий проведения процесса экстракты могут содержать малолетучие вещества средней и малой полярности (универсальная экстракция малолетучих веществ), кислоты или основания (селективная экстракция при соответствующих значениях рН).
* К недостаткам метода жидкостно-жидкостной экстракции следует отнести следующие:
* процесс экстрагирования может отнимать много времени;
* зачастую используются токсичные растворители;

разделение органической и водной фаз часто затруднено образованием устойчивой эмульсии (особенно в ручной экстракции).

* Обычно объем получаемого экстракта довольно велик, поэтому в некоторых случаях (например, при использовании для анализа воды хроматографических методов) необходима дополнительная операция - выпаривание и концентрирование.
* К применяемым в методе экстракции экстрагентам предъявляют следующие требования:
* экстрагент должен обладать хорошей способностью извлекать одно определяемое вещество или группу веществ;
* он должен отличаться малой растворимостью в воде;
* желательно, чтобы экстрагент имел достаточно высокую температуру кипения (не ниже 50 ° С);
* плотность экстрагента должна как можно больше отличаться от плотности анализируемого раствора;
* экстрагент не должен взаимодействовать с компонентами анализируемого раствора;
* он должен быть чистым и легко регенерироваться в лабораторных условиях.
* При выборе наиболее подходящего экстрагента используют справочные данные по коэффициентам распределения, по растворимости соединений в воде и в различных органических растворителях. Можно также ориентироваться на химическое сродство экстрагируемого вещества и экстрагента.
* В последнее время широко используется также ***твердофазная экстракция***, основанная на разделении и концентрировании в результате сорбционных или ионообменных процессов. Этот способ пригоден для извлечения из воды соединений как малой и средней, так и высокой полярности (в зависимости от характеристик используемого сорбента). Пробы большого объема могут быть обработаны с использованием достаточно малых количеств твердой фазы, что в свою очередь требует малого объема растворителя для последующей десорбции сконцентрированных соединений. Это снимает необходимость дополнительного выпаривания и существенно уменьшает риск загрязнения образца. Метод является значительно более экспрессным по сравнению с классическими методами выделения и концентрирования.

     В зависимости от объема пробы воды и характера анализируемого вещества процесс может быть проведен либо на картридже (патроне, заполненном сорбентом), либо на мембранных дисках. Применение высокоэффективных картриджей часто позволяет проводить полное выделение большого числа загрязнителей. Процесс легко автоматизировать.

* Особенно удачным является применение метода твердофазной экстракции для выделения и концентрирования полярных веществ. Загрязнители улавливают и предварительно концентрируют на крупносетчатых пористых синтетических сорбентах, называемых смолами (например, амберлит-ХАД), которые затем высушивают, промывают дихлорметаном и полученный элюат используют для анализа (при необходимости концентрируют его). Элюирование растворителем иногда заменяют термической десорбцией, при этом обеспечивается наиболее высокая степень обогащения пробы. Ограничение метода связано с недостаточно высокой термической стабильностью полимерных сорбентов, что существенно сужает область его применения.

Важно отметить, что технические средства, используемые при отборе проб, пробоподготовке и определении в производственых условиях, должны функционировать автономно в широком диапазоне температур (от -50 до +50) и влажности (до 100%), выдерживая агрессивные воздействия сред, в которых и с которыми они работают.

В этой связи весьма перспективны химические и физические сенсоры - эффективные средства оперативного контроля газовых и жидких сред на содержание нормируемых микрокомпонентов, в которых пробоотбор и несложная пробоподготовка совмещены с собственно определением. Они особенно удобны для создания полифункциональных автоматизированных систем контроля состояния воздушного бассейна, воздушных выбросов предприятий, природных и сточных вод. Технику пробоотбора, в том числе автоматизированного, следует строить в зависимости от фазового состояния объекта и специфики определяемых объектов, применяя при необходимости консервацию образцов. Следует отдавать предпочтение совмещению пробоотбора с концентрированием и выделением определяемых микрокомпонентов. Пробоотборные устройства должны быть рассчитаны на автономный режим работы.

Подготовка твердофазного образца к анализу.

Визуальное рассмотрение образца.

Подготовка пробы образца. Если образец представляет собой большой кусок, то от него следует молотком отколоть небольшие кусочки. Затем следует растереть образец в ступке с помощью пестика. В зависимости от твердости образца используют ступки из разных материалов (сталь, агат, яшма, фарфор). Образец тщательно измельчают. Растертая проба не должна содержать крупных частиц. Взять примерно 1 г тонкого порошка (пудры) для анализа. Чем мельче проба, тем быстрее она растворится.

Отбор средней пробы. Необходимо всегда проводить отбор средней пробы, так как состав одного куска минерала отличается от состава другого. Существует несколько способов отбора средней пробы. Один из них: весь порошок минерала насыпать на лист плотной бумаги и после тщательного перемешивания шпателем распределить в виде прямоугольника высотой 0,5-0,6 см. Провести ряд продольных и поперечных линий:

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | \* |  | \* |
| \* |  | \* |  |
|  | \* |  | \* |

Отобрать из центров полученных квадратов (пропуская один) некоторое количество порошка. Место отбора показано звездочками. Полученную среднюю пробу использовать для анализа.

Предварительное испытание на окраску пламени. Пирохимический анализ.

Пирохимический анализ используется как предварительные проверочные реакции при анализе сухих веществ. Небольшое количество порошка минерала смочите 2-3 каплями концентрированной HCl, внесите его на чистой нихромовой проволоке в бесцветное пламя горелки и наблюдайте окраску пламени. Летучие соли многих металлов окрашивают пламя в различные цвета.

Растворение в жидкостях.

При растворении проб в жидкостях обычно используют стеклянные химические стаканы или конические колбы Эрленмейера. Если при растворении появляется пена или возможно разбрызгивание, то удобно применять грушевидные колбы Кьельдаля с длинным горлом. Если при обработке пробы кислотами выделяются пары или газы, неиспользуемые в дальнейшем, то их удаляют, для чего над реакционной колбой помещают стеклянный колпак, который подсоединяют к водоструйному насосу. Выбор растворителя

Первой стадией анализа является общий способ получения раствора исследуемого образца или пробы и при этом избежать потерь летучих элементов и иметь возможность удобно провести анализ и разделение отдельных групп.

Плотность и методы ее определения. Плотность является одним из фундаментальных свойств кристаллических веществ.

Из лабораторных методов определения плотности наиболее распространены следующие: 1) образец взвешивается, а объем определяется по принципу Архимеда; 2) образец взвешивается, а объем определяется по весу жидкости, вытесненной образцом в пикнометре;

Следующая и важнейшая четвертая стадия технологического цикла контроля количественное измерение, проводится на универсальном лабораторном оборудовании

Задача выбора оптимальной аналитической методики и прибора в анализе решается с учетом типа определяемых веществ и требуемых пределов обнаружения.

Методы анализа, используемые в современных лабораториях включают:

* различные варианты оптических методов анализа (например, спектрофотометрия в видимой УФ- и ИК-областях, атомно-абсорбционная и эмиссионная спектрометрия); ***Оптические методы,*** в частности, классические фотометрические и спектрофотометрические методы, основанные на образовании определяемыми компонентами окрашенных соединений с разнообразными реагентами, издавна и широко применяются для целей анализа. В последние десятилетия все большее значение приобретают также атомно-абсорбционная и эмиссионная (флуоресцентная) спектрометрия, методы, позволяющие определить большое число химических элементов в неорганических матрицах с крайне низкими пределами обнаружения (при абсолютных содержаниях приблизительно 10-14нг). Повышению чувствительности определений этими методами способствуют простейшая предварительная пробоподготовка или концентрирование (экстракция, упаривание проб воды и т.п.).
* хроматографические методы (газовая, жидкостная, сверхкритическая); ***Хроматографические методы*** часто оказываются незаменимыми для идентификации и количественного определения органических веществ со сходной структурой. При этом наиболее широко используемыми для рутинных анализов являются *газовая и высокоэффективная жидкостная хроматография. Газохроматографический* анализ органических загрязнителей в питьевой и сточных водах сначала основывался на использовании насадочных колонок, позднее распространение получили и кварцевые капиллярные колонки. Внутренний диаметр капиллярных колонок составляет обычно 0,20-0,75 мм, длина - 30-105 м. Оптимальные результаты при анализе загрязнителей в воде достигаются чаще всего при использовании капиллярных колонок с различной толщиной пленки из метилфенилсиликонов с содержанием фенильных групп 5 и 50%. Уязвимым местом хроматографических методик с использованием капиллярных колонок часто становится система ввода пробы. Системы ввода пробы можно подразделить на две группы: универсальные и селективные. К универсальным относятся системы ввода с делением и без деления потока, “холодный” ввод в колонку и испарение при программировании температуры. При селективном вводе используют продувку с промежуточным улавливанием в ловушке, парофазный анализ и т.д. При использовании универсальных систем ввода в колонку поступает вся проба полностью, при селективной инжекции вводится только определенная фракция. Результаты, получаемые при селективном вводе, являются существенно более точными, поскольку попавшая в колонку фракция содержит только летучие вещества, и техника при этом может быть полностью автоматизирована. Газохроматографические детекторы, используемые в определении загрязнителей, часто подразделяют на универсальные, откликающиеся на каждый компонент в подвижной фазе, и селективные, реагирующие на присутствие в подвижной фазе определенной группы веществ со сходными химическими характеристиками. К универсальным относятся пламенно-ионизационный, атомно-эмиссионный, масс-спектрометрический детекторы и инфракрасная спектрометрия. Селективными детекторами, используемыми в анализе воды, являются электронно-захватный (селективен к веществам, содержащим атомы галогенов), термоионный (селективен к азот- и фосфорсодержащим соединениям), фотоионизационный (селективен к ароматическим углеводородам), детектор по электролитической проводимости (селективен к соединениям, содержащим атомы галогенов, серы и азота). Минимально детектируемые количества веществ - от нанограммов до пикограммов в секунду. ***Высокоэффективная жидкостная хроматография*** (ВЭЖХ) является идеальным методом для определения большого числа термически неустойчивых соединений, которые не могут быть проанализированы с помощью газовой хроматографии. Объектами анализа методом жидкостной хроматографии в настоящее время часто становятся нелетучие вещества. Высокоэффективная жидкостная хроматография имеет блестящие перспективы в плане автоматизации пробоподготовки. Колонки для ВЭЖХ, которые чаще всего используют в анализах, имеют длину 25 см и внутренний диаметр 4,6 мм, заполняются они сферическими частицами силикагеля размером 5-10 мкм с привитыми октадецильными группами. В последние годы появились колонки с меньшим внутренним диаметром, заполненными частицами меньшего размера. Использование таких колонок приводит к уменьшению расхода растворителей и продолжительности анализа, увеличению чувствительности и эффективности разделения, а также облегчает проблему подключения колонок к спектральным детекторам. Колонки с внутренним диаметром 3,1 мм снабжают предохранительным картриджем (форколонкой) для увеличения срока службы и улучшения воспроизводимости анализов. В качестве детекторов в современных приборах для ВЭЖХ используются обычно УФ-детектор на диодной матрице, флуоресцентный и электрохимический.
* электроаналитические методы (вольтамперометрия, ионометрия и другие). Электроаналитические методы, которые обычно применяют в анализе воды для определения неорганических компонентов, часто уступают по чувствительности методам газовой и жидкостной хроматографии, атомно-адсорбционной спектрометрии. Однако здесь используется более дешевая аппаратура, иногда даже в полевых условиях. Основными электроаналитическими методами, применяемыми в анализе воды, являются ***вольтамперометрия****,* ***потенциометрия и кондуктометрия*** . Наиболее эффективными вольтамперометрическими методами являются дифференциальная импульсная полярография (ДИП) и инверсионный электрохимический анализ (ИЭА). Сочетание этих двух методов позволяет проводить определение с очень высокой чувствительностью - приблизительно 10-9 моль/л, аппаратурное оформление при этом несложно, что дает возможность делать анализы в полевых условиях. На принципе использования метода ИЭА или сочетания ИЭА с ДИП работают полностью автоматизированные станции определения. Методы ДИП и ИЭА в прямом варианте, а также в сочетании друг с другом используют для анализа загрязненности воды ионами тяжелых металлов, различными органическими веществами. При этом часто способы пробоподготовки являются гораздо более простыми, чем в спектрометрии или газовой хроматографии. Преимуществом метода ИЭА является (в отличие от других методов, например, атомно-адсорбционной спектрометрии) также способность “отличать” свободные ионы от их связанных химических форм, что важно и для оценки физико-химических свойств анализируемых веществ, и с точки зрения биологического контроля (например, при оценке токсичности вод). Время проведения анализа иногда сокращается до нескольких секунд за счет повышения скорости развертки поляризующего напряжения. ***Потенциометрия*** с применением различных ионоселективных электродов используется в анализе воды для определения большого числа неорганических катионов и анионов. Концентрации, которые удается определить таким способом, 100 -10-7 моль/л. Контроль с помощью ионоселективных электродов отличается простотой, экспрессностью и возможностью проведения непрерывных измерений. В настоящее время созданы ионоселективные электроды, чувствительные к некоторым органическим веществам (например, алкалоидам), поверхностно-активным веществами и моющим веществам (детергентам). В анализе воды используются компактные анализаторы типа зондов с применением современных ионоселективных электродов. При этом в ручке зонда смонтирована схема, обрабатывающая отклик, и дисплей. ***Кондуктометрия*** используется в работе анализаторов детергентов в сточных водах, при определении концентраций синтетических удобрений в оросительных системах, при оценке качества питьевой воды. В дополнение к прямой кондуктометрии для определения некоторых видов загрязнителей могут быть использованы косвенные методы, в которых определяемые вещества взаимодействуют перед измерением со специально подобранными реагентами и регистрируемое изменение электропроводности вызывается только присутствием соответствующих продуктов реакции. Кроме классических вариантов кондуктометрии применяют и ее высокочастотный вариант (осциллометрию), в котором индикаторная электродная система реализуется в кондуктометрических анализаторах непрерывного действия.

Ни один из перечисленных методов не является универсальным.

Для твердофазных объектов применимы также:

Исследования в рентгеновской кристаллографии делятся на два типа: порошковая и монокристалльная рентгенография. Исследование монокристаллов используется в основном для определения симметрии и пространственного расположения атомов в кристаллической структуре.

Порошковый метод рентгенографии

При порошковой рентгенографии образец растирается до очень тонкого порошка, чтобы были зерна всех возможных ориентаций. Для этого же пластинку с порошком постоянно вращают во время облучения. Многие современные лаборатории обеспечены компьютиризированными рентгеновскими дифрактометрами, на которых записывают дифрактограммы. Преимущество данного метода заключается в скорости и простоте выполнения анализов.

Монокристалльный метод рентгенографии

Этот метод используется для исследования размеров и симметрии элементарной ячейки и выявления структуры твердофазных объектов. С его помощью можно определить положения всех атомов в элементарной ячейке. При исследовании используется отдельный кристалл или его фрагмент (обычный размер < 0,5 мм). При этом методе можно фотографировать кристалл, подвергнутый рентгеновскому облучению.

Самая ранняя разновидность такого метода – метод Лауэ.

* Наиболее широкое применение в настоящее время получили методы анализа твердофазных объектов, основанные на испускании атомами характеристического рентгеновского излучения. Рассмотрим два основных метода: электронно-зондовый (микрзондовый) и рентгено-флуоресцентный микроанализ (РФА) минералов. Ни один из этих методов не может определить содержание легких элементов (лития, водорода и бериллия), поэтому для определения состава этих элементов применяют другие аналитические методы.

До промышленного выпуска электронного зонда провести полный анализ химического состава твердофазных объектов было трудоемко, требовалось довольно значительное количество материала (не менее 0,1 г), его чистота. Весь материал использовался при анализе. Методы мокрой химии, хотя и являются очень точными, если выполняются опытным аналитиком, весьма трудоемки и позволяют получить лишь средний состав, без учета неоднородностей образца, его зональности. В настоящее время эти проблемы успешно решены из-за развития таких методов как электронно-зондовый и рентгено-флуоресцентный микроанализы.

Рентгеновский флуоресцентный анализ

* В электронном зонде может возникнуть вторичная рентгеновская флуоресценция, когда квант рентгеновского излучения поглощается другим атомом, ионизируя этот атом, заставляя его самого испускать характеристические рентгеновские лучи. При рентгеновском флуоресцентном анализе (РФА) образец облучается пучком рентгеновских лучей. РФА-спектрометр похож на электронно-зондовый микроанализатор. Как и при использовании электронно-зондового микроанализатора, рентгеновские лучи, поступившие от образца, сравниваются с рентгеновскими лучами, исходящими от стандартов известного состава, и измеряются в тех же самих экспериментальных условиях. Принципиальным отличием этого метода является то, что источником ионизирующего излучения здесь служит рентгеновская трубка, а не электронная пушка, а поскольку рентгеновские лучи не могут фокусироваться магнитными линзами, то для образования узкого пучка применяется коллиматор. Это устройство состоит из ряда близко расположенных металлических пластин, которые и формируют узкий пучок.

Набор элементов, которые можно анализировать при помощи РФА-спектрометра такой же как и для электронного зонда. Однако точность этого метода сравнительно невысока, что не позволяет использовать этот метод для определения химического состава минералов, и рассматриваемый метод применяют главным образом для валового анализа пород и руд.

* Особо можно выделить методы исследования структуры металлов и сплавов:
* *а.Макроскопический анализ.*
* *б.Микроскопический анализ.*

*в.Рентгеноструктурный анализ и рентгеновская дефектоскопия*

Строение металлов и сплавов, видимое невооружённым глазом или при небольших увеличениях с помощью лупы (до 30 раз), называется макроструктурой. Макроструктура изучается путём макроанализа.

Так как металлы - вещества непрозрачные, то их строение изучают в изломе или специально приготовленных образцах - макрошлифах. Образец вырезают из определённого места, в определённой плоскости в зависимости от того, что подвергают исследованию - литьё, поковку, штамповку, прокат, сварную или термически обработанную деталь - и что требуется выявить и изучить - первичную кристаллизацию, дефекты, нарушающие сплошность металла, неоднородность структуры. Поэтому образцы вырезают из одного или нескольких мест слитка, заготовки или детали как в продольном, так и в поперечном направлениях. Поверхность образца (темплета) выравнивают на наждачном круге, затем шлифуют. После шлифования темплет травят в специальных реактивах, которые по-разному растворяют структурные составляющие и растравливают дефекты.

Макроанализ шлифов выявляет различные пороки в слитках и отливках (усадочные раковины, газовые пузыри, трещины…); вид излома (вязкий, хрупкий); величину, форму и расположение зерен и дендритов литого металла; дефекты, нарушающие сплошность металла (усадочную пористость, газовые пузыри, раковины, трещины); химическую неоднородность металла, вызванную процессами кристаллизации или созданную термической и химико-термической обработкой; расположение волокон в кованных и штампованных заготовках; трещины, возникающие при обработке давлением или термической обработке, дефекты в сварных швах.

б.Микроскопический анализ.

Более тонким методом исследования структуры и пороков металлов является микроанализ, т. е. изучение структуры металлов при больших увеличениях с помощью металлографического микроскопа. Микроструктурный анализ – изучение поверхности при помощи световых микроскопов. Увеличение – 50…2000 раз. Позволяет обнаружить элементы структуры размером до 0,2 мкм.

Электронная микроскопия

Металлографический микроскоп рассматривает металл в отражённом свете, чем и отличается от биологического микроскопа, где предмет рассматривается в проходящем свете. Значительно большее увеличение можно получить при помощи электронного микроскопа, в котором лучи света заменены потоком электронов (увеличение достигается при этом до 100 000 раз).

Прямое исследование в электронном микроскопе

Ряд объектов исследования структуры металлов можно рассматривать непосредственно в электронном микроскопе. Это тонкие (~ 0,1 мкм) металлические (главным образом конденсированные из паров) и окисленные пленки, частицы осадков, выделенных для фазового анализа, металлургические дымы, частицы порошков для порошковой металлургии и т. д. Дисперсные порошковые объекты наносят или непосредственно на медные или никелевые сеточки (150–300 меш) или на тонкие плоские пленки-подкладки, укрепленные на таких же сеточках.

Для того чтобы иметь возможность рассматривать отдельные частицы, применяют различные способы диспергирования. Для этого используют устройства, действующие по принципу пульверизатора, ультразвуковое облучение суспензии, перенос суспензии из жидкости с малым поверхностным натяжением в жидкость с большим поверх­ностным натяжением. Такое диспергирование в особенности необходимо при изучении частиц карбидных и интерметаллидных осадков, выделенных электролитически из сплава и легко слипающихся одна с другой.

Пленки-подкладки изготовляют любым из описанных ниже способов, используя для получения ровной поверхности тщательно отполированную поверхность стекла, металла, полистирола и т. д. или даже поверхность воды (для лаковой пленки).

Если пленка-подкладка бесструктурна, т. е. не дает собственной отчетливой дифракционной картины на электронограмме или очень тонка и поэтому в очень малой степени рассеивает электроны, то можно легко проводить прямой фазовый электронографический анализ карбидных, интерметаллидных и других частиц, помещенных на такой подкладке. Для успеха анализа необходимо лишь получить определенное, минимальное количество частиц.

Просвечивающие микроскопы. Поток электронов проходит через изучаемый объект. Изображение является результатом неодинакового рассеяния электронов на объекте. Различают косвенные и прямые методы исследования.

При косвенном методе изучают не сам объект, а его отпечаток – кварцевый или угольный слепок (реплику), отображающую рельеф микрошлифа, для предупреждения вторичного излучения, искажающего картину.

При прямом методе изучают тонкие металлические фольги, толщиной до 300 нм, на просвет. Фольги получают непосредственно из изучаемого металла.

*Растровые микроскопы.* Изображение создается за счет вторичной эмиссии электронов, излучаемых поверхностью, на которую падает непрерывно перемещающийся по этой поверхности поток первичных электронов. Изучается непосредственно поверхность металла. Разрешающая способность несколько ниже, чем у просвечивающих микроскопов.

Для изучении микроструктуры также приготавливаются шлифы -- микрошлифы, но после шлифования дополнительно производится полирование до зеркального блеска, затем производят травление шлифа.

Микроанализ позволяет выявить:

* величину, форму и расположение зёрен,
* отдельные структурные составляющие сплава, на основании которых можно определить химический состав отожженных углеродистых сталей,
* качество тепловой обработки, например, глубину проникновения закалки,
* такие дефекты, как пережог, обезуглероживание, наличие неметаллических включений.

*в. Физические методы исследования.*

Термический анализ основан на явлении теплового эффекта.

Фазовые превращения в сплавах сопровождаются тепловым эффектом в результате на кривых охлаждения сплавов при температурах фазовых превращений наблюдаются точки перегиба или температурные остановки.

Данный метод позволяет определить критические точки.

*Дилатометрический метод.*

При нагреве металлов и сплавов происходит изменение объема и линейных размеров – тепловое расширение. Если изменения обусловлены только увеличением энергии колебаний атомов, то при охлаждении размеры восстанавливаются.

При фазовых превращениях изменения размеров – необратимы.

Метод позволяет определить критические точки сплавов, температурные интервалы существования фаз, а также изучать процессы распада твердых растворов.

*Магнитный анализ. Используется для исследования процессов,* связанных с переходом из паромагнитного состояния в ферромагнитное (или наоборот), причем возможна количественная оценка этих процессов

*г.Рентгеноструктурный анализ и рентгеновская дефектоскопия.*

Рентгеновские лучи имеют ту же природу, что и световые лучи, т. е. представляют собой электромагнитные колебания, но длина их волн другая: световых лучей от 7,5 х10-5 до 4 х10-5 см, рентгеновских -- от 2 х10-7 до 10-9 см.

Рентгеновские лучи получаются в рентгеновских трубках в результате торможения электронов при их столкновении с поверхностью какого-либо металла. При этом кинетическая энергия электронов превращается в энергию рентгеновских лучей.

Рентгеноструктурный анализ основан на способности атомов в кристаллической решётке отражать рентгеновские лучи. Отражённые лучи оставляют на фотопластинке (рентгенограмме) группу пятен или колец. По характеру расположения этих колец (пятен) определяют тип кристаллической решётки, а также расстояние между атомами (положительными ионами) в решётке.

Рентгеновское просвечивание основано на способности рентгеновских лучей проникать в глубь тела. Благодаря этому можно, не разрезая металлических изделий, увидеть на рентгеновском снимке различные внутренние дефекты металла: трещины, усадочные раковины, пороки сварки… .

Методы регистрации пороков в материале основаны на том, что рентгеновские лучи, проходя через металл, частично поглощаются. При этом менее плотные части металлического изделия (участки с пороками) поглощают лучи слабее, чем плотные (сплошной металл). Это приводит к тому, что на рентгеновском снимке участки с пороками будут иметь тёмные или светлые пятна на фоне сплошного металла.

Современные рентгеновские аппараты позволяют просвечивать стальные изделия на глубину до 60 – 100 мм.

Для выявления дефектов в металлических изделиях большой толщины начали применять гамма-лучи. Природа гамма-лучей аналогична рентгеновским, но длина волны их меньше. Благодаря большой проникающей способности гамма-лучей ими можно просвечивать стальные детали толщиной до 300 мм.

Анализаторы (спектрометры) — измерительное оборудование для анализа химического состава металлов и сплавов. Спектрометры обеспечивают точное определение процентного содержания элементов (значения по ppm) при проведении идентификации и сортировки сплавов. Рентгено-флуоресцентные анализаторы металлов и сплавов — оптимальный инструмент для анализа химического состава сплавов. Выпускаются два вида приборов: стационарные и портативные. Менее 10 секунд и результат на экране прибора. Специализированное ПО предоставляет визуализацию данных в удобной для оператора форме и позволяет производить постобработку полученных данных при помощи функций статистики и документирования.

Для проведения экспресс-анализа состава выпускается серия портативных рентгено-флуоресцентных анализаторов металлов и сплавов. Сюда относится и новая модель на основе кремниевого дрейфового детектора (SDD). Ключевые преимущества данных анализаторов металлов и сплавов: компактное (ручное) исполнение, быстрая (1–5 с) идентификация марки материала «на лету», обширная библиотека марок, анализ легких элементов, удобная процедура сортировки различных сплавов, различные применения для контроля наличия тяжелых металлов (безопасность, проверка на директиву RoHS).

Рентгенофлуоресцентный анализ – это один из лучших аналитических методов для элементного анализа самых различных проб – твердых веществ, жидкостей и порошков. Портативные экспресс анализаторы металла с возможностями лабораторного СПЕКТРОМЕТРА. Механические свойства твердых тел определяются их химическим составом. Определенные химические элементы оказывают как положительное, так и отрицательное воздействие на свойства материалов. Следовательно, контроль содержаний этих элементов позволяет постоянно поддерживать и улучшать качество продукции. Быстрые и точные методы элементарного анализа и контроля содержаний химических элементов, как на этапе заготовительных операций, так и при окончательном контроле готовой продукции успешно реализованы на современном аналитическом оборудовании компании INNOVX systems.

***Оптико-эмиссионный спектрометрДФС-500 – компактный надежный*** *современный прибор для анализа металлов и сплавов. Это прибор нового поколения* спектрометров серии ДФС, широко распространенных в России и СНГ, сочетающий лучшие качества своих предшественников с самыми современными техническими решениями.



ДФС-500 предназначен для анализа как черных, так и цветных металлов на все легирующие элементы и примеси, включая серу, фосфор, углерод.

Современная конструкция в сочетании с применением надежных и проверенных компонентов обеспечивает выполнение норм точности и диапазонов измерения концентраций элементов в соответствии с требованиями ГОСТ и других нормативных документов. Вот почему ДФС-500 – отличное решение для металлургического, литейного и машиностроительного производства.

Спектрометр ДФС-500 успешно прошел Государственные испытания и внесен в Государственные реестры средств измерений России, Украины, Беларуси, Казахстана, Узбекистана.

Для удобства заказчиков спектрометр выпускается в двух исполнениях – напольном (фото справа) и настольном (фото слева).

Сегодня более 150 спектрометров ДФС-500 успешно эксплуатируется на предприятиях России, ближнего и дальнего зарубежья. Спектрометры поставляются полностью отградуированными под аналитические задачи заказчика. За годы выпуска этих спектрометров нами накоплен опыт анализа самых разных металлов и сплавов ([примеры](http://www.okb-spectr.ru/products/es/dfs500analysis)).

Оптическая система построена по схеме Пашена-Рунге с диаметром круга Роланда 0.5 м. Для обеспечения пространственной стабильности спектра все оптические элементы установлены на единой платформе, имеющей хорошую теплопроводность.

В качестве приемников излучения используются линейные CCD детекторы. Оригинальная конструкция установки детекторов без мертвых зон позволяет регистрировать весь спектр целиком во всем диапазоне работы прибора. Регистрация всего спектра, а не отдельных линий, как в случае использования фотоумножителей, открывает практически неограниченные возможности по анализу сплавов самых разных типов на одном приборе. Для решения задач, требующих коротковолнового ультрафиолета, полихроматор продувается аргоном или азотом. Расход газа составляет 0.05 л/мин., что существенно меньше расхода на продувку штатива. По сравнению с вакуумной, продувная конструкция более легкая и дешевая, она проще и надежнее в эксплуатации при этом обеспечивает такие же спектроскопические возможности прибора.

### Штатив

Конструкция столика оптимизирована для уменьшения расхода аргона. Отсутствие верхнего кожуха и удобный механизм прижима позволяют анализировать образцы разной формы. Для тонких стержней и проволоки существуют специальные адаптеры. Процедура чистки разрядной камеры очень проста и не требует разборки с использованием инструмента. Замкнутая система водяного охлаждения устраняет влияние разогрева столика на результаты анализа.

### Источник возбуждения спектра

Компактный, высокостабильный генератор СПАРК-500 с цифровым управлением обеспечивает низковольтный искровой разряд управляемой формы в атмосфере аргона. Амплитуда и форма тока в разряде, а также частота и длительность следования разрядных импульсов могут регулироваться в большом диапазоне. Благодаря этому источник обеспечивает анализ самых разнообразных металлов и сплавов.

Управление всеми параметрами генератора от компьютера обеспечивает:

* выбор оптимальных параметров разрядного контура и частоты импульсов;
* переключение режимов разряда в ходе одной экспозиции, возможно использование до 5 различных режимов, включая обжиг, в течение одного анализа;
* дополнительное обострение переднего фронта разрядного импульса;
* автоматическое задание параметров генератора при выборе аналитической программы.

Все это повышает точность анализа и расширяет аналитические возможности спектрометра.

### Система регистрации

Система регистрации обеспечивает управление узлами спектрометра, его тестирование, измерение и обработку аналитических сигналов. Использование самой современной элементной базы позволило уменьшить габариты и снизить энергопотребление. Благодаря высокоскоростному USB интерфейсу весь зарегистрированный спектр (около 40000 значений) передается в компьютер практически мгновенно.

### Программное обеспечение

Спектрометр работает под управлением IBM-совместимого компьютера. Простая и удобная программа [WinCCD](http://www.okb-spectr.ru/products/es/winccd) позволяет легко управлять прибором, проводить его градуировку и получать результаты измерений без специальной начальной подготовки. Кроме того, в программе предусмотрено множество средств для работы со спектрами, а также средства получения и обработки аналитических результатов, развитые ранее в программе WinQuant.

***Косвенное исследование структуры металлов с помощью слепков (реплик)***

В большинстве случаев металлографический образец «непрозрачен» для электронов. Поэтому с помощью электронного микроскопа просвечивающего типа невозможно изучать его структуру непосредственно и приходится прибегать к косвенному методу исследования.

Косвенное изучение структуры проводится с помощью пленок-слепков толщиной порядка 10–100нм, воспроизводящих рельеф поверхности протравленного шлифа. Во многих случаях этим способом можно получать сведения о тонкой структуре образца с такой же надежностью, как о более грубой структуре при обычном исследовании с помощью светового микроскопа. Отличия методов расшифровки электронного изображения от видимого в обычном оптическом микроскопе связаны с бесцветностью электронного изображения и большой глуби­ной резкости электронной оптики, которая позволяет получать стереоскопические изображения и с их помощью определять и измерять выступы и впадины рельефа. Теневые эффекты на правильно ограненных изолированных фигурах травления (всегда углубления) также дают возможность путем сопоставления теней отличать выступы от впадин в рельефе и на обычном изображении. Если же производится искусственное оттенение рельефа для увеличения контрастности изображения, то можно не только отличить выступы, но и измерить их возвышение относительно соседних участков рельефа. Лаковые слепки, кроме того, всегда толще во впадинах и тоньше на выступах рельефа.

Правильной трактовке изображения рельефа иногда может существенно помочь прицельная монтировка слепка на объект-диафрагму, позволяющая рассматривать одно и тоже место шлифа под световым и электронным микроскопами.

Наконец, очень ценные и, главное, прямые данные о фазовом составе и состоянии гребней рельефа на поверхности протравленного шлифа дает электронно-дифракционная съемка «на отражение» (точнее — на просвет тонких выступов) при очень малых (≤ 1 *град.*) углах падения электронного пучка.

В зависимости от сложности структуры нужно использовать в той или иной степени все возможности для получения объективных данных о происхождении тех или иных деталей рельефа, передаваемых слепком.

Применяется ряд способов получения слепков.

***Методы получения слепков***

*Метод конденсации из паров*. На поверхности исследуемого шлифа конденсируют тонкий слой определенного вещества из его паров. Эта операция производится в вакуумной установке (рис. 2.3), имеющей под съемным колпаком устройство для крепления образцов и испаритель — коническую спираль из вольфрамовой проволоки диаметром 0,3–0,5 мм, включенную в цепь понижающего трансформатора на 200–400 Вт при 25 А.

В качестве веществ для образования пленки применяют кварц, закись кремния, алюминий, титан, сплав алюминия с бериллием (60 %), углерод и др. Несколько миллиграммов выбранного материала помещают в испаритель и по достижении вакуума 0,013 Па в испаритель включают ток (от 10 до 25 А). При правильно изготовленном испарителе (плотно расположенные витки спирали для испарения кварца, растянутые витки для испарения металлов) операция испарения продолжается не более 20 с. Чтобы обеспечить испарение углерода, обычно накаливают графитовые стержни или пластинки в такой же установке. Угольную пленку получают также при разложении паров органических веществ (например, бензола) в газовом разряде.

Полученный слепок отделяют от образца или механически (с помощью желатины, коллодия или клейкой ленты) или электрохимически.

Чаще пленку отделяют механически с помощью желатины, что не всегда правильно, т. к. при этом возможны, а иногда и неизбежны деформации пленки. Несколько капель 10–20%-ного водного раствора желатины, подогретого до 60 °С, наносят на поверхность шлифа, покрытую пленкой. Высыхая, желатина отделяется от образца вместе с пленкой. Затем желатину растворяют в воде, подогретой до 60–80 °С, в которой слепок не растворяется. Преимуществом механического отделения слепка является полная сохранность шлифа.

Химическое или электрохимическое отделение слепка заключается в растворении поверхностного слоя образца под пленкой, разрезанной острым лезвием на квадратики. При этом не должны образовываться нерастворимые продукты травления, которые могут загрязнить слепок, и не должен разрушаться сам слепок. Преимуществоми этого способа отделения слепка являются малые деформации слепка и быстрота и простота операций отделения его. Недостаток способа — необходимость для повторного снятия слепка с того же образца проводить заново полирование и травление.

После тщательной промывки квадратики пленки вылавливают на сеточки (сторона ячейки 0,05–0,15 мм) и высушивают.

Последняя промывная жидкость должна иметь минимальное поверхностное натяжение, поэтому для промывки лучше всего применять спирт.

*Лаковый метод*. На поверхность образца наносят каплю очищенного 1 %-ного раствора коллодия в амилацетате. С вертикально поставленного шлифа снимают излишек раствора. После высыхания раствора остается тонкая пленка, отделяемая от образца описанными выше способами (чаще пользуются механическим отделением с помощью желатины). Поскольку лаковая пленка дает очень слабую контрастность изображения рельефа, применяют оттенение рельефа, напыляя на пленку в вакууме под углом к ее поверхности тонкий слой тяжелого металла (чаще пользуются хромом или марганцем). Тонкая лаковая пленка очень слабо рассеивает электроны, и контрастное изображение такой пленки, оттененной тяжелым металлом, является, по существу, изображением только металлического слоя (рис. 2.4 и 2.5).

*Оксидный метод* применяется при исследовании алюминия, никеля, меди и их сплавов, нержавеющих сталей и некоторых других сплавов, но хорошие результаты дает лишь при исследовании алюминия. Протравленный шлиф окисляется электролитически (алюминий, медь) или химически (никель, нержавеющая сталь — в расплавленной смеси натриевой и калиевой селитры). Оксидная пленка, запечатлевшая рельеф поверхности образца, отделяется от него в насыщенном растворе сулемы (образцы алюминия) или в 2–8 %-ном растворе брома в метиловом спирте (образцы никеля, нержавеющей стали, сплавов ални и т. д.).

*Методы позитивных слепков.* Вначале приготовляют негативный отпечаток исследуемого рельефа на пластичном материале. Хорошие отпечатки получаются на полистироле при давлении до 25 МПа и нагреве до 160 °С, на метилметакрилате при его полимеризации на алюминии при давлении до 5 МПа и т. д.

На оттиске, отделенном от образца, как правило, механически образуют пленку — позитивный слепок: на полистироле и метилметакрилате — кварцевый или металлический, на алюминии — оксидный и т. д. Рациональный подбор материалов для негативного и позитивного слепков позволяет очень точно воспроизводить оригинальный рельеф с помощью пленок, дающих резкое и контрастное изображение (рис. 2.6). Однако механическое отделение негативного оттиска от образца может приводить к повреждению оттиска (рис. 2.7 и 2.8). Опыт работы показывает, что особенно нежелательно применять методику снятия позитивных слепков при изучении пластинчатых или игольчатых структур. Отображение следов деформации негативного оттиска на позитивном слепке может привести к ошибкам при толковании электронных изображений.

Поэтому следует по возможности избегать двухступенчатых слепков, хорошо копирующих рельеф негативного отпечатка, но далеко не всегда — образца.

***Полупрямое исследование двухфазных сплавов***

Полупрямое исследование дисперсной структуры двухфазных (и более сложных) сплавов проводится с помощью слепков, в которых фикси­руются подлинные частицы второй фазы. При этом основная фаза сплава изучается косвенно — по ее рельефу, переданному слепком, а вторая фаза — непосредственно по форме, размерам и расположению ее частиц и их атомнокристаллической структуре, определяемой электроногра­фически на том же препарате.

Возможность электронографического фазового анализа, повышенная контрастность и разрешение деталей структуры, надежность и легкость интерпретации изображения, возможность различать неоднородности твердого раствора и выделения второй фазы и, наконец, возможность более точно, чем с помощью слепков, определять их размеры и форму — таковы преимущества полупрямого метода исследования структуры по сравнению с косвенным.

При использовании этого метода является необходимым подбор такого способа электролитического растворения образца, при котором дисперсная фаза, интересующая исследователя, полно­стью пассивируется и поэтому не разрушается.

*Приготовление препарата*. Образец кратковременно протравливают по режиму, применяемому для количественного разделения фаз данного сплава. Кристаллическая решетка и химический состав получаемого при этом разделении осадка должны предварительно проверяться методами рентгеновского или электронографического анализа. При этом частицы второй фазы, не растворимые в данных условиях травления, образуют выступы на поверхности шлифа (частицы, которые за время травления успели потерять связь с металлом, смыва­ются при последующей промывке образца).

На промытый и высушенный шлиф тем или иным способом наносят пленку. Частицы, выступавшие над поверхностью шлифа, обволакиваются пленкой по всей свободной поверхности.

Затем образец с насеченной на квадратики пленкой вновь протравливают по тому же режиму, обеспечивающему растворение основной фазы и пассивацию частиц второй фазы.

Квадратики пленки вместе с частицами второй фазы, фиксированными в их исходном взаимном расположении, постепенно отслаиваются от образца.

Промывать препарат от «лишних» частиц, прилипших к пленке за время ее отделения от образца, лучше многократным переносом препарата из спирта в воду, а вылавливание на сеточки — из смеси изоамилового и этилового спиртов.

Следует отметить, что при исследовании структуры алюминиевых сплавов с помощью оксидных слепков в последних иногда остаются частицы второй фазы, не растворяющиеся в сулеме. Такой слепок отличается от описанного выше с намеренно фиксированными в слепке частицами лишь тем, что предварительное травление шлифа вообще не производится (изучается поверхность образца после электролитической полировки) или выполняется травителем, который может воздействовать на присутствующие фазы. Это приводит большей частью к тому, что кристаллики второй фазы, удерживаемые в препарате, представляются как бы срезанными плоскостью шлифа.

Недостатком метода полупрямого исследования можно считать ограниченность его применения дисперсными структурами: максимальный размер частиц, удерживаемых пленкой (толщиной в 20 нм), составляет несколько микрометров, что, впрочем, во многих случаях вполне достаточно.

В соответствии с договором (контрактом) испытательные ла­боратории должны самостоятельно владеть необходимыми реактивами и расходными материалами, методическим обеспечение6м и оборудованием, проводить испытания самостоятельно. Однако в исключительных случаях испытательная лаборатория мо­жет передать какую-то часть испытаний на условиях субподряда другой аналогичной лаборатории, отвечающей настоящим требованиям. При этом испытательная лаборатория должна быть уверена в том, что ее субподрядчик удовлетворяет критериям компетентности, которые установлены для испытательных лабораторий, Испытательная лаборатория обязана уведомить заказчика о своем намерении поручить часть испытаний другой лаборатории. Субподрядчик должен быть одобрен заказчиком. Испытательная лаборатория регистрирует и хранит документацию, подтвержда­ющую компетентность и соответствие субподрядчиков предъяв­ляемым требованиям, а также ведет регистрацию всех работ, выполняемых на условиях субподряда.

Тесты

1. Погрешность в процессе измерения одной и той же физической величины остается постоянной или изменяется по определенному закону при одинаковых условиях измерения, т.е. не меняются внешние условия измерения (температура, давление, влажность, уровень вибраций и др.), оператор, класс точности измерительного прибора, цена деления измерительного прибора:
2. Временная
3. Случайная
4. Систематическая
5. Разовая
6. Единицы физических величин различают:
7. основные
8. производные
9. основные и производные
10. комплексные
11. Средство измерений
12. это техническое средство или комплекс средств, предназначенное для пробоподготовки
13. это техническое средство или комплекс средств, предназначенное для нормированния метрологических характеристик
14. средство измерения или комплекс средств, предназначенное для получения значений прогнозируемой физической величины в заданных пределах
15. это техническое средство или комплекс средств, предназначенное для измерений
16. Чувствительность
17. это способность средства измерения реагировать на прогнозные значения физической величины
18. это способность средства измерения реагировать на изменения измеряемой величины
19. это усилие, возникающее в зоне контакта измерительного наконечника прибора с измеряемой поверхностью
20. это разность величин, соответствующих двум соседним отметкам шкалы
21. Виды поверок средств измерения
22. первичная, управляемая, внеочередная, инспекционная, экспертная поверка
23. первичная, периодическая, инспекционная, экспертная поверка
24. первичная, периодическая, внеочередная, инспекционная, экспертная поверка
25. первичная, управляемая, компенсаторная, инспекционная, экспертная поверка
26. Продукцией называется:
27. результаты непроизводственной деятельности человека, которые не имеют материальную ценность и не предназначены для удовлетворения его потребностей
28. результаты производственной деятельности человека, которые имеют материальную ценность и предназначены для удовлетворения его потребностей
29. результаты непроизводственной деятельности человека, которые получены при её осуществлении органами государственной метрологической службы
30. результаты производственной деятельности человека, которые получены при проведении комплекса операций осуществляемых с целью определения и подтверждения действительных характеристик
31. Показатели стандартизации и унификации характеризуют
32. степень использования в данном изделии стандартизованных и унифицированных физических величин
33. степень использования в данном изделии стандартизованных и унифицированных деталей
34. степень использования в данном изделии стандартизованных и унифицированных действительных характеристик
35. степень использования в данном изделии значений прогнозируемой физической величины в заданных пределах
36. Показатели качества определяют
37. тремя методами: – измерительный, инструментальный и экспертный
38. двумя методами: – инструментальный и экспертный
39. одним методом – экспертный
40. двумя методами: – нахождения тождества (сличение) и экспертный
41. Экспертный метод делится на:
42. три подхода: физико-химический, одорологический и социологический
43. два подхода: органолептический и социологический
44. два подхода: одорологический и социологический
45. три подхода: физико-химический, одорологический и экологический
46. Базовый показатель качества
47. показатель качества продукции, который принят за конечный показатель
48. физическая характеристика качества продукции, которая характеризует за равновесный показатель
49. показатель качества продукции, который принят за исходный показатель
50. физическая характеристика качества продукции, которая характеризует за равнозначный показатель
51. Уровень качества однородной продукции может быть определен:
52. тремя различными методами: интегральный, комплексный и смешанный
53. двумя различными методами: дифференциальный и экспертный
54. тремя различными методами: интегральный, комплексный и экспертный
55. тремя различными методами: дифференциальный, комплексный и смешанный
56. Система качества
57. способ организации производства, который позволяет интегрировать потребителю качество продукции, подразумевающую его требования
58. способ организации хозяйства, который позволяет поставлять производителю продукцию, отвечающую его потребностям
59. способ организации производства, который позволяет поставлять потребителю продукцию, отвечающую его требованиям
60. способ организации хозяйства, который позволяет поставлять потребителю продукцию, не отвечающую его все возрастающим потребностям
61. Термин система качества означает
62. совокупность экономической структуры, производственных методик и процессов необходимых для общего процесса хозяйствования и управления качеством на всех этапах его формирования
63. совокупность вне организационной структуры, методик, процессов имеющихся для управления качеством на всех этапах его формирования
64. совокупность производственной структуры, методик, процессов управяемых для общего руководства качеством
65. совокупность организационной структуры, методик, процессов необходимых для общего руководства качеством на всех этапах его формирования
66. Основными средствами и методами обеспечения качества продукции на сегодняшний день является
67. вне системное управление качеством, как способ создания потребляемой продукции
68. систематическое руководство качеством, как способ создания потребляемой продукции
69. системное управление качеством, как способ создания конкурентоспособной продукции
70. систематическое руководство качеством, как способ создания внеконкурсной продукции
71. Испытательная лаборатория должна иметь:
72. организационно-методическую структуру, научного руководителя, руководство по качеству
73. организационную структуру, стороннего руководителя, документированное положение по приемке продукции
74. организационную структуру, технического руководителя, документированное положение
75. организационно-методическую структуру, научного руководителя, документированное положение по приемке продукции
76. Ответственность руководства за обеспечение качества заключается в:
77. формировании экономики в области качества, прогнозирования мероприятий по ее реализации
78. формировании политики в области качества, пла­нировании мероприятий по ее реализации
79. проведении политики в области качества, встраивании мероприятий по реализации продукции лаборатории
80. проведении экономики в области качества, построении прогнозных моделей мероприятий по ее реализации
81. Автоматический газоанализатор представляет собой:
82. прибор, в котором отбор проб и пробоподготовка воздуха, определение количества контролируемого компонента, выдача и запись результатов анализа проводится в ручном режиме по заданной программе
83. прибор, в котором отбор проб и пробоподготовка воздуха, запись результатов пробоподготовки проводится автоматически по пролонгированной программе с участием оператора
84. прибор, в котором отбор проб воздуха, определение качества контролируемого компонента, выдача и запись результатов анализа проводится автоматически по заданной программе
85. прибор, в котором отбор проб воздуха, определение количества контролируемого компонента, выдача и запись результатов анализа проводится автоматически по заданной программе без участия оператора
86. Для концентрирования пробы и разделения ее на фракции могут применяются основные методы, такие как:
87. испарение, выгонка, дистилляция, вымораживание, соосаждение, экстракция, хроматография
88. испарение, выгонка, остекленение и соосаждение, реэкстракция, ресорбция
89. выпаривание, отгонка, дистилляция, вымораживание, осаждение и соосаждение, экстракция, сорбция, хроматография
90. спектроскопия, спектрометрия, комбинационное рассеяние, хроматография
91. Основными электроаналитическими методами, применяемыми в анализе воды, являются:
92. вольтамперометрия, масс-спектрометрия и кондуктометрия
93. амперометрия, потенциометрия и кулонометрия
94. хроматография, спектрометрия и кондуктометрия
95. вольтамперометрия, потенциометрия и кондуктометрия
96. Различают два основных вида проб:
97. простую и компенсаторную
98. разнородную и смешанную
99. испытательную и смешанную
100. простую и смешанную

Литература

1. Причард, Э. Контроль качества в аналитической химии : – СПБ. : Профессия, 2011. – 320 с
2. Сажин, С. Г. Приборы контроля состава и качества технологических сред [Электронный ресурс]: учебное пособие / С. Г. Сажин. – СПБ. : Лань, 2012. – 432 с. – http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1\_id=3552 9 3
3. Лебухов, В. И. Физико-химические методы исследования [Электронный ресурс]: учеб. для подготовки бакалавров и магистров / В. И. Лебухов, А. И. Окара, Л. П. Павлюченкова; под ред. А. И. Окара. – СПБ: Лань, 2012. – 480 с. – <http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_cid=25&pl1_id=4543>
4. Карпов, Ю. А. Методы пробоотбора и пробоподготовки / Ю. А. Карпов, А. П. Савостин / Москва: «Бином. Лаборатория знаний», 2012 – 243 с
5. Карпов, Ю. А. Методы пробоотбора и пробоподготовки / Ю. А. Карпов, А. П. Савостин / Москва: «Бином. Лаборатория знаний», 2012 – 243 с
6. Терещенко, А. Г. Внутрилабораторный контроль качества результатов анализа с использованием лабораторной информационной системы [Электронный ресурс] / А. Г. Терещенко, Н. П. Пикула, Т. В. Толстихина. – Москва : БИНОМ. Лаборатория знаний , 2012 – 312 с. <http://www.biblioclub.ru/book/120557/>
7. Терещенко, А. Г. Внутрилабораторный контроль качества результатов анализа с использованием лабораторной информационной системы [Электронный ресурс] / А. Г. Терещенко, Н. П. Пикула, Т. В. Толстихина. – Москва : БИНОМ. Лаборатория знаний , 2012 – 312 с. <http://www.biblioclub.ru/book/120557/>
8. Иртуганова, Э. А. Химия и контроль качества эксплуатационных продуктов: учебник для студентов вузов / Э.А. Иртуганова, С. Ю. Гармонов, В.Ф. Сопин. – Москва. : Инфра-М, 2014 – 528 с
9. Касаткин А. Г. Основные процессы и аппараты химической технологии [Текст] : учеб. для студентов хим.-технол. специальностей вузов / А. Г. Касаткин. - 14-е изд., стер. - Перепеч. с 9 изд. 1973 г. - Москва : Альянс, 2008. - 750 с.
10. Общая химическая технология. Методология проектирования химико-технологических процессов: [учебник для вузов по химико-технологическим направлениям подготовки и специальностям] / И. М. Кузнецова [и др.]; под ред. Х. Э. Харлампиди. – Изд. 2-е, перераб. – Санкт-Петербург [и др.]: Лань, 2013. – 447 с. – Режим доступа: http://e.lanbook.com/books
11. Гончаров В.А. Методы оптимизации. – М.: Высш. образование, 2009. -190с. – 2 экз.
12. Новый справочник химика-технолога. Процессы и аппараты химических технологий / Под ред. Островского Г.М. - СПб.: Профессионал, 2007. – 841 с.