

Учреждение образования  
«БЕЛОРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ  
УНИВЕРСИТЕТ»

Т. М. Шачек, З. Е. Егорова

**СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ  
И ПРИБОРЫ ИЗМЕРЕНИЯ  
ХАРАКТЕРИСТИК  
ПРОМЫШЛЕННОЙ И ПИЩЕВОЙ  
ПРОДУКЦИИ**

*Рекомендовано учебно-методическим объединением  
по химико-технологическому образованию в качестве  
учебно-методического пособия для студентов учреждений высшего  
образования по специальности 1-54 01 03  
«Физико-химические методы и приборы контроля качества  
продукции»*

Минск 2013

УДК 543.4/.5:67/664 (075.8)

ББК 24.46:65.9(2)30я73

ШЗ2

Рецензенты:

кафедра стандартизации, метрологии и информационных систем  
Белорусского национального технического университета;  
кандидат технических наук, профессор кафедры стандартизации,  
метрологии и управления качеством УО «Белорусский  
государственный институт повышения квалификации  
и переподготовки кадров по стандартизации, метрологии  
и управлению качеством» Б. В. Цитович

*Все права на данное издание защищены. Воспроизведение всей книги или ее части не может быть осуществлено без разрешения учреждения образования «Белорусский государственный технологический университет».*

**Шачек, Т. М.**

ШЗ2 Современные методы и приборы измерения характеристик промышленной и пищевой продукции : учеб.-метод. пособие по выполнению курсовой работы для студентов специальности 1-54 01 03 «Физико-химические методы и приборы контроля качества продукции» / Т. М. Шачек, З. Е. Егорова. – Минск : БГТУ, 2013. – 58 с.

ISBN 978-985-530-285-9.

Пособие содержит основные правила и характеристику этапов разработки методик выполнения измерений, включая основные термины с определениями и перечень необходимых ТНПА, и методические указания к выполнению курсовой работы по разработке проекта документа на методику выполнения измерений, в том числе требования к содержанию, оформлению и этапам выполнения курсовой работы, а также к содержанию документа на методику выполнения измерений.

Предназначено для студентов очной и заочной форм обучения специальности 1-54 01 03 «Физико-химические методы и приборы контроля качества продукции», а также может быть полезно студентам других химико-технологических специальностей и инженерно-техническим работникам производства, занимающимся проектированием МВИ.

УДК 543.4/.5:67/664 (075.8)

ББК 24.46:65.9(2)30я73

ISBN 978-985-530-285-9

© УО «Белорусский государственный  
технологический университет», 2013

© Шачек Т. М., Егорова З. Е., 2013

## ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие.....	5
Раздел 1. Методики выполнения измерений: основные правила и этапы разработки.....	7
Глава 1. Термины и определения.....	7
Глава 2. Перечень технических нормативных правовых актов	11
Глава 3. Этапы разработки методик выполнения измерений...	12
3.1. Теоретические исследования.....	14
3.2. Экспериментальные исследования.....	19
3.3. Оформление и экспертиза документа на методику выполнения измерений.....	22
Раздел 2. Методические рекомендации по выполнению курсовой работы.....	27
Глава 4. Содержание и оформление курсовой работы.....	27
Глава 5. Содержание документа на методику выполнения измерений.....	33
5.1. Титульный лист.....	33
5.2. Вводная часть.....	34
5.3. Метод измерений.....	35
5.4. Показатели точности МВИ.....	37
5.5. Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, растворам.....	38
5.6. Условия выполнения измерений.....	39
5.7. Требования к обеспечению безопасности выполняемых работ.	40
5.8. Требования к обеспечению экологической безопасности...	40
5.9. Требования к квалификации операторов.....	41
5.10. Операции при подготовке к выполнению измерений.....	41
5.11. Операции при выполнении измерений.....	42
5.12. Операции обработки и вычислений результатов измерений..	44
5.13. Алгоритм оценивания неопределенности измерения.....	45
5.14. Валидация микробиологического метода.....	45
5.15. Контроль приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости.....	46
5.16. Контроль лабораторного смещения.....	48
5.17. Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории.....	47
5.18. Требования к оформлению результатов измерений.....	47
5.19. Приложения.....	49

Глава 6. Исходные данные и этапы выполнения курсовой работы...	50
6.1. Выдача заданий и требования к исходным данным.....	50
6.2. Основные этапы и график выполнения курсовой работы.....	50
Приложение 1. Пример отчета по оценке показателей точности...	54
Приложение 2. Пример реферата.....	69
Приложение 3. Форма задания для курсовой работы.....	70
Приложение 4. Форма титульного листа документа на методику выполнения измерений.....	71
Приложение 5. Форма рецензии на курсовую работу.....	72
Список использованных источников.....	73

## ПРЕДИСЛОВИЕ

В соответствии с учебным планом студенты, обучающиеся по специальности 1-54 01 03 «Физико-химические методы и приборы контроля качества продукции», изучают комплекс дисциплин по методам и приборам контроля качества и безопасности промышленных и продовольственных товаров и должны уметь:

– самостоятельно осуществить испытания различных объектов по показателям качества и безопасности с применением изученных методов контроля;

– квалифицированно выбрать методику выполнения измерения конкретного показателя продукции (объекта окружающей среды) в зависимости от вида объекта контроля, характеристик аналитических методов, наличия материальных и информационных ресурсов, назначения результатов измерений.

Поэтому логическим завершением изучения дисциплин специальности в области методов контроля является выполнение курсовой работы, заключающейся в разработке проекта документа на методику выполнения измерений (МВИ) конкретной характеристики продукции (объекта окружающей среды) с применением одного из изученных методов ее (т.е. характеристики) измерения, а именно: оптического, резонансного, хроматографического, электрофоретического, электрофизического, электрохимического и микробиологического. При выполнении курсовой работы студенты закрепляют, расширяют и углубляют знания, полученные ими при изучении теории и прохождении лабораторной практики по методам контроля промышленных и продовольственных товаров; приобретают необходимые навыки и опыт работы с научной и патентной литературой, нормативной и технической документацией; учатся критическому осмыслению, анализу и обобщению литературных данных; овладевают основами методологии научных исследований при решении конкретных исследовательских задач и знакомятся с требованиями, установленными в нашей стране на оформление методического документа, описывающего порядок измерения определенной характеристики продукции (объекта окружающей среды).

Помимо дисциплин специализации для выполнения курсовой работы студенту необходимо использовать знания и навыки, полученные при изучении общеобразовательных и основных дисциплин специальности 1-54 01 03 «Физико-химические методы и приборы контроля качества продукции»:

– аналитической химии;

- органической химии;
- планирования и организации эксперимента;
- измерения физических величин;
- организации и технологии измерений;
- метрологии;
- химико-аналитического контроля промышленных и продовольственных товаров.

Таким образом, целью данного учебно-методического пособия, адресованного студентам дневной и заочной формы обучения, является методическое обеспечение повышения эффективности усвоения теоретических и практических материалов учебных дисциплин по методам контроля качества и безопасности промышленных и продовольственных товаров.

Учебно-методическое пособие содержит 2 раздела:

- раздел I «Методики выполнения измерений: основные правила и этапы разработки», содержащий терминологию и законодательно установленные в Республике Беларусь процедуры разработки методик выполнения измерений;

- раздел II «Методические рекомендации по выполнению курсовой работы», включающий требования к выполнению, содержанию и оформлению курсовой работы.

При подготовке пособия учтены требования международных и национальных стандартов, а также использованы положения методических документов, разработанных в Республике Беларусь и учитывающих европейское и международное законодательство в области испытаний продукции. Для разработки исходных данных, являющихся частью задания на курсовую работу, использованы результаты научных исследований, полученные сотрудниками кафедры физико-химических методов сертификации продукции при выполнении НИР в области изучения свойств и характеристик промышленной и пищевой продукции.

Настоящим учебно-методическим пособием предусмотрены два типа курсовых работ: расчетная и исследовательская. При этом студенту предоставляется право выбора. Однако при выполнении курсовой работы, содержащей исследовательскую часть, студент может рассчитывать на получение итоговой оценки на 2–3 балла выше по сравнению с расчетной курсовой работой.

Авторы пособия надеются, что полученные студентами знания и навыки, пригодятся им при подготовке дипломной работы (проекта) по специальности, а также в будущей профессиональной (производственно-технологической или научно-исследовательской) деятельности.

# РАЗДЕЛ 1. МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ: ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА И ЭТАПЫ РАЗРАБОТКИ

## Глава 1. ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Для однозначного понимания сущности процесса и этапов разработки методики выполнения измерений необходимо знать определения следующих терминов.

*Термины, относящиеся к обеспечению единства измерений:*

**Единица измерения** – величина, условно принятая за единицу, с которой сравниваются другие однородные величины для выражения их количественного значения по отношению к этой величине [1].

**Единство измерений** – состояние измерений, при котором их результаты выражены в единицах измерений, допущенных к применению в Республике Беларусь, и точность измерений находится в установленных границах с заданной вероятностью [1].

**Национальный метрологический институт** – юридическое лицо, подчиненное Государственному комитету по стандартизации Республики Беларусь, на которое возложены: проведение фундаментальных и прикладных научных исследований в области обеспечения единства измерений, хранение и применение национальных эталонов единиц величин в целях обеспечения прослеживаемости результатов измерений до единиц измерений Международной системы единиц, принятой Генеральной конференцией мер и весов и рекомендованной Международной организацией законодательной метрологии (далее – Международная система единиц), и иные функции в соответствии с настоящим Законом [1].

**Национальный эталон единицы величины** – эталон единицы величины, утвержденный решением Государственного комитета по стандартизации Республики Беларусь в качестве национального эталона единицы величины [1].

**Обеспечение единства измерений** – деятельность, направленная на достижение и поддержание единства измерений в соответствии с требованиями законодательства Республики Беларусь об обеспечении единства измерений [1].

**Система** – совокупность взаимосвязанных и взаимодействующих элементов [2].

**Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь** – комплекс мер по государственному регулированию и управлению, го-

сударственному метрологическому надзору и метрологическому контролю, осуществляемых государственными органами, юридическими лицами, индивидуальными предпринимателями и иными физическими лицами в целях обеспечения единства измерений [1].

**Сфера законодательной метрологии** – установленные настоящим Законом и иными законодательными актами Республики Беларусь сферы деятельности, в которых в целях обеспечения единства измерений осуществляются государственное регулирование и управление, а также государственный метрологический надзор [1].

*Термины, относящиеся к методике выполнения измерения характеристик продукции:*

**Верификация** – подтверждение посредством предоставления объективных свидетельств того, что установленные требования были выполнены [2].

**Документ** – информация и соответствующий носитель [2].

**Методика выполнения измерений** – совокупность правил и процедур выполнения измерений, которые обеспечивают получение результатов измерений, точность которых находится в установленных границах с заданной вероятностью [1].

**Метрологическое подтверждение пригодности методик выполнения измерений** – составная часть метрологического контроля, включающая выполнение работ, в ходе которых определяется соответствие методик выполнения измерений требованиям законодательства Республики Беларусь об обеспечении единства измерений, а также их соответствие своему назначению [1].

**Продукция** – результат процесса [2].

**Характеристика** – отличительное свойство [2].

*Термины, относящиеся к процессу измерения характеристик продукции:*

**Измерение** – совокупность операций, выполняемых для определения значения величины [1].

**Измерительное оборудование** – средства измерения, программные средства, эталоны, стандартные образцы, или вспомогательная аппаратура, или комбинация из них, необходимые для выполнения процесса измерения [2].

**Испытания** – определение одной или нескольких характеристик согласно процедуре [2].

**Калибровка** – составная часть метрологического контроля, включающая выполнение работ, в ходе которых устанавливаются метроло-

гические характеристики средств измерений путем определения в заданных условиях соотношения между значением величины, полученным с помощью средства измерений, и соответствующим значением величины, воспроизводимым эталоном единицы величины [1].

**Метрологическая аттестация средств измерений** – составная часть метрологического контроля, включающая выполнение работ, в ходе которых устанавливаются метрологические характеристики средств измерений [1].

**Отбор образцов** – получение представительной выборки объекта оценки соответствия согласно процедуре [3].

**Поверка** – составная часть метрологического контроля, включающая выполнение работ, в ходе которых подтверждаются метрологические характеристики средств измерений и определяется соответствие средств измерений требованиям законодательства Республики Беларусь об обеспечении единства измерений [1].

**Процедура** – установленный способ осуществления деятельности [2].

**Процесс** – совокупность взаимосвязанных и взаимодействующих видов деятельности, преобразующих входы в выходы [2].

**Процесс измерения** – совокупность операций для установления значения величины [2].

**Средство измерений** – техническое средство, предназначенное для измерений, воспроизводящее и (или) хранящее единицу измерения, а также кратные либо дольные значения единицы измерения, имеющее метрологические характеристики, значения которых принимаются неизменными в течение определенного времени [1].

*Термины, относящиеся к оценке рабочих характеристик методики выполнения измерений:*

**Воспроизводимость** – прецизионность в условиях воспроизводимости [4].

**Метрологическая характеристика** – отличительная особенность, которая может повлиять на результаты измерений [2];

**Повторяемость** – прецизионность в условиях повторяемости [4].

**Правильность** – близость среднего значения, полученного на основании большой серии результатов испытаний, к принятому эталонному значению величины [4].

**Предел воспроизводимости** – такое значение, что абсолютная разность между двумя результатами испытаний, полученными в условиях воспроизводимости, будет ожидаться меньше его или равной ему с вероятностью 95% [4].

**Предел повторяемости** – такое значение, что абсолютная разность между двумя результатами испытаний, полученными в условиях повторяемости, будет ожидаться меньше его или равной ему с вероятностью 95% [4].

**Прецизионность** – близость между независимыми результатами испытаний, полученными при определенных принятых условиях [4].

**Результат испытаний** – значение характеристики, полученное выполнением регламентированного метода испытаний [4].

**Совместный оценочный эксперимент** – межлабораторный эксперимент, в котором показатели работы каждой лаборатории оцениваются с использованием одного и того же стандартного метода измерений на тождественном материале [4].

**Стандартное отклонение воспроизводимости** – стандартное отклонение результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости [4].

**Стандартное отклонение повторяемости** – стандартное отклонение результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости [4].

**Точность** – близость результата испытаний к принятому эталонному значению величины [4].

**Условия воспроизводимости** – условия, при которых результаты испытаний получены одним методом на идентичных образцах испытаний в различных лабораториях, разными операторами с использованием различного оборудования [4].

**Условия повторяемости** – условия, при которых независимые результаты испытаний получены одним методом на идентичных образцах испытаний в одной лаборатории одним оператором с использованием одного оборудования и за короткий интервал времени [4].

## **Глава 2. ПЕРЕЧЕНЬ ТЕХНИЧЕСКИХ НОРМАТИВНЫХ ПРАВОВЫХ АКТОВ**

При выполнении курсовой работы в части требований к методикам выполнения измерений и процессу их разработки студенты должны руководствоваться требованиями и положениями следующих технических нормативных правовых актов:

ТР/2007/003/ВУ Единицы измерений, допущенные к применению на территории Республики Беларусь.

ТКП 8.006–2011 Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь. Метрологическое подтверждение пригодности методики выполнения измерений. Правила проведения работ.

СТБ ИСО 5725–1–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения.

СТБ ИСО 5725–2–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений.

СТБ ИСО 5725–3–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений.

СТБ ИСО 5725–4–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений.

СТБ ИСО 5725–5–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений.

СТБ ИСО 5725–6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

ГОСТ 2.105–95 Единая система конструкторской документации. Общие требования к текстовым документам.

ГОСТ 8.009–84 Государственная система обеспечения единства измерений. Нормируемые метрологические характеристики средств измерений.

ГОСТ 8.010–99 Государственная система обеспечения единства измерений. Методика выполнения измерений. Основные положения.

СТБ П ISO 16140–2003/2010 Микробиология пищевых продуктов и кормов для животных. Протокол валидации альтернативных методов.

### **Глава 3. ЭТАПЫ РАЗРАБОТКИ МЕТОДИК ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ**

В настоящее время в связи с совершенствованием технологии производства и гармонизацией национальных и международных требований к объектам оценки соответствия существенно расширился перечень регламентируемых характеристик для различных групп промышленной и продовольственной продукции. В связи с этим особое внимание уделяется методам и приборам, используемым для контроля качества и безопасности продукции, метрологические, технологические и экономические характеристики которых должны соответствовать современным требованиям и гарантировать достоверность получаемых результатов. Все это обуславливает необходимость совершенствования имеющихся методик выполнения измерения различных характеристик продукции и в большинстве случаев разработку новых.

Методики выполнения измерений (МВИ) как метрологический объект появились в Советском Союзе в 1972 г. Объективными причинами появления МВИ в метрологической деятельности явились сформулированные в то время принципы обеспечения единства измерений, заключающиеся в том, что 1) результаты измерений должны выражаться в узаконенных единицах и 2) должна быть известна погрешность измерений.

Для реализации этих принципов были разработаны основные положения Государственной системы обеспечения единства измерений (ГСИ), которые были оформлены в виде комплекса государственных стандартов под общим обозначением ГОСТ 8.XXX. Именно в тот период в практику стандартизации измерений вошло понятие «методика выполнения измерений (МВИ)». На этом этапе были сделаны и первые шаги по разработке и внедрению процедуры подтверждения пригодности МВИ для измерения конкретной характеристики в конкретном объекте, так называемой «аттестация МВИ».

В МВИ содержатся основные компоненты системы обеспечения единства измерений: измеряемая величина, единицы величин, метод измерений, метрологические характеристики средств измерений, форма и вид представления результатов измерений и др., поэтому на их разработку и внедрение существенно влияет развитие эталонной базы и системы передачи размеров единиц от эталонов всем средствам измерений в конкретной стране.

За 40 лет со времени появления первых МВИ было разработано большое количество документов разного уровня:

- международных, региональных и национальных стандартов;
- документов на МВИ;
- методических указаний, инструкций и др., имеющих статус ведомственных документов или документов предприятий, которые устанавливают процедуру определения одной или нескольких характеристик (**испытание**) продукции (объектов окружающей среды).

Методику выполнения измерения можно понимать как **технологический процесс измерения**, эффективность которого зависит от тщательности его разработки. Разработка МВИ включает три основных этапа: теоретические исследования, экспериментальные исследования, оформление и экспертиза документа на МВИ (табл. 1.1).

Таблица 1.1

**Характеристика основных этапов разработки МВИ**

Входные данные	Основные этапы	Выходные данные
Техническое задание; СТБ ИСО 5725-1	I. Теоретические исследования	Блок-схема процесса измерений характеристики
СТБ ИСО 5725-2– СТБ ИСО 5725-5; План эксперимента	II. Экспериментальные исследования	Проект МВИ; Отчет по экспериментальным исследованиям
Проект МВИ; Отчет по экспериментальным исследованиям; ГОСТ 8.010; ГОСТ 2.105; ТКП 8.006	III. Оформление и экспертиза документа на МВИ	Утвержденный и согласованный документ на МВИ

Рассмотрим основные этапы разработки методик выполнения измерений более подробно.

### 3.1. Теоретические исследования

Исходные данные для разработки МВИ, как правило, содержатся в *техническом задании* (ТЗ) или любом другом документе, разработанном взамен его. В ТЗ на разработку МВИ приводится следующая информация:

- назначение методики выполнения измерений, т. е. область ее применения, включая перечень объектов и пределы измерений;
- показатели точности измерений;
- характеристики объекта анализа (например, температура жидкости, давление и др.);
- условия измерений (температура, относительная влажность, давление окружающего воздуха, характеристики источника питания средств измерений (СИ), наличие внешних электромагнитных полей, вибрация в местах установки СИ и др.);
- вид индикации и форма регистрации результатов измерений;
- требования к автоматизации измерительных процедур;
- требования к обеспечению безопасности выполнения работ;
- другие требования в соответствии со спецификой МВИ.

В дополнение к информации, приведенной в ТЗ, могут потребоваться следующие сведения:

- о наличии СИ, в том числе утвержденных типов;
- о наличии других технических средств, в том числе средств вычислительной техники, которые могут быть использованы при измерениях;
- о наличии эталонов, стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов, аттестованных смесей для настройки, поверки (калибровки) СИ, которые могут быть использованы в методике выполнения измерений МВИ и для ее метрологического обеспечения;
- о квалификации операторов, выполняющих измерения;
- другие данные в соответствии со спецификой МВИ.

На основании исходных данных разработчики (аналитики-исследователи и/или аналитики-практики) МВИ формулируют *измерительную задачу*. Точная формулировка измерительной задачи – необходимое условие того, что разработанная МВИ будет использована непосредственно по назначению. С этой целью на предварительном этапе систематизируют имеющуюся в различных источниках литературы информацию об анализируемом объекте, включая:

- состав пробы, природу матрицы (органическая или неорганическая), наличие мешающих примесей;
- устойчивость пробы во времени;
- особенности отбора проб;
- физический и (или) химический смысл измеряемой характеристики, ее нормируемые значения и возможный диапазон для анализируемого объекта.

При недостаточности или отсутствии некоторых сведений на данном этапе могут проводиться предварительные экспериментальные исследования по определению потенциального состава анализируемой пробы.

Первый теоретический этап разработки МВИ (табл. 1.1) включает следующие стадии:

- предварительный отбор возможных методов решения измерительной задачи;
- выбор метода и средств измерений;
- установление последовательности и содержания операций при подготовке и выполнении измерений, обработке промежуточных результатов и вычислении окончательных результатов измерений.

*Предварительный отбор возможных методов решения измерительной задачи.* Выбор метода измерений во многом зависит от измеряемой характеристики. При этом предпочтительными являются **прямые измерения**, при которых искомое значение величины находят непосредственно из экспериментальных данных. Однако в силу тех или иных причин в количественном анализе приходится применять и **косвенные измерения**. При косвенных измерениях искомое значение величины находят на основании известной зависимости между этой величиной и величинами, подвергаемыми прямым измерениям. По сути, косвенные измерения – это прямые измерения плюс вычислительные процедуры по известной зависимости. В процессе косвенных измерений обычно имеются отклонения от строгой зависимости измеряемой величины от величин, подвергаемых прямым измерениям. Это обстоятельство приводит к **появлению методических составляющих погрешности измерений**, из которых типичными можно считать следующие:

1) неадекватность (неполное соответствие) модели, параметры которой принимаются в качестве измеряемых величин, контролирующему объекту;

2) отклонения от принятых значений аргументов функции, связывающей измеряемую величину с величинами, подвергаемыми прямым измерениям;

3) погрешность, вызванная отклонениями при передаче значения измеряемой величины от точки отбора информации до входа средства измерений;

4) погрешность из-за эффектов квантования;

5) отличие алгоритма вычислений от функции, строго связывающей результаты прямых измерений с измеряемой величиной;

6) погрешности, возникающие при отборе и подготовке проб;

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

При отборе возможных методов решения измерительной задачи необходимо принимать во внимание и анализировать метрологические характеристики используемых в процессе измерения аналитических методов:

– измерения свойств продукции или объектов окружающей среды (биологических, оптических, термических, химических, хроматографических, электрофизических и электрохимических);

– отбора средней (представительной) пробы;

– подготовки проб (высушивания, растворения, термического разложения, экстракции, концентрирования и др.);

– определения концентрации веществ: прямых (методы градуировочного графика, добавок, стандартов) или косвенных (методы титрования).

*Выбор метода и средств измерений.* При выборе аналитических методов учитывают данные об анализируемом объекте, полученные на предварительном этапе формулирования измерительной задачи. Выбор метода и средств измерений, а также стандартных образцов, аттестованных смесей, вспомогательных и технических средств представляет собой многовариантную задачу. Ее рациональное решение соответствует минимальным затратам на измерения, включая затраты на метрологическое обслуживание средств измерений, при условии выполнения заданных требований к МВИ, в том числе требований к точности измерений.

Предварительно выбирают метод и средства измерений, которые отвечают заданным требованиям (кроме точности измерений, которая только предполагается удовлетворительной) и могут быть применены в заданных условиях, например, в конкретной лаборатории с учетом имеющихся условий измерений, материальных, технических и человеческих ресурсов.

После предварительного выбора метода и средств измерений проводят оценивание точности измерений. В первую очередь, учитывают влияние на точность измерений метрологических характеристик выбранных средств измерений, номенклатура которых (т.е. характеристик) регламентирована в ГОСТ 8.009 [5].

Метрологические характеристики средств измерений определяют следующие *инструментальные составляющие погрешности* измерений:

1) основные погрешности и дополнительные статические погрешности средств измерений, вызываемые медленно меняющимися внешними влияющими величинами;

2) погрешности, вызываемые ограниченной разрешающей способностью средств измерений;

3) динамические погрешности средств измерений (ошибки, вызываемые инерционными свойствами средств измерений);

4) погрешности, вызываемые взаимодействием средства измерений с объектом измерений или подключаемыми на его вход или выход средствами измерений;

5) погрешности передачи измерительной информации.

Кроме рассмотренных выше (методических и инструментальных составляющих погрешности) необходимо иметь в виду возможность возникновения погрешностей измерений, определяемых психофизиологическими свойствами оператора, выполняющего измерения (так называемые *субъективные составляющие погрешности*), а именно:

– погрешности считывания значений измеряемой величины со шкал и диаграмм;

– погрешности обработки результатов измерений (диаграмм) без применения технических средств (при усреднении, суммировании измеренных значений и т. п.);

– погрешности, вызванные воздействием оператора на объект и средства измерений (искажения температурного поля, механические воздействия и т. п.).

Если оцененные показатели точности измерений с применением выбранного метода и средств измерений не превышают допустимых пределов, точность измерений является удовлетворительной, а если погрешности измерений незначительно меньше предельных значений, то точность измерений считают близкой к оптимальной.

Если оцененные показатели точности измерений существенно меньше допустимых пределов (например, погрешности составляют

менее 0,5 предельно допускаемых значений), то выбранные метод и средства измерений могут оказаться нерациональными по экономическим соображениям. В этом случае целесообразно выбрать менее точные метод и средства измерений, если затраты на измерения, включая затраты на метрологическое обслуживание этих средств измерений, существенно меньше, чем в предварительном варианте. Далее проводят новое оценивание точности измерений, и если оцененные показатели близки к оптимальным, то выбор метода и средств измерений можно считать законченным.

Если оцененные показатели погрешности измерений превышают пределы допускаемых значений, то необходимо выбрать более точные метод и средства измерений и повторно произвести оценивание точности измерений. Повышение точности измерений возможно как за счет применения более точных средств измерений, так и за счет применения соответствующих процедур (методов) отбора и подготовки проб, обработки результатов измерений. Для выбора и реализации таких процедур необходимо выявить и оценить показатели всех доминирующих составляющих точности измерений. Здесь необходимо помнить, что именно эти процедуры (методы) наиболее существенно влияют на точность результата измерений. Процесс выбора метода и средств измерений заканчивают, когда оцененные показатели точности измерений близки к оптимальным.

*Установление последовательности и содержания операций при подготовке и выполнении измерений, обработке промежуточных результатов и вычислении окончательных результатов измерений.* Так как **измерение** – это оценивание величины опытным путем, т. е. в результате выполнения эксперимента, следовательно, расчетное определение величины по формуле и известным исходным данным, статистическую оценку характеристик продукции на основании социологического исследования и другие подобные процедуры нельзя называть измерением. Чтобы осуществить измерение, необходимо воспользоваться специальными техническими средствами-носителями размеров единиц или шкал, т. е. средствами измерений. Поэтому органолептические и экспертные способы оценивания под это определение не попадают, так как в результате их осуществления не используются технические средства с нормированными метрологическими характеристиками.

Все измерения проводятся путем выполнения последовательности операций, среди которых наравне с операциями применения средств измерений имеются и другие, не менее важные, с точки зрения точно-

сти результата. Процесс измерений обязательно включает следующие операции:

- отбор пробы;
- доставка пробы в лабораторию;
- подготовка пробы;
- измерение;
- обработка и вычисление результата измерений.

Качество выполнения каждой из этих операций влияет на точность измерения, и ошибка при выполнении любой из них может быть решающей. Таким образом, в процессе выполнения первого этапа разработки МВИ составляется **алгоритм выполнения измерения** конкретной характеристики продукции, исходными данными для которого являются результаты выбора оптимальных методов: аналитических, используемых при отборе и подготовке проб, измерениях, и математических – при обработке результатов измерений, методов, а также измерительного оборудования (средств измерений, программных средств, эталонов, стандартных образцов, вспомогательной аппаратуры). Указанный алгоритм может оформляться в виде блок-схемы с использованием элементов, представленных в ГОСТ 19.701 [6], на которой отображаются все этапы процесса измерений с указанием входных и выходных данных.

### 3.2. Экспериментальные исследования

На втором этапе разработки МВИ проводятся лабораторные эксперименты, целью которых является апробация установленного ранее алгоритма выполнения измерений и оценка показателей точности разрабатываемой МВИ.

*Экспериментальная апробация установленного алгоритма выполнения измерений* проводится в условиях конкретной лаборатории на модельных или реальных образцах. При использовании в процессе измерений новых методов и технических средств, проводится дополнительное обучение персонала. В процессе экспериментальной апробации персонал приобретает навыки по выполнению всех операций при подготовке и выполнении измерений, обработке промежуточных результатов и вычислении окончательных результатов измерений, необходимые для успешного проведения экспериментов по оценке показателей точности.

*Организация и проведение эксперимента по оценке показателей точности.* Выбор показателей точности, оцениваемых в ходе эксперимента для разрабатываемой МВИ, осуществляется в соответствии с требованиями СТБ ИСО 5725-1 [4] (для измерения физических и химических характеристик продукции) и СТБ П ISO 16140 [7] (для альтернативных микробиологических методов). В документах на МВИ химических и физических характеристик продукции, как правило, регламентируются значения таких показателей точности, как правильность и прецизионность (повторяемость (сходимость), внутрилабораторная прецизионность, воспроизводимость (межлабораторная воспроизводимость)), микробиологических характеристик альтернативными методами – относительная точность, специфика, чувствительность (для качественных методов) и линейная и относительная точность – для количественных методов.

При планировании эксперимента по оценке показателей точности определяют его вид: межлабораторный или внутрилабораторный, и составляют план эксперимента, в котором определяют:

- место проведения эксперимента;
- ответственных исполнителей;
- перечень необходимого измерительного оборудования;
- количество групп наблюдений, которые должны быть получены в условиях воспроизводимости;
- количество результатов в каждой группе, которые должны быть получены в условиях повторяемости.

Оценочные эксперименты должны быть проведены:

- для всех измеряемых характеристик в рамках области применения МВИ;
- как минимум для одного наименования из каждой группы продукции, входящих в область применения МВИ.

Эксперименты по оценке показателей точности необходимо проводить с применением оборудования и средств измерений, аттестованных или внесенных в реестр Госстандартом Республики Беларусь или имеющих сертификат калибровки (поверки), выданный уполномоченным органом.

В ходе эксперимента могут использоваться стандартные и референсные образцы или материалы, пробы с добавкой или обогащенные образцы, приготовленные на основе холостых матриц (для измерения физических и химических характеристик), и целевые и нецелевые микроорганизмы (для альтернативных микробиологических

ких методов). Параметры образцов, используемых в экспериментах по оценке показателей точности, должны обеспечивать контроль заявленного диапазона измерений разрабатываемой МВИ.

Порядок и алгоритм оценивания данных, полученных в ходе эксперимента по оценке показателей точности, выбирается в соответствии с требованиями СТБ ИСО 5725-2–СТБ ИСО 5725-5 [8–11] и СТБ П ISO 16140 [7].

**Правильность** оценивают для всей области применения МВИ, для всех диапазонов содержания сопутствующих компонентов и значений физических свойств объекта (далее – влияющие факторы пробы), а также условий выполнения анализа, указываемых в документе на МВИ.

На практике используются следующие способы оценки правильности:

- с применением набора образцов с известными характеристиками и их показателями точности, составленного с учетом указанных в МВИ предельных значений измеряемой характеристики и влияющих факторов пробы;

- с применением метода варьирования навесок или разбавления пробы в сочетании с методом одно- и многократных добавок определяемого компонента и сопутствующих компонентов;

- с применением другой МВИ с известными (оцененными) показателями точности измерений;

Правильность выражают в процентах найденного значения от введенного количества (второй способ) или как разность между средним и истинным значением (первый и третий способы) с учетом соответствующих доверительных интервалов.

Заключение о правильности можно сделать после того, как установлена прецизионность МВИ.

**Прецизионность** может быть оценена одним из следующих способов:

- на основе межлабораторного эксперимента, состоящего в проведении испытаний одних и тех же проб или образцов, отвечающих области применения МВИ, при случайных вариациях влияющих факторов методики в регламентированных пределах (результаты анализа получают в разное время различными операторами, с использованием различных партий реактивов, различных экземпляров средств измерений, мерной посуды и образцов для градуировки и т. п.). Для МВИ,

предполагаемых к использованию в различных организациях, данный способ является предпочтительным;

– на основе внутрилабораторного эксперимента, состоящего в проведении испытаний одних и тех же проб или образцов, отвечающих области применения МВИ, при фиксированных значениях учитываемых влияющих факторов МВИ в регламентированных пределах. Типичными влияющими факторами являются различные дни, различные операторы, различное оборудование и т. п. Не считается необходимым изучать влияние каждого фактора отдельно. При изучении влияния различных факторов предпочтительно использовать планирование эксперимента.

При оценке прецизионности (повторяемости, внутрилабораторной воспроизводимости и воспроизводимости) следует представлять: стандартное отклонение, относительное стандартное отклонение и доверительный интервал.

Показатели точности оценивают не менее чем для девяти измерений, охватывающих весь диапазон применения МВИ (например, три концентрации и три измерения для каждой). Анализ должен включать все стадии МВИ.

**Относительные точность, специфика и чувствительность** определяются методом подсчета по специальным формулам количества микроорганизмов, выявленных в естественно или искусственно зараженных образцах продукции.

**Относительный уровень выявления**, представляющий собой самое небольшое количество культивируемых микроорганизмов, которые могут быть определены в образце в 50% случаев, определяют подсчетом выросших целевых микроорганизмов, внесенных в продукт в разных концентрациях: от минимальной, когда микроорганизм не определится (отрицательный контроль), до максимальной, превышающей порог теоретического выявления.

Результаты эксперимента по оценке показателей точности оформляются в виде **отчета**, содержащего характеристику объектов исследования и применяемых методов, план эксперимента и установленные показатели точности разрабатываемой МВИ. Пример отчета приведен в приложении 1.

Таким образом, на втором экспериментальном этапе разработки МВИ уточняется алгоритм выполнения измерения конкретной характеристики продукции. Уточненный алгоритм выполнения измерений представляется в виде проекта МВИ, содержащего: показатели точности

МВИ; требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, растворам; условия выполнения измерений; операции при подготовке к выполнению измерений; операции при выполнении измерений; операции обработки и вычислений результатов измерений.

### **3.3. Оформление и экспертиза документа на методику выполнения измерений**

Из определения, приведенного в главе 1, следует, что методика выполнения измерений (МВИ) – это технологический процесс измерения. Жесткие правила проведения всех операций данного процесса излагаются в метрологическом документе, называемом **документ на методику выполнения измерений**, который можно назвать «прописью» процедур измерения, требующей соблюдения самым неукоснительным образом. В связи с этим, к изложению документа на МВИ предъявляются особые требования, заключающиеся в полном и точном изложении всех операций, выполняемых при подготовке и выполнении измерений, обработке их промежуточных и вычислении окончательных результатов, исключая возможность двоякого понимания положений документа. Полнота изложения информации предполагает наличие всех сведений, необходимых для правильного проведения измерения. Именно неполнота информации в документе на МВИ чаще всего приводит к возникновению ошибок в работе оператора и, как следствие, является причиной увеличения значения погрешности.

Точность и правильность информации, изложенной в документе, определяются краткостью и ясностью изложения. Краткость достигается, прежде всего, отбором необходимой и достаточной информации, исключением повторений и излишних подробностей: каждое слово в тексте документа должно нести смысловую нагрузку. Четкость изложения обеспечивает однозначность понимания документа, адекватность его восприятия операторами. Ясность в изложении документа на МВИ достигается путем правильного использования терминов и понятий. Построение и содержание документа на МВИ должно соответствовать требованиям, приведенным в ГОСТ 8.010 [12], и подробно рассмотренным в главе 5 данного пособия.

Одновременно с оформлением документа на МВИ осуществляют разработку алгоритма оценивания неопределенности и процедур оценки стабильности получаемых результатов измерений (верификации МВИ). Разработку **алгоритма оценивания неопределенности** и

ее расчет следует выполнять в соответствии с Руководствами по выражению неопределенности измерений [13, 14], а также рекомендациями Белорусского государственного института метрологии [15]. При оценивании неопределенности измерения следует учитывать показатели точности, полученные в соответствии с СТБ ИСО 5725-2–СТБ ИСО 5725-5 [8–11].

Как показала практика, применение стандартных и аттестованных МВИ не дает гарантии достоверности получаемых результатов измерений без систематической процедуры верификации применяемых методик. **Верификация МВИ** – это процедура подтверждения посредством представления объективных свидетельств того, что установленные в документе на МВИ требования выполняются. Процедуры верификации МВИ должны проводиться в соответствии с требованиями СТБ ИСО 5725-6 [16].

Проверки МВИ необходимо осуществлять с определенной периодичностью, чтобы убедиться, что процесс измерения остается под контролем. Виды проводимых проверок зависят от значимости и частоты измерений, размера партии, степени автоматизации и сложности измерений, а также от результатов, полученных при разработке МВИ. Наиболее эффективным способом верификации МВИ является использование **контрольных карт**, которые позволяют оценивать динамику как прецизионности, так и правильности выполняемых измерений. В лабораторной практике для оценки стабильности получаемых результатов измерений применяются разные типы контрольных карт. Наиболее приемлемы – контрольные карты с применением контрольных (стандартных) образцов, которыми могут быть сертифицированные референсные образцы, типичные образцы продукции, характеризующиеся достаточной стабильностью и однородностью, чтобы давать идентичные результаты. Количество таких образцов должно быть достаточным для повторных анализов.

Заключительным этапом разработки МВИ является экспертиза документа на МВИ и отчета по экспериментальным исследованиям (см. п. 3.2) уполномоченными органами.

Документы на МВИ, изложенные в виде государственных стандартов, иных документов, разрешенных к применению на территории Республики Беларусь или предусмотренных системой менеджмента качества организации, и применяемые в сфере законодательной метрологии, подлежат **метрологическому подтверждению пригодности**. Данная процедура проводится юридическими лицами, входящи-

ми в государственную метрологическую службу (РУП «Белорусский государственный институт метрологии», территориальные центры стандартизации, метрологии и сертификации Государственного комитета по стандартизации Республики Беларусь) на основе договора. Метрологическое подтверждение пригодности МВИ осуществляется с целью определения ее соответствия метрологическим требованиям, установленным в соответствующих ТНПА. При проведении метрологического подтверждения пригодности определяется соответствие области применения МВИ требованиям, предъявляемым к измерениям, проводимым с применением этих методик.

В зависимости от области применения и вида документа метрологическое подтверждение пригодности МВИ проводится одним из методов (или в их сочетании), для каждого из которых правила проведения работ установлены в ТКП 8.006 [17]:

- аттестацией;
- метрологической экспертизой;
- сравнением с другими, более точными методами;
- межлабораторными сличениями.

*Аттестация МВИ* включает:

- рассмотрение и метрологическую экспертизу представленной документации;
- разработку, согласование и утверждение программы аттестации;
- проведение экспериментальных исследований;
- оформление и рассмотрение результатов аттестации.

*Метрологическая экспертиза МВИ* включает:

- рассмотрение представленной документации;
- экспертизу;
- оформление и рассмотрение результатов экспертизы.

*Сравнение с другими, более точными МВИ* включает:

- подготовительную работу;
- проведение сравнительных исследований;
- обработку результатов сравнительных исследований;
- оформление результатов сравнительных исследований;
- представление результатов сравнительных исследований на метрологическую экспертизу юридическим лицам, входящим в государственную метрологическую службу, если МВИ предназначены для применения в сфере законодательной метрологии.

*Межлабораторные сличения МВИ* включают:

- подготовительную работу;

- проведение межлабораторных сличений;
- обработку результатов межлабораторных сличений;
- оформление результатов межлабораторных сличений;
- представление результатов межлабораторных сличений на метрологическую экспертизу юридическим лицам, входящим в государственную метрологическую службу, если МВИ предназначены для применения в сфере законодательной метрологии.

Результаты метрологического подтверждения пригодности МВИ удостоверяются официальным свидетельством или заключением о метрологическом подтверждении их пригодности.

Завершая рассмотрение правил и этапов разработки методик выполнения измерений, необходимо подчеркнуть, что данный вид деятельности – сложный и трудоемкий процесс, требующий общих усилий нескольких специалистов, а иногда и нескольких организаций. Поэтому курсовая работа в данной области включает только те этапы, выполнение которых возможно индивидуально. Подробные указания к содержанию, оформлению и порядку работ по разработке документа на МВИ определенной характеристики конкретного продукта приведены в следующем разделе методического пособия.

## РАЗДЕЛ 2. МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ КУРСОВОЙ РАБОТЫ

### Глава 4. СОДЕРЖАНИЕ И ОФОРМЛЕНИЕ КУРСОВОЙ РАБОТЫ

*Цель курсовой работы* – разработка проекта документа на методу выполнения измерений определенной характеристики конкретного продукта (на основании представленных исходных данных, перечень которых приведен в главе 6 данного пособия) и установление ее показателей точности (не менее двух) расчетным или экспериментальным способом.

Курсовая работа содержит следующие структурные элементы:

- титульный лист;
- задание к курсовой работе;
- реферат;
- содержание;
- введение;
- аналитический обзор;
- экспериментальную часть;
- разработку проекта документа на МВИ;
- заключение;
- список использованных источников;
- приложения.

Оформление курсовой работы осуществляется в соответствии с требованиями СТП БГТУ 002 [18]. Сокращения слов и словосочетаний – согласно правилам и требованиям, установленным в ГОСТ 7.12 [19]. В работе необходимо применять единицы величин в соответствии с перечнем и требованиями ТР 2007/003/ВУ [20].

Состав информации, приводимой в структурных элементах *«Титульный лист»* и *«Реферат»*, должен соответствовать требованиям СТП БГТУ 002 [18]. Пример реферата представлен в приложении 2.

Форма *«Задания»* на выполнение курсовой работы приведена в приложении 3.

*«Содержание»* включает в себя названия всех структурных элементов работы с указанием номеров страниц, на которых размещается начало изложения соответствующего элемента.

Структурный элемент *«Введение»* предназначен для обоснования актуальности темы работы, формулирования ее цели и решаемых за-

дач. *Обоснование актуальности* темы включает краткое изложение рассматриваемой проблемы, возможный(е) способ(ы) ее решения и выбор своего решения. Формулировка *цели* работы, как правило, состоит из названия темы курсовой работы и указания практического применения результатов работы. *Задачи* работы обычно представляют в виде последовательности действий, необходимых для получения конечного результата. Дополнительно при написании введения могут быть рассмотрены следующие вопросы:

- определение понятий «методика выполнения измерений» и «документ на методику выполнения измерений», цель их разработки и требования к исходным данным;

- описание процедуры официального признания МВИ;

- характеристика исходных данных для конкретной курсовой работы – сведения об авторах, организации-разработчике методики, анализ других публикаций авторов по рассматриваемому вопросу.

*«Аналитический обзор»* должен быть основан на результатах изучения и критического анализа отечественной и зарубежной научно-технической и патентной литературы, нормативных и технических нормативных правовых актов в рассматриваемой области и представляется в виде следующих подразделов:

- *характеристика изучаемого показателя качества (безопасности)*. Данный подраздел включает сведения о биологической, химической или физической сущности и природе измеряемой характеристики, регламентировании ее в соответствующих ТНПА и технических документах, единицах ее измерения, технологическом значении и точках ее контроля (при их наличии) в производстве промышленной (пищевой) продукции;

- *методы измерения изучаемого показателя качества (безопасности)*, который должен включать:

- перечень и краткое описание существующих методов измерения изучаемой характеристики;

- сведения об их применении для контроля промышленной (пищевой) продукции;

- метрологические, технологические (экспрессность, возможность автоматизации) и экономические (стоимость) характеристики рассматриваемых методов измерения;

- вывод о наиболее предпочтительной методике;

- *характеристика выбранного метода измерения*. Данный подраздел должен содержать краткое описание теоретических основ ме-

тогда, перечень основных этапов анализа и необходимого измерительного оборудования, анализ литературных данных по применению метода для контроля качества (безопасности) продукции, метрологических и технологических характеристик, его достоинств и недостатков в сравнении с рассмотренными в предыдущем подразделе методами.

Каждый подраздел аналитического обзора должен быть отражен в содержании.

**«Экспериментальная часть»** курсовой работы состоит из следующих подразделов: объектов и методов исследований, результатов исследований и их обсуждения, выводов по полученным результатам.

В подразделе *объекты и методы исследований*, в зависимости от типа курсовой работы, приводятся:

а) для исследовательской (оценка показателей точности МВИ осуществляется экспериментальным способом): характеристика исследуемого в рамках данной работы объекта (продукта, объекта окружающей среды), предмет исследований (измеряемый показатель) и используемый для его определения метод, а также схема исследований. Характеристика *объекта исследования* должна отражать такие сведения, как его наименование, происхождение (место и дату отбора пробы), обозначение ГНПА, устанавливающего требования к данному объекту исследования. Далее приводится *схема исследований*, отражающая последовательность действий оператора с указанием необходимых условий и принятых допущений при проведении анализа. В заключительной части данного подраздела приводятся сведения о *методах исследования*, включающие:

- информацию об используемых средствах измерений и испытательном оборудовании (наименование, тип, марка, дата последней проверки);

- перечень и описание основных этапов оценивания показателей точности методики (стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости, лабораторное смещение);

- формулы для обработки экспериментальных данных.

б) для расчетной (оценка показателей точности МВИ осуществляется расчетным способом): объект исследований (методика выполнения измерений), предмет исследований (исходные данные для расчета метрологических характеристик методики) и схема исследований. Подробная информация по планированию эксперимента для расчета метрологических характеристик методики измерения химических или физических показателей и обработке полученных результатов

приведена в учебно-методическом пособии «Оценка неопределенности измерений» [21], микробиологических показателей – в [7].

В подразделе *результаты исследований и их обсуждение* должны содержаться экспериментальные (или исходные) данные и результаты их математической обработки (промежуточные и окончательные расчеты показателей точности методики). Все результаты представляются в табличном или графическом виде и не должны дублировать друг друга. В тексте данного подраздела должны быть ссылки на графический и табличный материал с соответствующими пояснениями, а также обсуждение и анализ полученных результатов, который, помимо прочего, должен содержать информацию, отражающую степень соответствия требованиям ТНПА и опубликованным данным по изучаемой проблеме.

В подразделе *выводы* формулируются общие выводы по проведенным экспериментальным и (или) теоретическим исследованиям. Указывается их практическая и научная значимость и области возможного применения.

Основная часть работы «*Разработка проекта документа на МВИ*» должна содержать описание этапов разработки и краткую характеристику каждого структурного элемента документа на МВИ. При описании этапов разработки уместно использовать графическое представление алгоритма, а также следует привести ссылки на научно-техническую, патентную литературу, нормативные и технические нормативные правовые акты, в соответствии с которыми проводились разработка и оформление документа. Краткая характеристика структурных элементов разработанного документа должна отражать общее представление о нем. Разработанный и оформленный в соответствии с установленными требованиями [12, 22] документ на МВИ приводится в приложении, на которое должна быть ссылка в данном разделе курсовой работы.

Структурный элемент «*Заключение*» должен отражать обобщенные выводы, полученные при выполнении каждого раздела курсовой работы. В заключительном выводе необходимо подчеркнуть достоинства разработанного документа на МВИ и оценить научное (если уместно) и практическое значение, а также прогнозируемый экономический эффект.

При оформлении «*Списка использованных источников*» следует руководствоваться следующими правилами:

– все литературные источники приводятся в порядке упоминания в тексте курсовой работы;

– порядковый номер источника в списке должен соответствовать номеру в ссылке, который приводится в тексте в квадратных скобках;

– сведения о книге (учебнике, монографии, справочнике и др.) включают фамилию и инициалы автора, заглавие книги, место издания, издательство, год издания, количество страниц. Фамилию автора следует указывать в именительном падеже. Если содержатся данные об одном, двух или трех авторах, то в описании приводят фамилии всех трех, при этом только фамилию первого выносят в заголовок. При наличии четырех и более авторов описание осуществляют под фамилией первого автора, указанного в издании, с добавлением сокращенного слова в квадратных скобках «[и др.]». Заглавие книги дается в том виде, в каком оно приведено на титульном листе. Примеры оформления приведены ниже.

1. Васильев, В. П. Аналитическая химия: учеб.: в 2 кн. / В. П. Васильев. – М.: Дрофа, 2004. – Кн. 2: Физико-химические методы анализа. – 4-е изд. – 384 с.

2. Коренман, Я. И. Задачник по аналитической химии: Титриметрические методы анализа: учеб. пособие / Я. И. Коренман, П. Т. Суханов, С. П. Калинкина. – Воронеж: ВГТА, 2001. – 336 с.

3. Барбалат, Ю. А. Основы аналитической химии: Практическое руководство: учеб. пособие / Ю. А. Барбалат, Г. Д. Брыкина, А. В. Гармаш; под ред. Ю.А. Золотова. – 2-е изд. – М.: Высш. шк., 2003. – 464 с.

4. Аналитическая химия. Проблемы и подходы: учеб.: в 2 т. / Под ред. Р Кельнера [и др.]; пер. с англ. под ред. Ю. А. Золотова. – М.: Мир: АСТ, 2004. – 728 с.

5. Руководство по методам анализа качества и безопасности пищевых продуктов / Российская Академия наук, Институт питания; редкол.: И. М. Скурихин, В. А. Тутельян. – М.: Медицина, 1998. – 341 с.

– сведения о статье из журнала, сборника должны включать фамилию и инициалы автора, наименование статьи, наименование журнала, наименование серии, год выпуска, номер издания, страницы, на которых статья размещена, как указано в нижеследующих примерах.

1. Анисимов, Б. Н. Определение содержания минеральных веществ методом атомно-абсорбционной спектроскопии в консервированных обеденных блюдах / Б. Н. Анисимов // Труды /

Всесоюз. науч.-исслед. ин-т консерв. и овощесуш. пром-ти. – М., 1975. – Вып. XXV: Качество сырья и совершенствование технологии его переработки. – С. 81–83.

2. Парфентьева, Т. Л. Определение калия в виноделии с помощью ионоселективного электрода / Т. Л. Парфентьева, Я. И. Турьян, С. А. Овчинникова // Известия вузов. Пищевая технология. – 1982. – № 6. – С. 108–111.

– при библиографическом описании технических нормативных правовых актов указывают индекс документа (ТКП, ГОСТ, СТБ, ТУ ВУ и др.), обозначение документа, дату введения в действие, место издания, издательство и год издания. Примеры оформления приведены ниже.

1. Продукты пищевые. Метод определения железа: ГОСТ 26928–86. – Введ. 01.07.88. – М.: Издательство стандартов, 1987. – 8 с.

2. Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов: ГОСТ 30178–96. – Введ. 01.07.1998. – Минск: Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации: Белорус. гос. ин-т стандартизации и сертификации, 1996. – 16 с.

3. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения: СТБ ИСО 5725–1–2002. – Введ. 01.07.2003. – Минск: Госстандарт: Белорус. гос. ин-т стандартизации и сертификации, 2000. – 26 с.

В курсовой работе предусмотрены обязательные **«Приложения»**:

- исходные данные для разработки проекта документа на МВИ;
- проект документа на МВИ.

В случае необходимости вынесения каких-либо расчетов или данных в приложение, в тексте курсовой работы должна быть на них ссылка. Независимо от количества приложений, они нумеруются арабскими цифрами в порядке упоминания, например: «Приложение 1». Приложение должно иметь название, например: «Проект документа на МВИ нитратов в корнеплодах ионометрическим методом». Приложение, содержащее текст разработанного документа, должно иметь двойную нумерацию страниц: сквозную (в рамках курсовой работы) и отдельную (в пределах текста документа). Указание о приложении должно быть приведено в содержании курсовой работы.

## **Глава 5. СОДЕРЖАНИЕ ДОКУМЕНТА НА МЕТОДИКУ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ**

Требования к содержанию документа на методику выполнения измерений приведены в ГОСТ 8.010 [12]. Как правило, документ на МВИ включает следующие структурные элементы:

- титульный лист;
- вводную часть;
- метод измерений;
- показатели точности МВИ;
- требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, растворам;
- условия выполнения измерений;
- требования к обеспечению безопасности выполняемых работ;
- требования к обеспечению экологической безопасности;
- требования к квалификации операторов;
- операции при подготовке к выполнению измерений;
- операции при выполнении измерений;
- операции обработки и вычислений результатов измерений;
- алгоритм оценивания неопределенности измерения<sup>\*</sup>;
- контроль приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости<sup>\*</sup>;
- контроль лабораторного смещения<sup>\*</sup>;
- контроль стабильности результатов измерений в лаборатории<sup>\*</sup>;
- требования к оформлению результатов измерений;
- приложение.

При разработке документа на МВИ микробиологических показателей, вместо структурных элементов, обозначенных «<sup>\*</sup>», включен раздел по валидации микробиологического метода [7].

Рассмотрим требования к содержанию каждого из вышеприведенных структурных элементов и примеры их оформления.

### **5.1. Титульный лист**

На титульном листе приводятся следующие сведения: наименование документа, сведения о его разработчиках и гриф утверждения руководителем организации-разработчика. Пример оформления титульного листа документа на МВИ приведен в приложении 4.

Наименование документа должно соответствовать требованиям государственной системы технического нормирования и стандартизации и отражать объект контроля, метод измерения и специфику измерения характеристики продукции.

*Пример 1.*

Методика выполнения измерений  $K_2O$  в жидком комплексном удобрении, обогащенном стимулятором роста, пламенно-фотометрическим методом.

*Пример 2.*

Определение калия в консервах для детского питания из моркови и яблок методом прямой потенциометрии с применением ионоселективного электрода.

*Пример 3.*

Методика газохроматографического определения винилацетата в воздухе рабочей зоны и газовых выбросах целлюлозно-бумажных производств.

*Пример 4.*

Метод определения количества мезофильных аэробных и факультативно анаэробных микроорганизмов в молочных продуктах с использованием готовых сухих стерильных питательных сред типа «Compact Dry».

## **5.2. Вводная часть**

Вводная часть устанавливает назначение и область распространения документа на МВИ и в ней приводится характеристика определяемого параметра, перечень анализируемых объектов, на которые распространяется методика, а также область ее применения (интервал измерений характеристики). Рабочий интервал МВИ рекомендуется устанавливать с учетом данных по нормированию измеряемой характеристики в законодательных и технических нормативных правовых актах.

*Пример 1.*

Настоящий документ устанавливает методику определения (далее – методика) содержания калия в однокомпонентных и купажируемых консервах для детского питания из моркови (соки с мякотью, пюре) и яблок (соки без мякоти, соки с мякотью, пюре) с преобладающей массовой долей морковного и/или яблочного соков (пюре) (далее – консервы) методом прямой потенциометрии с использованием  $K^+$ -селективного электрода. Методика не предназначена для определения

калия в консервах с добавлением молочных продуктов (молоко, сливки, творог и др.).

Интервал определяемых концентраций составляет от 50,0 до 160,0 мг/100 г.

Методика предназначена для экспрессного производственного контроля содержания калия в консервах на перерабатывающих предприятиях.

*Пример 2.*

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений (далее – методика) массовой концентрации метанола в пробах природных и очищенных сточных вод в диапазоне от 0,10 до 1,50 мг/дм<sup>3</sup> фотометрическим методом. При анализе проб воды с массовой концентрацией метанола, превышающей 1,50 мг/дм<sup>3</sup>, необходимо разбавление пробы дистиллированной водой.

Методика предназначена для использования в лабораториях, осуществляющих анализ природных и очищенных сточных вод.

*Пример 3.*

Настоящий документ устанавливает оптимизированный метод количественного определения общего бактериального загрязнения с использованием сухой лиофилизированной среды «Compact Dry» при проведении санитарно-бактериологических исследований молочных продуктов.

Документ предназначен для применения в лабораториях организаций, независимо от форм собственности, осуществляющих производственный контроль молока-сырья и продуктов его переработки в процессе промышленного производства и выпуска продукции; в лабораториях учреждений государственной санитарно-эпидемиологической службы Республики Беларусь, осуществляющих государственный ведомственный контроль, гигиеническую оценку и выдачу санитарно-эпидемиологических заключений, а также в лабораториях других организаций, аккредитованных в установленном порядке на право проведения контроля качества молочной продукции и молока-сырья.

### **5.3. Метод измерений**

Приводится сущность метода – описание принципа, положенного в основу метода, с указанием аналитического сигнала, который регистрируется, и его взаимосвязи с определяемой характеристикой. Если

для измерения характеристики применяют несколько методов, то описание каждого из них выделяют в отдельный подраздел.

*Пример 1.*

Для определения содержания калия в консервах используется метод прямой потенциометрии, основанный на измерении величины ЭДС, возникающей в электродной системе «ионоселективный мембранный электрод – хлорсеребряный электрод сравнения» и зависящей от концентрации определяемого элемента.

Сущность метода заключается в разбавлении анализируемой пробы буферным раствором, измерении в ней ЭДС с помощью мембранного ионоселективного электрода и определении концентрации калия с использованием градуировочной зависимости.

В качестве буферного раствора используют раствор хлористого натрия концентрации  $1 \cdot 10^{-1}$  моль/дм<sup>3</sup>.

*Пример 2.*

Измерение концентраций ртути в почвах, твердых минеральных материалах (песок, бетон, цемент, кирпич и др.) и отходах минерального происхождения основано на термической возгонке ртути из пробы анализируемого материала, промежуточном концентрировании ртутных паров на накопительном сорбенте, последующем повторном переводе ртути в газовую фазу и количественном определении методом беспламенной атомно-абсорбционной спектроскопии.

Измерению мешают примеси органических соединений, поглощающие в области 253,7 нм, присутствующие в воздухе в концентрациях, существенно превышающих ПДК для воздуха рабочей зоны.

*Пример 3.*

Методика, описанная в настоящем документе, основана на высеве определенного количества образца или его разведения на среду, инкубировании посевов, подсчете всех выросших видимых колоний.

Готовые стерильные сухие среды «Compact Dry» представляют собой чашку с сухой лиофилизированной средой, в которой содержатся необходимые питательные вещества, герметично закрытую пластмассовой крышкой, которая снимается перед посевом, закрывается после него, после чего чашки со средой термостатируются при соответствующих температурах.

Слой сухой питательной среды покрыт специальной матерчатой сеткой, обеспечивающей впитывание и распределение исследуемых проб по поверхности среды, при этом в течение нескольких секунд

сухая среда трансформируется в гель. Прозрачная крышка предохраняет среду от загрязнения при инкубации.

Среда для выявления и количественного подсчета мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов при культивировании в аэробных условиях содержит набор питательных веществ и хромогенный субстрат. Среда «Total counts» восстанавливает хромоген (2,3,5-трифенилтетразолий хлорид) в точках роста бактерий, что приводит к окрашиванию образующихся колоний в красный цвет. Некоторые бактерии могут давать на данной среде колонии другого цвета или нетипичного красного цвета.

#### 5.4. Показатели точности МВИ

Указывают числовые значения показателей точности, установленные для данной методики одним из способов в соответствии с требованиями СТБ ИСО 5725-2–СТБ ИСО 5725-5 [8–11] и ГОСТ 8.010 [12], или дают ссылку на документ, в котором они приводятся.

*Пример 1.*

Количественные значения показателей точности при доверительной вероятности  $p = 0,95$  приведены в таблице 5.1.

Таблица 5.1

##### Количественные значения показателей точности методики определения нитратов

Наименование и единицы измерения показателя точности	Норматив
Стандартное отклонение повторяемости ( $\sigma_r$ ), мг/100 г	1,3
Стандартное отклонение воспроизводимости ( $\sigma_R$ ), мг/100 г	4,2

*Пример 2.*

При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 5.2.

**Диапазон измерений, значения характеристик погрешности  
и ее составляющих при измерении массовой концентрации метанола**

Диапазон измеряемых концентраций метанола $X$ , мг/дм <sup>3</sup>	Стандартное отклонение повторяемости $\sigma_r$ , мг/дм <sup>3</sup>	Стандартное отклонение воспроизводимости $\sigma_R$ , мг/дм <sup>3</sup>	Показатель правильности $\pm\Delta_c$ , мг/дм <sup>3</sup>	Показатель точности $\pm\Delta$ , мг/дм <sup>3</sup>
От 0,10 до 1,50 включ.	$0,010 + 0,035 \cdot X$	$0,010 + 0,053 \cdot X$	$0,030 + 0,085 \cdot X$	$0,03 + 0,13 \cdot X$

Предел обнаружения метанола составляет 0,06 мг/дм<sup>3</sup>.

### 5.5. Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, растворам

Приводится перечень средств измерений и других технических средств, материалов и растворов, применяемых при выполнении измерений. В перечне наряду с наименованием указывают обозначения ТНПА, обозначения типов (моделей) средств измерений, их метрологические характеристики (класс точности, пределы допускаемых погрешностей, пределы измерений и др.), числовые значения свойств и обозначения степени чистоты для химических реактивов.

Описывается порядок приготовления всех видов и типов растворов (основные, рабочие, буферные и т. д.), используемых при реализации методики, а также условия и сроки их хранения.

*Пример 1.*

Фотометр или спектрофотометр любого типа (КФК-2, КФК-3, СФ-46, СФ-56 и др.) с диапазоном длин волн 315–990 нм, диапазоном измерений оптической плотности 0–2;

Иономеры различных марок с диапазоном измерения ЭДС от минус 3000 мВ до плюс 3000 мВ, дискретностью – 0,1;

Весы лабораторные Adventure AV 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 210 г по ГОСТ 24104–2001;

Термометр с диапазоном измерения от 0 до 100°C, с ценой деления 1°C по ГОСТ 28498–90;

Пипетки вместимостью 2, 5 и 10 см<sup>3</sup> исполнений 1, 1а, 2 и 2а 2-го класса точности по ГОСТ 29228–91;

Цилиндр мерный лабораторный 3–100–1 с допускаемой погрешностью не более  $\pm 0,5$  см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770–74.

*Пример 2.*

Мешалка магнитная типа ММ-5 по действующим ТНПА;

Обратный холодильник по ГОСТ 9499–70;

Центрифужные пробирки, объемом не менее 5 см<sup>3</sup>.

*Пример 3.*

Кислота соляная по ГОСТ 14261–77, ос.ч, плотностью 1,174 г/см<sup>3</sup>;

Натрий хлористый по ГОСТ 4233–77, х.ч.;

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709–72;

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026–76.

*Пример 4.*

Раствор динатриевой соли хромотроповой кислоты, 10%-ный.

В колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> помещают 1,5 г динатриевой соли хромотроповой кислоты, добавляют 14 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и растворяют энергичным встряхиванием, полученный раствор фильтруют. Раствор готовят непосредственно перед использованием.

*Пример 5.*

Для приготовления градуировочного раствора хлористого калия концентрации  $2 \cdot 10^{-3}$  моль/дм<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 2 см<sup>3</sup> основного раствора с концентрацией  $1 \cdot 10^{-1}$  моль/дм<sup>3</sup>, доводят до метки буферным раствором и перемешивают.

Указанные выше растворы готовят при температуре  $20 \pm 5^\circ\text{C}$ .

Сроки хранения растворов при температуре  $20 \pm 5^\circ\text{C}$  следующие: буферный раствор – не более 7 дней; основной раствор хлористого калия – не более 7 дней.

Градуировочные растворы готовят в день проведения анализа.

## **5.6. Условия выполнения измерений**

Указывается перечень влияющих величин, их номинальных значений и (или) границ диапазонов возможных значений, а также другие характеристики влияющих величин, требования к объекту измерений.

*Пример.*

При выполнении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха  $20 \pm 5^\circ\text{C}$ ;
- атмосферное давление 84,0–106,7 кПа (630–800 мм рт. ст.);
- влажность воздуха не более 80% при температуре  $20^\circ\text{C}$ ;
- напряжение питающей сети  $230 \pm 23$  В;
- частота переменного тока  $50 \pm 0,5$  Гц.

## **5.7. Требования к обеспечению безопасности выполняемых работ**

Приводятся требования по безопасности труда и производственной санитарии, которые необходимо соблюдать при выполнении измерений.

При наличии ТНПА, регламентирующих требования безопасности, производственной санитарии и охраны окружающей среды, в разделе приводят ссылку на эти документы.

### *Пример 1.*

Анализ по данной методике должен выполняться согласно инструкции «Основные правила безопасности работы в химических лабораториях. – М.: Химия, 1979 г.» и инструкции по эксплуатации, используемых средств измерений.

Требования безопасности – по ГОСТ 12.1.019–79, ГОСТ 12.2.003–91, ГОСТ 12.2.007.0–75, ГОСТ 12.2.091–2002, ГОСТ 12.3.019–80 и ГОСТ МЭК 61010–2–051–2002.

Требования пожарной безопасности – по ГОСТ 12.1.004–91 и пожарной защиты по ГОСТ 12.4.009–83.

### *Пример 2.*

При выполнении измерений массовой концентрации метанола в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в соответствующих ТНПА.

По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся ко 2-му, 3-му классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

Оператор должен быть проинструктирован о специфических мерах безопасности при работе с метанолом.

## **5.8. Требования к обеспечению экологической безопасности**

Приводится характеристика вредных для окружающей среды факторов, которые могут возникнуть при реализации методики и ссылки на соответствующие ТНПА в области охраны окружающей среды.

*Пример 1.*

В процессе выполнения анализа по данной методике не образуются выбросы и отходы, опасные для окружающей среды. Приготавливаемые анализируемые растворы не являются токсичными и утилизируются в порядке, установленном действующими законодательными актами Республики Беларусь в данной области.

*Пример 2.*

Вредно действующие вещества подлежат сбору и утилизации в соответствии с действующими законодательными актами Республики Беларусь в данной области.

Отработанные химические реактивы и отходы перед сливом в канализацию необходимо нейтрализовать хромовой смесью.

### **5.9. Требования к квалификации операторов**

Указываются требования к уровню квалификации (профессии, образованию, практическому опыту и др.) лиц, допускаемых к выполнению измерений.

*Пример 1.*

К выполнению измерений могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднее специальное образование, изучившие требования безопасности и настоящую методику и прошедшие подготовку для работы в качестве оператора фотометра.

*Пример 2.*

К выполнению измерений допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшие соответствующий инструктаж, освоившие метод в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

### **5.10. Операции при подготовке к выполнению измерений**

Содержится описание подготовительных работ, которые проводятся непосредственно перед проведением измерений. К таким операциям могут относиться следующие:

- подготовка средств измерений;
- подготовка пробы;
- приготовление растворов;

– установление градуировочной зависимости.

Если описание подготовительных операций приведено в других документах (или других пунктах разрабатываемого документа), в разделе приводят ссылки на эти документы (или соответствующие пункты разрабатываемого документа).

*Пример 1.*

Иономер готовят к работе согласно инструкции по эксплуатации,  $\text{Na}^+$ -селективный электрод – согласно паспорту на электрод.

*Пример 2.*

Отбор проб проводят по ГОСТ 26313 и ГОСТ 8756.0. Подготовка проб по ГОСТ 8756.0.

*Пример 3*

Приготовление градуировочного раствора

Градуировочный раствор с массовой концентрацией метанола  $0,0500 \text{ мг/см}^3$ , аттестованный по процедуре приготовления, готовят из метанола квалификации х.ч. в соответствии с приложением А.

*Пример 4.*

Установление градуировочной зависимости

Для приготовления образцов для градуировки в мерные колбы вместимостью  $50 \text{ см}^3$  помещают с помощью градуированной пипетки вместимостью  $10 \text{ см}^3$   $0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 \text{ см}^3$  раствора метанола с массовой концентрацией  $0,0500 \text{ мг/см}^3$ , доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Содержание метанола в полученных образцах равно соответственно  $0,000; 0,050; 0,100; 0,150; 0,200; 0,250; 0,300 \text{ мг}$ . Отбирают по  $5 \text{ см}^3$  каждого раствора в градуированные пробирки и далее проводят определение метанола, как указано в п. \_\_\_\_ (указывается соответствующий пункт методики) (исключая процедуру отгонки).

Градуировочную зависимость оптической плотности от содержания метанола в образце рассчитывают методом наименьших квадратов.

Градуировочную зависимость устанавливают при замене прибора или использовании хроматроповой кислоты из новой партии, но не реже одного раз в год.

### **5.11. Операции при выполнении измерений**

Приводится перечень, объем, последовательность, периодичность и число измерений, описание операций, требования к регистрируемым

результатам измерений (число значащих цифр и т. д.). Описывается порядок и сущность всех операций в процессе измерений.

Также приводят требования к массе и числу навесок пробы, а при необходимости указания о проведении «контрольного опыта» и описание операций по устранению влияния мешающих компонентов пробы.

*Пример 1.*

Исследуемую пробу, подготовленную по п. \_\_\_\_ (указывается пункт методики, в котором описана процедура подготовки пробы), массой 10 г, измеренной с точностью до первого десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и разбавляют буферным раствором. Объем доводят до метки тем же раствором и тщательно перемешивают.

Полученную суспензию переносят в стакан, куда опускают якорь магнитной мешалки, электродную пару (см. п. \_\_\_\_ (указывается пункт методики, в котором описана процедура измерения характеристики)) и измеряют величину ЭДС.

Проводят анализ двух параллельных проб.

*Пример 2.*

Лодочку с навеской анализируемого материала вносят в нагреватель электропечи. Величину навески варьируют в зависимости от содержания ртути в пробе. Масса навески составляет 0–20 мг.

Устанавливают корпус электропечи в камеру.

Рукоятку блока клапанов УВН-1 перемещают в положение «Н» – накопление.

Нажимают кнопку «Пуск ЭП». В период нагрева электропечи горит сигнальный светодиод «Режим». По окончании нагрева светодиод гаснет и подается звуковой сигнал.

Рукоятку блока клапанов перемещают в положение «И» – измерение.

Нажимают кнопку «Пуск» анализатора.

Через 6 с (после начала подачи звукового сигнала) нажимают кнопку «Отжиг НС» на лицевой панели УВН-1, при этом загорается соответствующий светодиод и горит все время, пока идет отжиг накопительного сорбента.

Снимают показания с цифрового табло анализатора.

Производят удаление остатков пробы из нагревателя.

Повторяют измерение фона до получения постоянной величины с учетом погрешности измерений.

Повторяют измерение содержания ртути в пробе.

## 5.12. Операции обработки и вычислений результатов измерений

Приводится описание способов обработки и получения результатов измерений, требования к представлению промежуточных и конечных результатов (число значащих цифр и т. д.). Если способы обработки результатов измерений установлены в других документах, в разделе приводят ссылки на эти документы.

В разделе при необходимости приводят данные, требуемые для получения результатов измерений (константы, таблицы, графики, уравнения и т. п.).

В разделе указывают требования о необходимости регистрации обработки результатов промежуточных измерений и при необходимости указывают форму такой регистрации.

*Пример 1.*

Расчет  $pC$  по установленной градуировочной зависимости

$pC$  определяют расчетным путем, используя установленную градуировочную зависимость (п. \_\_\_\_ (указывается пункт методики, в котором описана процедура установления градуировочной зависимости)), по следующей формуле:

$$pC = \frac{(E - a)}{b}, \quad (5.1)$$

Расчет концентрации калия в анализируемом растворе ( $C$ , моль/дм<sup>3</sup>)

Концентрацию калия в анализируемом растворе ( $C$ , моль/дм<sup>3</sup>) определяют по формуле:

$$C = 10^{-pC}, \quad (5.2)$$

где  $pC = -\lg C$  и определяют по п. \_\_\_\_ (указывается пункт методики, в котором описана процедура расчета  $pC$ ).

Расчет концентрации калия в анализируемой пробе ( $x$ , мг/100 г)

Содержание калия в исследуемом образце ( $x$ , мг/100 г) рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{C \cdot V \cdot 39,08 \cdot 100}{m}, \quad (5.3)$$

где  $C$  – концентрация калия в анализируемом растворе, моль/дм<sup>3</sup> (п. \_\_\_\_ (указывается пункт методики, в котором описана процедура расчета  $C$ ));  $V$  – объем анализируемого раствора (50 см<sup>3</sup>); 39,08 – мо-

лярная масса калия, г/моль;  $m$  – масса пробы, г; 100 – коэффициент пересчета с массы пробы на 100 г продукта.

Результаты вычислений округляют до одного знака после запятой.

Контроль приемлемости результатов параллельных определений, полученных при анализе рабочей пробы, осуществляют путем вычисления абсолютного значения разности между параллельными определениями и сравнения его с пределом повторяемости –  $r = 2,8 \cdot \sigma_r$ .

*Пример 2.*

По градуировочной зависимости (п. \_\_\_\_ (указывается пункт методики, в котором описана процедура установления градуировочной зависимости)) находят содержание метанола в отгоне  $q$ , мг.

Массовую концентрацию метанола в анализируемой пробе воды  $X$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{q \cdot 1000 \cdot 1,2}{V}, \quad (5.4)$$

где  $q$  – содержание метанола в отгоне, найденное по градуировочной зависимости, мг; 1,2 – коэффициент, учитывающий степень отгонки метанола из пробы воды;  $V$  – объем взятой для отгонки воды, см<sup>3</sup>.

Если измерение проводилось после разбавления отгона, то в полученный результат вводят соответствующую поправку.

### **5.13. Алгоритм оценивания неопределенности измерения**

Содержится процедура оценивания неопределенности результатов измерения или ссылка на документ, где она приведена.

### **5.14. Валидация микробиологического метода**

Данный структурный элемент приводится только в методиках определения микробиологических показателей. Валидация качественного метода заключается в определении относительной точности, относительной специфичности и относительной чувствительности в соответствии с требованиями п. 5.1.1 СТБ П ISO 16140–2003/2010 [7], количественного метода – линейной и относительной точности в соответствии с требованиями п. 6.2.1 СТБ П ISO 16140–2003/2010 [7].

### 5.15. Контроль приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

Приводится алгоритм контроля воспроизводимости результатов измерений.

*Пример*

Контроль воспроизводимости результатов измерений проводится 1 раз в квартал с использованием рабочих проб. Контроль проводится путем сравнения разности двух результатов измерений содержания меди в одной и той же рабочей пробе, полученных в разных лабораториях. Предел воспроизводимости  $R$ , рассчитывается по формуле:

$$R = 2,8 \cdot \sigma_R \quad , \quad (5.5)$$

где  $\sigma_R$  – стандартное отклонение воспроизводимости.

Если рассчитанное значение разности не превышает предела воспроизводимости  $R$ , то воспроизводимость контрольных измерений признается удовлетворительной. В этом случае воспроизводимость результатов измерений рабочих проб, полученных в условиях, соответствующих требованиям данной МВИ, признается удовлетворительной.

В случае превышения предела воспроизводимости контроль повторяют. При повторном превышении указанного норматива должны быть выяснены и устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля воспроизводимости.

### 5.16. Контроль лабораторного смещения

Приводится описание процедуры оценки лабораторного смещения и интерпретации полученных данных или ссылка на соответствующие документы (например, п. 5 СТБ 5725–4 [10]). Обязательно указываются требования к образцу, используемому в качестве эталонного материала.

*Пример.*

В качестве эталонного материала при оценке лабораторного смещения используются образцы продукции с известным содержанием витамина  $B_1$ , установленным другим стандартным методом, имеющим характеристики точности не меньше, чем у методики, описанной в настоящем документе. Если при расчетах лабораторное смещение признано значимым, то в результат измерения, рассчитанный в соответствии с п. \_\_\_\_ (указывается пункт методики, в котором описана

процедура обработки и вычисления результатов измерений), вносится поправка, равная значению смещения: « $+\hat{\Delta}$ » в случае положительного значения смещения и « $-\hat{\Delta}$ » в случае отрицательного значения смещения. Оценка неопределенности проводится для результата измерения, полученного с учетом поправки.

### **5.17. Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории**

Приводится описание процедур контроля стабильности повседневных результатов измерений в лаборатории и стабильности результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, а также используемые для этих целей методы.

Возможна ссылка на соответствующие пункты СТБ 5725–6 [16].

*Пример.*

Для контроля стабильности повседневных измерений концентрации железа в препарате осуществляют проверку стандартного отклонения в промежуточных условиях прецизионности с одним, двумя или тремя изменяющимися факторами (оператор, оборудование или время проведения измерений), полученными в пределах определенной лаборатории за достаточно длинный промежуток времени.

Для проверки стабильности результатов, получаемых в лаборатории, используются контрольные карты Шухарта и контрольные карты кумулятивных сумм. Порядок расчета указанных выше контрольных карт и интерпретации, отраженных в них данных, осуществляется в соответствии с п. 6.2. СТБ 5725–6.

### **5.18. Требования к оформлению результатов измерений**

Указывается форма представления результатов измерения характеристики по данной методике.

*Пример 1.*

Результат анализа по данной методике представляют по следующей формуле:

$$X \pm 2 \cdot u_c, \quad (5.6)$$

где  $X$  – результат анализа, мг/100 г; 2 – коэффициент охвата для выбранного уровня доверия  $p = 0,95$ ;  $u_c$  – суммарная неопределенность, мг/100 г.

Значения содержания фенола в пробе и суммарная неопределенность должны содержать одинаковое количество знаков после запятой.

Результаты измерений оформляются по форме, установленной действующей в лаборатории системой регистрации данных, и должны включать следующую информацию:

- наименование (шифр) пробы;
- дату проведения измерений;
- результаты измерений, включая все необходимые данные и промежуточные расчеты;
- результаты параллельных измерений;
- средний результат измерений;
- расхождение между параллельными определениями;
- вывод о приемлемости;
- результат анализа;
- фамилию оператора.

*Пример 2.*

Результаты измерений представляют в следующем виде:

$$(C \pm 0,46 \cdot C), \text{ мг/кг, или } C, \text{ мг/кг, } \pm 46\%, \quad (5.7)$$

где  $C$  – массовая концентрация ртути в пробе, мг/кг.

Результаты измерений заносят в журнал по форме таблицы 5.3.

Таблица 5.3

**Рекомендуемая форма заполнения рабочего журнала регистрации результатов измерения массовой концентрации ртути в пробах**

Дата	Наименование, шифр пробы	Масса ртути в пробе, нг		Массовая концентрация ртути в пробе, мг/кг	Контроль качества результатов измерений			
		Первое измерение	Второе измерение					
1	2	3	4	5	6	7	8	9

## 5.19. Приложения

Приводятся дополнительные данные и процедуры, использование и выполнение которых необходимо для реализации методики. Приложения могут быть обязательные, рекомендуемые или справочные.

Приложения могут содержать:

- алгоритм расчета градуировочной зависимости с использованием метода наименьших квадратов;
- константы, таблицы, графики, уравнения и т. п. необходимые для обработки (вычисления) результатов измерений;
- методику расчета неопределенности;
- форму протокола или журнала для регистрации результатов измерений.

## Глава 6. ИСХОДНЫЕ ДАННЫЕ И ЭТАПЫ ВЫПОЛНЕНИЯ КУРСОВОЙ РАБОТЫ

### 6.1. Выдача заданий и требования к исходным данным

*Задание на курсовую работу и исходные данные* для ее выполнения выдаются студенту преподавателем кафедры физико-химических методов сертификации продукции. Темы курсовых работ составляются таким образом, чтобы все изученные методы контроля качества промышленных и продовольственных товаров (микробиологические, оптические, резонансные, химические, хроматографические и электрофорез, электрофизические, электрохимические) были равномерно распределены среди студентов одной группы. Допускается самостоятельный выбор студентом темы курсовой работы при условии наличия необходимого количества экспериментальных данных, полученных им в процессе прохождения производственной практики.

*Исходными данными* для выполнения курсовой работы являются:

– статьи из научно-технической литературы на русском языке или иностранном языке с кратким описанием основных стадий выполнения анализа;

– патенты, описывающие способы измерения какой-либо характеристики;

– стандарты на методы контроля, утвержденные и введенные в действие до 1990 г.

– массив данных (результатов измерений), необходимый для расчета показателей точности разрабатываемой МВИ (для курсовой работы с расчетным способом оценки показателей точности МВИ).

При выполнении исследовательской курсовой работы (оценка показателей точности МВИ осуществляется экспериментальным способом) студентам предоставляются все необходимые технические средства и условия для проведения эксперимента в лабораториях кафедры, целью которого является получение необходимого количества результатов измерений для установления показателей точности разрабатываемой МВИ.

### 6.2. Основные этапы и график выполнения курсовой работы

Курсовая работа по методам контроля выполняется в несколько этапов, краткое описание которых приведено ниже.

*Составление обзора литературы.* На данном этапе проводится изучение, анализ и систематизация имеющейся в различных источниках научно-технической и патентной литературы информации по выбранной тематике:

- об анализируемой характеристике;
- о методах, применяемых для измерения характеристики, в том числе о рассматриваемом методе.

Если в качестве исходных данных к курсовой работе используется статья на иностранном языке, то на данном этапе осуществляется ее перевод на русский язык, который должен быть приведен в приложении к курсовой работе.

*Проведение экспериментальных исследований.* Данный этап выполняется только студентами, которые выбрали исследовательский тип курсовой работы, под руководством преподавателя-руководителя курсовой работы. Целью его является накопление экспериментальных данных, полученных в ходе измерений конкретной характеристики продукции в соответствии с разрабатываемой методикой.

При проведении экспериментальных исследований студент должен последовательно выполнить следующие операции:

1) составить план эксперимента, руководствуясь положениями разделов 4–6 СТБ ИСО 5725-2 [8] и разделов 5, 7 СТБ ИСО 5725-3 [9], а также информацией, приведенной в п. 3.2 настоящего пособия и в [21];

2) выбрать рабочие пробы для проведения экспериментальных исследований, которые должны отвечать следующим критериям:

- пробы должны быть стабильны в течение времени, необходимого для проведения эксперимента;
- их количество должно быть достаточным для выполнения программы эксперимента в полном объеме;
- предполагаемая величина измеряемой характеристики рабочих проб должна входить в область применения МВИ;

3) осуществить измерения характеристики в рабочих пробах в условиях внутрилабораторной воспроизводимости (разделы 5, 7 СТБ ИСО 5725-3 [9], п. 3.2 настоящего пособия, [21]).

*Оценка показателей точности МВИ* предусматривает расчетное оценивание показателей точности разрабатываемой методики:

- стандартного отклонения повторяемости – согласно процедуре, описанной в разделе 7 СТБ ИСО 5725-2 [8] и [21];

– стандартного отклонения внутрिलाбораторной воспроизводимости – согласно процедуре, описанной в разделе 8 СТБ ИСО 5725-3 [9] и [21];

– лабораторного смещения – согласно процедуре, описанной в разделе 5 СТБ ИСО 5725-4 [10] и [21].

*Разработка проекта документа на МВИ.* Структура документа на методику выполнения измерений и содержание каждого его элемента определяется исходя из информации, приведенной в главе 5 данного пособия.

*Оформление курсовой работы.* Требования к содержанию и оформлению курсовой работы приведены в главе 4 пособия.

*Проверка и защита курсовой работы.* Проверку курсовой работы осуществляет ее руководитель. Допущенная к защите курсовая работа передается на рецензию преподавателям кафедры физико-химических методов сертификации продукции. Оценка работы рецензентом осуществляется по 10-балльной шкале (табл. 6.1).

Таблица 6.1

**Критерии оценки курсовой работы рецензентом**

Критерии оценки	Максимальное количество баллов
Широта и глубина литературного поиска	2
Полнота и логическая последовательность изложения материала в аналитическом обзоре	2
Точность и правильность изложения документа на МВИ	3
Применение специальной терминологии	1
Правильность оформления работы	1
Грамотность изложения материала	1
Общее количество	10
Дополнительные баллы: – выполнение исследовательской курсовой работы; – использование статьи на иностранном языке	2–3 1

Форма рецензии представлена в приложении 5.

Защита курсовых работ осуществляется перед комиссией, в состав которой входят:

- руководитель(ли) курсовой работы;
- преподаватели, читающие лекции по следующим дисциплинам: «Механические и термические методы и приборы контроля», «Микробиологические методы контроля качества продовольственных товаров», «Оптические методы и приборы контроля промышленных и

продовольственных товаров», «Резонансные методы измерений», «Химико-аналитический контроль промышленных и продовольственных товаров», «Хроматография и электрофорез для контроля качества промышленных и продовольственных товаров» и «Электрофизические методы и приборы контроля качества промышленных и продовольственных товаров».

На защиту могут быть приглашены специалисты предприятий и организаций, осуществляющих разработку МВИ, подразделений РУП «БелГИМ» и органов Госстандарта, осуществляющих как разработку МВИ, так и надзор за метрологическим обеспечением испытаний в области подтверждения соответствия.

Для своевременного и качественного выполнения курсовой работы рекомендуется следующий график выполнения курсовой работы (табл. 6.2).

Таблица 6.2

**Сроки выполнения этапов курсовой работы**

Этапы выполнения курсовой работы	Срок выполнения	Темы групповых консультаций
1. Составление обзора литературы	1-я–4-я недели	Выбор и поиск источников информации для составления аналитического обзора литературы
		Правила изложения и оформления аналитического обзора литературы
2. Экспериментальные исследования	5-я–9-я недели	Составление плана эксперимента и выбор рабочих проб
3. Оценка показателей точности МВИ		Статистический анализ результатов эксперимента
4. Разработка проекта документа на МВИ	10-я–12-я недели	Требования к содержанию, изложению и оформлению документа на МВИ
5. Оформление курсовой работы	13-я–14-я недели	Структура, содержание и правила оформления работы
6. Проверка и рецензирование курсовой работы	15-я–16-я недели	–
7. Защита курсовой работы	17 неделя	–

### Пример отчета по оценке показателей точности

*Отчет по экспериментальным исследованиям и результаты расчетного оценивания параметров точности методики определения содержания калия в консервах для детского питания из моркови и яблок методом прямой потенциометрии с использованием ионоселективного электрода*

#### 1. Сведения общего характера

##### 1.1. Метод измерений

Методика предназначена для определения содержания калия в однокомпонентных и купажированных консервах для детского питания из моркови (соки с мякотью, пюре) и яблок (соки без мякоти, соки с мякотью, пюре) с преобладающей массовой долей морковного и/или яблочного соков (пюре) (далее – консервы) методом прямой потенциометрии с использованием  $K^+$ -селективного электрода. Методика не предназначена для определения калия в консервах с добавлением молочных продуктов (молоко, сливки, творог и др.).

Интервал определяемых концентраций составляет от 50,0 до 160,0 мг/100 г.

Методика предназначена для экспрессного производственного контроля содержания калия в консервах на перерабатывающих предприятиях.

##### 1.2. Источник

Для оценки точности применялся экспериментально-расчетный метод в соответствии с СТБ ИСО 5725–2 [1], СТБ ИСО 5725–4 [2].

##### 1.3. Описание

Объектами исследований были образцы консервов: соки с мякотью, соки без мякоти и пюре с различным содержанием калия, соответствующим трем уровням: от 50,0 до 85,0 мг/100 г, от 86,0 до 121,0 мг/100 г и от 122,0 до 160,0 мг/100 г.

Экспериментальные данные для оценки точности были получены в научно-исследовательских лабораториях БГТУ в условиях воспро-

изводимости – четыре группы наблюдений, в каждой из которых – по шесть результатов испытаний исследуемых образцов, полученных в условиях повторяемости.

## 2. Исходные данные

Исходные данные для оценки точности приведены в табл. П.1.1. На разных уровнях были использованы различные представители группы продукции:

– соки без мякоти: уровень 1 – сок яблочно красно-смородиновый; уровень 2 – сок яблочный с медом; уровень 3 – сок яблочно-черносмородиновый;

– соки с мякотью: уровень 1 – сок яблочный; уровень 2 – сок яблочно-тропический; уровень 3 – сок морковно-апельсиновый;

– пюре: уровень 1 – пюре морковно-сливовое; уровень 2 – пюре из яблок и черники; уровень 3 – пюре яблочно-банановое.

Таблица П.1.1

**Исходные данные для оценки точности**

Лаборатория, i	Сок без мякоти			Сок с мякотью			Пюре		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	73,7	106,7	126,8	57,9	108,5	130,2	78,7	113,2	140,5
	73,6	106,3	126,3	57,8	108,9	130,3	79,1	110,8	139,4
	72,7	105,6	126,7	57,4	108,6	130,9	73,7	113,4	141,5
	73,3	105,7	126,8	58,4	108,4	129,1	75,0	112,0	140,8
	73,8	107,1	126,9	57,4	108,1	128,3	76,6	114,8	142,5
	73,5	106,9	127,5	57,8	107,6	129,2	74,9	112,4	143,0
2	75,9	106,1	126,8	58,9	107,8	129,1	75,7	114,9	142,8
	78,2	106,0	127,2	58,1	108,7	130,9	75,8	110,2	144,1
	75,1	106,0	127,9	57,7	108,8	129,8	77,7	115,5	145,3
	74,5	105,0	128,1	57,6	108,2	128,2	77,5	112,9	143,9
	77,5	107,0	132,4	57,8	108,2	129,2	79,9	112,5	143,0
	77,3	107,2	132,9	56,8	107,9	129,8	78,2	113,4	144,2
3	70,7	106,0	132,9	57,2	108,9	130,8	75,6	114,1	141,2
	73,5	106,8	132,5	57,1	108,3	129,5	76,9	116,8	139,3
	72,9	106,2	132,6	60,8	108,8	131,1	77,4	117,2	140,1
	72,5	106,3	133,1	61,1	107,6	130,0	76,2	112,3	142,0
	71,8	106,1	132,7	61,1	107,9	129,6	75,6	117,9	141,7
	73,7	105,7	132,1	61,9	109,6	127,8	77,1	115,3	142,4

Продолжение таблицы П 1.1

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
4	73,4	104,4	126,7	58,8	107,8	124,6	75,8	114,5	139,3
	70,6	106,7	127,2	58,9	108,6	129,9	74,6	113,8	141,5
	75,3	107,2	128,4	57,4	108,1	129,5	76,5	116,4	138,7
	74,7	105,8	126,9	57,9	106,9	130,3	77,9	115,6	140,4
	72,5	104,9	127,2	58,3	107,9	130,1	78,1	117,2	141,2
	71,3	107,1	127,4	58	108,4	129,8	77,6	116,5	142

### 3. Расчет средних значений ячеек ( $\bar{y}_{ij}$ )

Средние значения ячейки, вычисленные по формуле 1 [1, формула 2], представлены в табл. П 1.2.

$$\bar{y}_{ij} = \frac{1}{n_{ij}} \sum_{k=1}^{n_{ij}} y_{ijk} \quad (1)$$

где  $i$  – идентификатор лаборатории;  $j$  – идентификатор уровня;  $k$  – идентификатор для конкретного результата испытаний в лаборатории  $i$  на уровне  $j$ ;  $n$  – количество результатов испытаний, полученных в одной лаборатории на одном уровне.

Таблица П 1.2

#### Средние значения ячеек

Ла- бора ра- то- рия, $i$	Сок без мякоти			Сок с мякотью			Пюре		
	Уровень ( $j$ )			Уровень ( $j$ )			Уровень ( $j$ )		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3
1	73,43	106,38	126,83	57,78	108,35	129,7	76,67	112,77	141,28
2	76,42	106,22	129,22	57,82	108,27	129,5	77,47	113,23	143,88
3	72,52	106,18	132,65	59,87	108,52	129,8	76,47	115,6	141,12
4	72,97	106,02	127,30	58,22	107,95	129,0	76,75	115,67	140,52

### 4. Определение мер рассеяния в ячейках

Для оценки мер рассеяния использовали внутриячеекное стандартное отклонение ( $S_{ij}$ ), которое было определено по формуле 2 [1, формула 3] и приведено в табл. П 1.3.

$$s_{ij} = \sqrt{\frac{1}{n_{ij} - 1} \sum_{k=1}^{n_{ij}} (y_{ijk} - \bar{y}_{ij})^2}. \quad (2)$$

Таблица П 1.3

**Внутрирайонные стандартные отклонения**

Лаборатория, <i>i</i>	Сок без мякоти			Сок с мякотью			Пюре		
	Уровень (j)			Уровень (j)			Уровень (j)		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3
1	0,40	0,63	0,39	0,37	0,45	0,96	1,84	1,36	1,33
2	1,47	0,80	2,71	0,69	0,41	0,90	1,58	1,89	0,91
3	1,13	0,37	0,34	2,14	0,73	1,17	0,78	2,12	1,19
4	1,86	1,18	0,59	1,85	0,80	2,00	1,38	1,30	1,30

**5. Анализ результатов на совместимость и наличие выбросов**

Расчет статистик совместимости Манделя *h* и *k* выполняли по формулам 3, 4 [1, формулы 6,7].

$$h_{ij} = \frac{\bar{y}_{ij} - \bar{y}_j}{\sqrt{\frac{1}{(p_i - 1)} \sum_{i=1}^{p_j} (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_j)^2}}; \quad (3)$$

$$k_{ij} = \frac{s_{ij} \sqrt{p_j}}{\sqrt{\sum s_{ij}^2}}. \quad (4)$$

Сравнение полученных результатов с индикаторами для статистики Манделя *h*, равными 1,49 и 1,42 для уровней значимости 1 и 5% [1, раздел 8] указывает на отсутствие разбросов и выбросов.

Диаграмма *k* в сравнении с индикаторами для статистики Манделя, равными 1,55 и 1,40 для уровней значимости 1 и 5% соответственно [1, раздел 8] демонстрирует изменчивость между повторными результатами испытаний для лаборатории 2. Эти результаты испытаний требуют мер по поиску возможных объяснений и корректирующих действий.

Критерий Кохрена при *n* = 6 для группы наблюдений *p* = 4 дает в результате критические значения, равные 0,676 и 0,590 для уровней значимости 1 и 5% соответственно [1, раздел 8].

Расчет статистики, лежащей в основе критерия Кохрена, проводили по формуле 5 [1, формула 8]

$$C = \frac{s_{\max}^2}{\sum_{i=1}^p s_i^2}, \quad (5)$$

где  $s_{\max}$  – наибольшее стандартное отклонение в совокупности;

$\sum_{i=1}^p s_i^2$  – сумма стандартных отклонений уровня.

Наибольшее значение для соков без мякоти:

– для уровня 1 в лаборатории 2:  $\sum s^2 = 7,05$ ;  $C = 0,49$ ;

– для уровня 2 в лаборатории 2:  $\sum s^2 = 2,55$ ;  $C = 0,54$ ;

– для уровня 3 в лаборатории 2:  $\sum s^2 = 7,94$ ;  $C = 0,92$ .

Наибольшее значение для соков с мякотью:

– для уровня 1 в лаборатории 2:  $\sum s^2 = 8,60$ ;  $C = 0,53$ ;

– для уровня 2 в лаборатории 3:  $\sum s^2 = 1,55$ ;  $C = 0,42$ ;

– для уровня 3 в лаборатории 3:  $\sum s^2 = 7,13$ ;  $C = 0,56$ .

Наибольшее значение для пюре:

– для уровня 1 в лаборатории 1:  $\sum s^2 = 8,36$ ;  $C = 0,40$ ;

– для уровня 2 в лаборатории 3:  $\sum s^2 = 11,61$ ;  $C = 0,39$ ;

– для уровня 3 в лаборатории 1:  $\sum s^2 = 5,70$ ;  $C = 0,31$ .

Анализ значений статистики Кохрена указывает на то, что значение  $C = 0,92$  для сока яблочно-черносмородинового без мякоти, полученное в лаборатории 2, является выбросом, таким образом ячейка, содержащая это значение исключается из дальнейших расчетов.

С учетом выброса для сока яблочно-черносмородинового без мякоти критерий Кохрена при  $n = 6$  для группы наблюдений  $p = 3$  дает в результате критические значения, равные 0,793 и 0,707 для уровней значимости 1 и 5% соответственно [1, раздел 8]. Наибольшее значение  $s$  оказалось в лаборатории 4:  $\sum s^2 = 0,67$ ;  $C = 0,57$ .

В результате сравнения значений статистики Кохрена с критическими значениями можно сделать вывод о том, что наибольшее значение не является выбросом.

Критерий Граббса с учетом выбросового значения, полученного с помощью критерия Кохрена, рассчитывали по формулам 6, 7 [1, формула 9, 10, 11] для проверки одного выбросового значения и по формулам 8, 9 [1, формулы 12–15] для проверки двух выбросовых значений. В соответствии с [1, п. 7.3] для уровня 3 соков без мякоти проверку двух выбросовых значений не проводили. Результаты расчета приведены в табл. П 1.4.

Для проверки одного наибольшего выбросового значения:

$$G_p = (x_p - \bar{x}) / s, \quad (6)$$

где  $\bar{x} = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p x_i$  – среднее значение на уровне;  $x_p$  – наибольшее значение на уровне;

$s = \sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2}$  – стандартное отклонение уровня.

Для проверки одного наименьшего выбросового значения:

$$G_1 = (\bar{x} - x_1) / s, \quad (7)$$

где  $\bar{x} = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p x_i$  – среднее значение на уровне;  $x_1$  – наименьшее значение на уровне;

$s = \sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2}$  – стандартное отклонение уровня.

Для проверки двух наибольших выбросовых значений:

$$G = s_{n-1,n}^2 / s_0^2, \quad (8)$$

где;  $s_0^2 = \sum_{i=1}^n (y_k - y_w)^2$ ;  $s_{n-1,n}^2 = \sum_{i=1}^{n-2} (y_k - \bar{y}_{n-1,n})^2$ ;  $\bar{y}_{n-1,n} = \frac{1}{n-2} \sum_{i=1}^{n-2} y_i$ .

Для проверки двух наименьших выбросовых значений:

$$G = s_{1,2}^2 / s_0^2, \quad (9)$$

где  $s_{1,2}^2 = \sum_{i=3}^n (y_i - \bar{y}_{1,2})^2$ ;  $\bar{y}_{1,2} = \frac{1}{n-2} \sum_{i=3}^n y_i$ .

Критические значения критерия Граббса при числе измерений  $n = 6$  для  $p = 4$  лабораторий равны 1,496 и 1,481 для 1 и 5% соответственно, а для уровня 3 соков без мякоти при числе измерений  $n = 6$  для  $p = 3$  лабо-

раторий равны 1,155 для 1 и 5% – при оценке одного выбросового значения; 0,0000 и 0,0002 для 1% и 5% соответственно – при оценке двух выбросовых значений. В данном случае нет разбросов и выбросов.

Таблица П 1.4

**Применение критерия Граббса к средним значениям ячеек**

Тип критерия	Сок без мякоти			Сок с мякотью			Пюре		
	Уровень (j)			Уровень (j)			Уровень (j)		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Одиночный									
Нижний	0,75	1,22	0,65	0,65	1,35	1,40	0,85	1,01	0,79
Верхний	1,47	1,22	1,15	1,47	1,03	0,90	1,44	0,88	1,46
Двойной									
Нижний	0,48	0,21		0,47	0,09	0,03	0,45	$3 \cdot 10^{-4}$	0,51
Верхний	0,01	0,21		$2,1 \cdot 10^{-4}$	0,30	0,33	0,04	$1,5 \cdot 10^{-2}$	0,03

**6. Расчет общего среднего значения, межлабораторной дисперсии, дисперсий повторяемости и воспроизводимости**

Межлабораторную дисперсию  $S_{Lj}^2$ , стандартное отклонение повторяемости  $S_{rj}$ , стандартное отклонение воспроизводимости  $S_{Rj}$  и общее среднее  $\hat{m}$  определяли в соответствии с [1, приложение В]. Ниже в качестве примера приведены расчеты по одному из образцов (соки без мякоти) для уровня 1 (формулы 10–20).

Количество группы наблюдений  $p = 3$ .

$$T_1 = \sum n_i \cdot \bar{y}_i = 1772; \quad (10)$$

$$T_2 = \sum n_i \cdot (\bar{y}_i)^2 = 130888,6 \quad (11)$$

$$T_3 = \sum n_i = 24; \quad (12)$$

$$T_4 = \sum n_i^2 = 144; \quad (13)$$

$$T_5 = \sum (n_i - 1) \cdot s_i^2 = 35,163; \quad (14)$$

$$s_r^2 = \frac{T_5}{T_3 - p} = 1,76; \quad (15)$$

$$s_L^2 = \left[ \frac{T_2 T_3 - T_1^2}{T_3(p-1)} - s_r^2 \right] \cdot \left[ \frac{T_3(p-1)}{T_3^2 - T_4} \right] = 10,13; \quad (16)$$

$$s_R^2 = s_L^2 + s_r^2 = 11,89; \quad (17)$$

$$\bar{\kappa} = \frac{T_1}{T_3} = 73,83 \quad (18)$$

$$s_r = 1,33; \quad (19)$$

$$s_R = 3,45; \quad (20)$$

Расчеты для остальных уровней выполняли аналогично. Полученные результаты представлены в табл. П 1.5.

Таблица П 1.5

Расчитанные значения  $\bar{\kappa}_j, S_{rj}, S_{Rj}$

Значение	Сок без мякоти			Сок с мякотью			Пюре		
	Уровень $j$			Уровень $j$			Уровень $j$		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3
$\bar{\kappa}_j$	73,83	106,20	128,93	58,42	108,27	129,50	76,84	114,32	141,70
$S_{Rj}$	<b>3,45</b>	0,80	3,26	2,17	0,75	1,34	1,42	3,09	2,95
$S_{rj}$	1,33	0,80	0,45	1,47	0,62	1,34	1,45	<b>1,70</b>	1,19

Учитывая существенные различия в значениях дисперсий повторяемости и воспроизводимости, приведенных в табл. П 1.5, для установления нормативов стандартного отклонения повторяемости и воспроизводимости были выбраны максимальные из полученных значений  $S_{rj}$  и  $S_{Rj}$ :

Стандартное отклонение повторяемости – 1,7 мг/100г;

Стандартное отклонение воспроизводимости – 3,5 мг/100г.

## 7. Определение лабораторного смещения отдельной лаборатории, использующей стандартный метод измерений

### 7.1. Проверка внутрилабораторного стандартного отклонения

Исходные данные для проведения статистического анализа приведены в табл. П 1.6.

Таблица П 1.6

Исходные данные для определения лабораторного смещения

Номер измерения, $i$	Уровень (j)		
	1	2	3
	Сок морковно-апельсиновый	Сок яблочный с мякотью	Сок яблочно-красно-смородиновый
1	139,8	105,4	81,1
2	141,4	104,1	78,4
3	138,7	105,3	79,8
4	141,8	107,9	80,1
5	139,4	106,8	78,7

Средние значения ячеек, вычисленные по формуле 23 [2, формула 21], представлены в табл. П 1.7.

$$\bar{y}_w = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n y_k, \quad (23)$$

где  $\bar{y}_w$  – внутрилабораторное среднее значение;  $y_k$  – конкретное значение  $i$ -го измерения на  $j$ -м уровне.

Таблица П 1.7

Среднее значение ячеек

Среднее значение ячейки	Уровень j		
	1	2	3
	140,2	105,9	79,6

Значения внутрилабораторного стандартного отклонения, вычисленного по формуле 24 [1, формула 22], приведены в табл. П 1.8.

$$s_w = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (y_k - \bar{y}_w)^2}, \quad (24)$$

где  $\bar{y}_w$  – внутрилабораторное среднее значение;  $y_k$  – конкретное значение  $i$ -го измерения на  $j$ -м уровне.

Таблица П 1.8

**Внутрилабораторное стандартное отклонение**

Внутрилабораторное стандартное отклонение $S_w$	Уровень $j$		
	1	2	3
	1,3	1,5	1,1

Для проверки расположенных в порядке возрастания результатов испытаний  $y_i$  для  $i=1,2...n$  на наличие выбросов использовали критерий Граббса. Критерий Граббса рассчитывали по формулам 25, 26 [1, формулы 9,10,11] для проверки одного выбросового значения и по формулам 27, 28 [1, формулы 12–15] для проверки двух выбросовых значений. Результаты расчета приведены в табл. П 1.9.

Таблица П 1.9

**Результаты применения критерия Граббса к средним значениям ячеек**

Тип критерия	Уровень $j$			Критические значения статистики Граббса	
	1	2	3		
Одиночный					
Верхний	1,19	1,36	1,35	Выше 1%	Выше 5%
Нижний	1,14	1,22	1,12	1,764	1,715
Двойной					
Верхний	0,04	0,04	0,14	Ниже 1%	Ниже 5%
Нижний	0,16	0,11	0,12	0,0018	0,0090

Для проверки одного наибольшего выбросового значения:

$$G_p = (y_{k_{\max}} - y_w) / S_w, \quad (25)$$

где  $y_{k \max}$  – наибольшее значение на уровне;  $y_w$  – внутричeyковoe среднее значение на соответствующем  $j$ -м уровне.

Для проверки одного наименьшего выбросового значения:

$$G_1 = (y_w - y_{k \min}) / S_w, \quad (26)$$

где  $y_{k \min}$  – наименьшее значение на уровне;  $y_w$  – внутричeyковoe среднее значение на соответствующем  $j$ -м уровне.

Для проверки двух наибольших выбросовых значений:

$$G = s_{n-1,n}^2 / s_0^2, \quad (27)$$

где  $s_0^2 = \sum_{i=1}^n (y_k - y_w)^2$ ;  $s_{n-1,n}^2 = \sum_{i=1}^{n-2} (y_k - \bar{y}_{n-1,n})^2$ ;  $\bar{y}_{n-1,n}^2 = \frac{1}{n-2} \sum_{i=1}^{n-2} y_i$ .

Для проверки двух наименьших выбросовых значений:

$$G = s_{1,2}^2 / s_0^2, \quad (28)$$

где  $s_{1,2}^2 = \sum_{i=3}^n (y_i - \bar{y}_{1,2})^2$ ;  $\bar{y}_{1,2}^2 = \frac{1}{n-2} \sum_{i=3}^n y_i$ .

В данном случае нет разбросов и выбросов.

Оценку  $S_w$  получили по формуле 29 [2, формула 23]:

$$C'' = (s_w / \sigma_r^2), \quad (29)$$

где  $\sigma_r$  – стандартное отклонение повторяемости используемого стандартного метода,  $\sigma_r = 1,7$ ;  $S_w$  – внутрилабораторное стандартное отклонение.

Значение  $C''$  необходимо сравнить с критическим значением, найденным по формуле 30 [2]:

$$C'' = \chi_{(1-\alpha)}^2(v) / v, \quad (30)$$

где  $\chi_{(1-\alpha)}^2(v)$  –  $(1-\alpha)$ -квантиль распределения  $\chi^2$  с  $v = n - 1$  степенями свободы;  $\alpha = 0,05$  – уровень значимости.

$$C''_{crit} = 9 / 49 / 4 = 2,37.$$

Значения оценок  $S_w$  приведены в таблице П 1.10.

Оценка  $S_w$ 

Значение оценки $S_w, C''$	Уровень $j$		
	1	2	3
	0,61	0,75	0,41

В результате сравнения значений оценок  $S_w$  с критическим значением  $C''_{crit}$  можно сделать вывод о возможности использования значения стандартного отклонения повторяемости метода измерений  $\sigma_r$  для определения лабораторного смещения для всех уровней.

## 7.2. Оценка лабораторного смещения

Оценку  $\hat{\Delta}$  лабораторного смещения  $\Delta$  находили по формуле 31 [2, формула 24]:

$$\hat{\Delta} = \bar{y}_w - \mu, \quad (31)$$

где  $\bar{y}_w$  – внутрилабораторное среднее значение;  $\mu$  – истинное значение, полученное другим стандартным методом [3].

Значения оценок  $\hat{\Delta}$  лабораторного смещения  $\Delta$  приведены в табл. П 1.11:

Таблица П 1.11

Оценка  $\hat{\Delta}$ 

Значение оценки $\Delta, \hat{\Delta}$	Уровень $j$		
	1	2	3
$\hat{\Delta}$	0,22	-0,1	0,42

Вариация оценки лабораторного смещения обусловлена разбросом результатов измерений и выражается как стандартное отклонение по формуле 32 [2, формула 25]

$$\sigma_{\hat{\Delta}} = \sigma_r / \sqrt{n}. \quad (32)$$

Расчет 95%-го интервала для лабораторного смещения проводили по формуле 33 [2, формула 27]

$$\hat{\Delta} - A_w \sigma_r \leq \Delta \leq \hat{\Delta} + A_w \sigma_r \quad (33)$$

где  $A_w = \frac{1,96}{\sqrt{n}}$  – внутрилабораторный коэффициент, используемый для рас-

чета неопределенности оценки;  $\hat{\Delta}$  – оценка лабораторного смещения  $\Delta$ .

Границы рассчитанных интервалов приведены в табл. П 1.12.

Таблица П 1.12

**Интервалы для оценки лабораторного смещения**

Границы интервала	Уровень $j$		
	1	2	3
$\hat{\Delta} - A_w \sigma_r$	-1,27	-1,59	-1,07
$\hat{\Delta} + A_w \sigma_r$	1,71	1,39	1,91

Так как полученные интервалы содержат нулевое значение, то лабораторное смещение признается незначимым при  $\alpha = 0,05$ .

**8. Определение норматива для контроля правильности установления градуировочной зависимости**

Исходные данные приведены в табл. П 1.13 (три группы измерений).

Таблица П 1.13

**Исходные данные**

$pC$	$E, \text{ мВ}$		
2,1	121	119	118
2,2	114	110	112
2,4	104	103	104
2,7	87	83	85
$\overline{pC} = 2,35$	$\overline{E} = 106,5$	$\overline{E} = 103,75$	$\overline{E} = 104,75$
Градуировочная функция	$E = 237,4 - 55,7 \cdot pC$	$E = 238,6 - 57,4 \cdot pC$	$E = 231,7 - 54,0 \cdot pC$

Неопределенность измерения  $C = 5 \cdot 10^{-3}$  моль/дм<sup>3</sup> в рабочем растворе хлористого калия при использовании установленной градуировочной зависимости рассчитывали по методике оценки неопределенно-

сти к [3]. Результаты расчета и допускаемая величина отклонения от истинного значения ( $5 \cdot 10^{-3}$  моль/дм<sup>3</sup>) приведены в табл. П 1.14.

Таблица П 1.14

**Результаты расчета допускаемой величины отклонения концентрации от истинного значения**

Группа измерений	$u$ (С)	Допускаемая величина отклонения концентрации	
		моль/дм <sup>3</sup>	%
1	$1,02 \cdot 10^{-4}$	$2,0 \cdot 10^{-4}$	4,0
2	$9,00 \cdot 10^{-4}$	$1,8 \cdot 10^{-3}$	36,0
3	$4,50 \cdot 10^{-4}$	$9,0 \cdot 10^{-4}$	18,0

Результаты экспериментального определения концентрации калия в рабочем растворе хлористого калия для трех градуировочных функций (табл. П 1.13) и установленное отклонение концентрации от истинного значения приведены в табл. П 1.15.

Таблица П 1.15

**Результаты экспериментального определения концентрации калия в рабочем растворе хлористого калия –  $5 \cdot 10^{-3}$  моль/дм<sup>3</sup>**

Группа измерений	$E$ , мВ	$C_{\text{эксп}}$ , моль/дм <sup>3</sup>	Отклонение от истинного значения, %
1	109	$5,0 \cdot 10^{-3}$	0
2	108	$5,3 \cdot 10^{-3}$	6,0
3	108	$5,1 \cdot 10^{-3}$	2,0

Учитывая данные, приведенные в табл. П 1.14 и П 1.15, в качестве критерия, характеризующего отклонение значения концентрации калия в рабочем растворе от истинного ( $5 \cdot 10^{-3}$  моль/дм<sup>3</sup>), было выбрано максимальное значение отклонения, установленное экспериментальным путем (табл. П 1.15) – 6,0%.

**Список использованных источников**

1. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений: СТБ ИСО 5725–2–2002. – Введ. 01.07.2003. – Минск: Госстандарт: Белорус. гос. ин-т стандартизации и сертификации, 2000. – 54 с.

2. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений: СТБ ИСО 5725-4-2002. – Введ. 01.07.2003. – Минск: Госстандарт: Белорус. гос. ин-т стандартизации и сертификации, 2000. – 31 с.

3. Методика определения калия, натрия, фосфора в плодоовощных консервах для детского питания на основе кислотного экстрагирования: МВИ. МН 1922-2003: утв. РУП «Белорусский научно-исследовательский институт пищевых продуктов» 21.07.2003. – Минск: БелНИИ пищевых продуктов, 2003. – 18 с.

### Пример реферата

Работа 67 с., 5 табл., 5 рис., 21 источник.

**НАТРИЙ, ПИТЬЕВАЯ ВОДА, МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ, ПРЯМАЯ ПОТЕНЦИОМЕТРИЯ, ИОНОСЕЛЕКТИВНЫЕ ЭЛЕКТРОДЫ, УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ АНАЛИЗА, ГРАДУИРОВОЧНЫЙ ГРАФИК, МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЯ, НЕОПРЕДЕЛЕННОСТЬ ИЗМЕРЕНИЯ**

Цель работы – разработка экспресс-методики определения концентрации натрия в питьевой воде. Объектом исследования были пробы питьевой воды с содержанием ионов натрия в диапазоне концентраций от 0 до 200 мг/дм<sup>3</sup>.

В процессе работы проведен анализ технических нормативно-правовых актов и источников научно-технической литературы в области нормирования содержания натрия в воде и применяемых в аналитической практике методов определения данного макроэлемента. Обоснована возможность применения метода прямой потенциометрии для экспрессного определения количества натрия в воде.

В рамках экспериментальной части работы выполнены исследования по подбору оптимальных условий определения количества натрия в воде методом прямой потенциометрии. Оценка точности результатов измерения проводилась путем их сравнения с данными, полученными стандартным методом эмиссионной фотометрии пламени.

На основе проведенных теоретических и экспериментальных исследований разработан проект методики выполнения измерений по определению концентрации натрия в питьевой воде методом прямой потенциометрии. Документ составлен в соответствии с требованиями законодательства Республики Беларусь в области метрологии и включает методику оценивания неопределенности результатов измерений.

Основными преимуществами данной методики являются приемлемая точность получаемых результатов измерений 6,0–11,0%, экспрессность, доступность и низкая стоимость – на 65,0% дешевле метода эмиссионной фотометрии пламени. Практическая значимость работы заключается в возможности использования ее результатов в испытательных лабораториях с соответствующей областью аккредитации.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 3

### Форма задания для курсовой работы

Учреждение образования  
«БЕЛОРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ  
УНИВЕРСИТЕТ»

ФАКУЛЬТЕТ \_\_\_\_\_

Кафедра физико-химических методов сертификации продукции

УТВЕРЖДАЮ  
Заведующий кафедрой ФХМСП  
\_\_\_\_\_  
ФИО  
«\_\_» \_\_\_\_\_ 201\_г.

#### ЗАДАНИЕ по курсовому проектированию по дисциплине

«\_\_\_\_\_»

для студента \_\_\_\_ курса \_\_\_\_\_  
Ф.И.О.

1. Тема работы: *«Разработать проект документа на методику выполнения измерения \_\_\_\_\_»*
2. Срок сдачи студентом законченной работы «\_\_» \_\_\_\_\_ 201\_г.
3. Источник исходных данных: \_\_\_\_\_
4. Содержание курсовой работы:
  - Введение**
  - Аналитический обзор литературы**
  - Экспериментальная часть**
  - Разработка проекта документа на методику выполнения измерений**
  - Заключение**
  - Список использованных источников**
  - Приложения** – проект документа на методику выполнения измерений.
5. Консультанты по проекту: кафедра ФХМСП
6. Дата выдачи задания «\_\_» \_\_\_\_\_ 201\_г.

Руководитель проекта \_\_\_\_\_ ФИО преподавателя  
Задание принял к исполнению \_\_\_\_\_ ФИО студента

## ПРИЛОЖЕНИЕ 4

### Форма титульного листа документа на методику выполнения измерений

**УТВЕРЖДАЮ**

Проректор по научной работе БГТУ

\_\_\_\_\_ О. Б. Дормешкин

« \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 201\_ г.

### МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НАТРИЯ

В ПИТЬЕВОЙ ВОДЕ МЕТОДОМ ПРЯМОЙ ПОТЕНЦИОМЕТРИИ  
С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИОНОСЕЛЕКТИВНОГО ЭЛЕКТРОДА

МВИ \_\_\_\_\_ – 2013

**РАЗРАБОТАНО:**

Кафедра ФХМСП

Заведующий

\_\_\_\_\_ С.С. Ветохин  
« \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2013 г.

Студент IV курса ф-та ТОВ

\_\_\_\_\_ К.М. Свиридов  
« \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2013 г.

Минск 201\_



## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Об обеспечении единства измерений: Закон Респ. Беларусь, 5 сентября 1995 г., № 3848–XII: в ред. Закона Респ. Беларусь от 04.01.2010 г. // Эталон – Беларусь [Электронный ресурс] / Нац. центр правовой информ. Респ. Беларусь. – Минск, 2012.
2. Системы менеджмента качества. Основные положения и словарь: СТБ ИСО 9000–2006. – Введ. 01.05.2007. – Минск: Госстандарт: Белорус. гос. ин-т стандартизации и сертификации, 2006. – 32 с.
3. Оценка соответствия. Словарь и общие принципы: ИСО/МЭК 17000–2004. – Введ. 01.11.2004. – Женева, 2004. – 22 с.
4. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения: СТБ ИСО 5725–1–2002. – Введ. 01.07.2003. – Минск: Госстандарт: Белорус. гос. ин-т стандартизации и сертификации, 2000. – 26 с.
5. Государственная система обеспечения единства измерений. Нормируемые метрологические характеристики средств измерений: ГОСТ 8.009–84. – Введ. 01.01.1986. – М.: Издательство стандартов, 1985. – 32 с.
6. Единая система программной документации. Схемы алгоритмов, программ данных и систем. Условные обозначения и правила выполнения: ГОСТ 19.701–90. – Введ. 01.01.1992. – М.: Издательство стандартов, 1991. – 26 с.
7. Микробиология пищевых продуктов и кормов для животных. Протокол валидации альтернативных методов: СТБ П ISO 1641-2003/2010. – Введ. 01.10.2010. – Минск: Госстандарт, 2010. – 33 с.
8. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений: СТБ ИСО 5725–2–2002. – Введ. 01.07.2003. – Минск: Госстандарт: Белорус. гос. ин-т стандартизации и сертификации, 2000. – 54 с.
9. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений: СТБ ИСО 5725–3–2002. – Введ. 01.07.2003. – Минск: Госстандарт: Белорус. гос. ин-т стандартизации и сертификации, 2000. – 36 с.
10. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений: СТБ ИСО 5725–4–2002. – Введ.

01.07.2003. – Минск: Госстандарт: Белорус. гос. ин-т стандартизации и сертификации, 2000. – 31 с.

11. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений: СТБ ИСО 5725–5–2002. – Введ. 01.07.2003. – Минск: Госстандарт: Белорус. гос. ин-т стандартизации и сертификации, 2000. – 57 с.

12. Государственная система обеспечения единства измерений. Методика выполнения измерений. Основные положения: ГОСТ 8.010–99. – Введ. 01.06.2001. – М.: Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации: Белорус. гос. ин-т стандартизации и сертификации, 1999. – 23 с.

13. Руководство по выражению неопределенности измерения / Пер. с англ. под науч. ред. проф. Слаева В. А. – СПб.: ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, 1999. – 134 с.

14. Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях / Пер. с англ. Р. Л. Кадиса, Г. Р. Нежиховского, В. Б. Сими́на; под ред. Л. А. Конопелько. – 2-е изд. – СПб.: ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, 2002. – 150 с.

15. Ефремова, Н. Ю. Оценка неопределенности в измерениях. Практическое пособие / Н. Ю. Ефремова. – Минск: БелГИМ, 2003. – 50 с.

16. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике: СТБ ИСО 5725–6–2002. – Введ. 01.07.2003. – Минск: Госстандарт: Белорус. гос. ин-т стандартизации и сертификации, 2000. – 50 с.

17. Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь. Метрологическое подтверждение пригодности методик выполнения измерений. Правила проведения работ: ТКП 8.006–2011. – Введ. 01.02.2012. – Минск: Госстандарт: Белорус. гос. ин-т стандартизации и сертификации, 2011. – 12 с.

18. Проекты (работы) курсовые. Требования и порядок подготовки, представление к защите и защита: СТП БГТУ 002–2007. – Введ. 02.05.2007. – Минск: БГТУ, 2007. – 44 с.

19. Система стандартов по информации, библиотечному и издательскому делу. Библиографическая запись. Сокращение слов в русском языке. Общие требования и правила: ГОСТ 7.12–93. – Введ. 01.07.1995. – М.: Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 1993. – 17 с.

20. Единицы измерений, допущенные к применению на территории Республики Беларусь: ТР/2007/003/ВУ. – Введ. 01.01.2010. – Минск: Госстандарт: Белорус. гос. ин-т стандартизации и сертификации, 2011. – 11 с.

21. Заяц, Н. И. Оценка неопределенности измерений: учеб.-метод. пособие для студентов специальности 1-54 01 03 «Физико-химические методы и приборы контроля качества продукции» / Н. И. Заяц, О. В. Стасевич. – Минск: БГТУ, 2012. – 91 с.

22. Единая система конструкторской документации. Общие требования к текстовым документам: ГОСТ 2.105–95. – Введ. 01.07.1996. – М.: Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 2005. – 30 с.

Учебное издание

**Шачек** Татьяна Михайловна  
**Егорова** Зинаида Евгеньевна

**СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИЗМЕРЕНИЯ  
ХАРАКТЕРИСТИК  
ПРОМЫШЛЕННОЙ И ПИЩЕВОЙ ПРОДУКЦИИ**

Учебно-методическое пособие

Редактор *Ю.А. Юрчик*  
Компьютерная верстка *Ю.А. Юрчик*  
Корректор *Ю.А. Юрчик*

Подписано в печать .2013. Формат 60x84<sup>1</sup>/16.  
Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная.  
Усл. печ. л. . Уч.-изд. л. .  
Тираж 150 экз. Заказ .

Издатель и полиграфическое исполнение:  
УО «Белорусский государственный технологический университет».  
ЛИ № 02330/0549423 от 08.04.2009.  
ЛИ № 02330/0150477 от 16.01.2009.  
Ул. Свердлова, 13а, 220006, г. Минск.