

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ ТА НАУКИ УКРАЇНИ
МИКОЛАЇВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ АГРАРНИЙ УНІВЕРСИТЕТ**

ФАКУЛЬТЕТ ТВШТСБ

**Кафедра птахівництва, якості та безпечності продукції
Спеціальність 152 – «Метрологія та інформаційно-вимірювальна техніка»
Ступінь вищої освіти «Магістр»**

«Допустити до захисту»

«Рекомендувати до захисту»

Заст. декана

Заст. зав. кафедри

_____ Руслан ТРИБРАТ

_____ Олексій СТАРОДУБЕЦЬ

“ ____ ” _____ 2022 р.

“ ____ ” _____ 2022 р.

**РЕАЛІЗАЦІЯ ЕЛЕМЕНТІВ СИСТЕМИ УПРАВЛІННЯ ЯКІСТЮ
ВИМІРЮВАНЬ В УМОВАХ МИКОЛАЇВСЬКОЇ
РЕГІОНАЛЬНОЇ ДЕРЖАВНОЇ ЛАБОРАТОРІЇ ВЕТЕРИНАРНОЇ
МЕДИЦИНИ м. МИКОЛАЇВ**

04.05. – КР. 9-О. 10 01 22. 002

Виконавець:

здобувач вищої

освіти II курсу _____ Михайло ГИЛЬ

Науковий керівник:

доцент _____ Олексій СТАРОДУБЕЦЬ

Рецензент:

директор

ДП «Миколаїв-

стандартметрологія» _____ Ірина РОМАНЕНКО

Миколаїв – 2022

ЗМІСТ

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ	3
РЕФЕРАТ	4
ВСТУП	5
РОЗДІЛ 1. ОГЛЯД ЛІТЕРАТУРИ	7
1.1. Характеристика методів аналізу вмісту білка у харчових продуктах	7
1.2. Загальні вимоги до діяльності випробувальних лабораторій	11
1.3. Аналіз вимог ДСТУ ISO/IEC 17025 щодо лабораторій	21
РОЗДІЛ 2. МАТЕРІАЛ, УМОВИ І МЕТОДИКА ВИКОНАННЯ РОБОТИ	29
2.1. Місце та об'єкт досліджень	29
2.2. Методика виконання роботи	34
РОЗДІЛ 3. РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕНЬ	38
3.1. Оцінка системи управління вимірюванням у лабораторії ветеринарної медицини	38
3.2. Впровадження елементів системи управління якістю вимірювань	44
3.3. Методика оцінки придатності методів вимірювань	48
3.4. Оцінка придатності методики вимірювання вмісту білка у зерні пшениці та борошні	64
3.5. Визначення збіжності показників	65
3.6. Економічна частина	71
РОЗДІЛ 4. ОХОРОНА ПРАЦІ	74
РОЗДІЛ 5. БЕЗПЕКА В НАДЗВИЧАЙНИХ СИТУАЦІЯХ	79
РОЗДІЛ 6. ОХОРОНА ДОВКІЛЛЯ	84
ВИСНОВКИ	89
ПРОПОЗИЦІЇ	90
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ	91
ДОДАТКИ	94

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ

ВО – вимірювальне обладнання;

ДСТУ – Державний стандарт України;

ЗВТ – засіб вимірювальної техніки;

ЗУ – Закон України;

МВВ – методика виконання вимірювання;

НААУ – Національне агентство з акредитації України;

НД – нормативний документ;

НУ – настанова з управління;

ПІ – посадова інструкція;

РІ – робоча інструкція;

РМ – робоча методика;

СІ – Міжнародна система одиниць СІ (SI);

СОП – стандартна операційна процедура;

СУ – система управління;

СУВ – система управління вимірюванням;

СУЯ – система управління якістю;

СФ – стандартна форма;

х.ч. – хімічно чиста речовина;

чда – чиста для аналізу речовина.

РЕФЕРАТ

Випускна кваліфікаційна робота складається із вступу, огляду літератури, матеріалу та методики досліджень, результатів досліджень, висновків та пропозицій виробництва, списку літератури та додатків.

Робота викладена на 94 сторінках комп'ютерного тексту містить 14 таблиць, 2 рисунки та 1 додаток. Список літератури складає 39 джерел.

Тема роботи: «Реалізація елементів системи управління якістю вимірювань в умовах Миколаївської регіональної державної лабораторії ветеринарної медицини м. Миколаїв».

Об'єкт дослідження: система управління вимірюваннями в лабораторії ветеринарної медицини.

Предмет дослідження: елементи удосконалення системи управління якістю вимірювань.

Мета роботи: дослідити стан системи управління якістю вимірювань у лабораторії ветеринарної медицини, надати рекомендації щодо удосконалення системи; провести оцінку правильності виконання вимірювання вмісту азоту у зерні пшениці.

Методи дослідження: із загальнонаукової методології було обрано для дослідження системний підхід, з групи логіко-аналітичних методів було обрано традиційні методи аналізу та синтезу. Основні методи пізнання: порівняння, узагальнення та моделювання.

Актуальність кваліфікаційної роботи полягає у отриманні достовірних результатів випробувань та вимірювань у випробувальних лабораторіях, що є важливою умовою оцінки якості харчових продуктів, забезпечення гарантії їх безпеки та відповідності законодавчим та регуляторним світовим та національним нормам. Основними складовими достовірності результатів випробування є технічна компетентність та ефективне функціонування систем менеджменту якості.

ВСТУП

Однією з обов'язкових та необхідних умов забезпечення технічної компетентності лабораторій та гарантування замовнику достовірних результатів вимірювань є внутрішньолабораторна оцінка придатності методик виконання вимірювань для їх реалізації у визначеній галузі. Підходи до проведення валідації аналітичних методик викладено у великій кількості міжнародних настановчих документів та стандартів [5].

Метрологічні підтвердження необхідні для гарантування того, що ЗВТ відповідає метрологічним вимогам щодо його використання за призначеністю. Метрологічне підтвердження придатності ЗВТ включає: калібрування та повірку; ремонт і наступну перекалібровку; порівнювання з метрологічними вимогами.

Для усунення технічних бар'єрів у торгівлі необхідне прискорення досягнення взаємного визнання результатів вимірювань і ефективного функціонування національних метрологічних систем у сучасних умовах глобалізації економіки і міжнародного розподілу праці.

Досягнення конкурентоспроможності продукції національних товаровиробників на світовому ринку неможливе без урахування сучасних метрологічних норм і правил, викладених у відповідних нормативних документах та нормативно-правових актах [39].

Мета роботи: розглянути та дослідити сучасний стан системи управління вимірюваннями в лабораторії, провести порівняльний аналіз стандартів ДСТУ ISO/IEC 17025 та ДСТУ ISO 10012, впровадити рекомендації з удосконалення системи у лабораторії ветеринарної медицини.

Методи дослідження: із загальнонаукової методології було обрано для дослідження системний підхід, а з групи логіко-аналітичних методів – традиційні методи аналізу та синтезу.

Основні методи пізнання: порівняння, узагальнення та моделювання. Робота з отримання достовірних результатів випробувань та вимірювань у

випробувальних лабораторіях є важливою умовою допуску товарів та послуг на ринок, забезпечення гарантії їх якості та безпеки, відповідності законодавчим та регуляторним світовим та національним нормам. Основними складовими достовірності результатів випробування являються технічна компетентність та ефективне функціонування систем менеджменту якості [7].

РОЗДІЛ 1. ОГЛЯД ЛІТЕРАТУРИ

1.1. Характеристика методів аналізу вмісту білка у харчових продуктах

Найпоширенішими методами для визначення білка у різних харчових продуктах, що використовуються на території України є: метод К'ельдаля, біуретовий метод, метод Лоурі, метод Бредфорда, нінгідринний метод.

Метод К'ельдаля в Україні лежить в основі майже всіх стандартних методик щодо визначення вмісту сирого протеїну в харчових продуктах (виключенням є фотометричний метод, який іноді застосовують для аналізу м'ясних продуктів та визначення вмісту білка в яєчних продуктах з реактивом Неслера) [35].

У країнах Європи та у США цей метод є арбітражним. Його суть полягає у розщепленні білків та інших органічних складових харчових продуктів у концентрованій сірчаній кислоті в присутності каталізаторів; при цьому органічний азот зберігається в залишку у вигляді сульфату амонію. У подальшому до залишку додають сильний луг, що призводить до розщеплення сульфату амонію з утворенням аміаку, який уловлюється розчином кислоти з відомою концентрацією. Останній з уловленим аміаком титрують кислотою або лугом відомої концентрації і за допомогою коефіцієнтів перерахунку визначають вміст органічного азоту зразку. Для його перерахунку в загальний (сирій) протеїн використовують коефіцієнти, специфічні для кожного типу продукту (наприклад, для зерна рису – 5,17; для молока – 6,38).

Переваги застосування методу К'ельдаля: даний метод дозволяє визначати вміст білка у всіх типах харчових продуктів; є дешевим та порівняно простим; є достатньо точним, завдяки чому слугує арбітражним методом у більшості індустріалізованих країн світу; його модифікація (мікрометод К'ельдаля) дозволяє визначати вміст протеїну в зразку з точністю до 1 мкг/мл.

Метод К'ельдаля характеризується окремими недоліками при його

застосуванні, – одержують вміст у зразку всього органічного азоту, що, за умов наявності у продукті значної кількості небілкового органічного азоту (азот вільних амінокислот, низькомолекулярних пептидів, нуклеїнових кислот, фосфоліпідів, аміноцукрів, порфіринів, деяких вітамінів, алкалоїдів, сечовини, сечової кислоти та іонів амонію), призводить до завищення вмісту протеїну в зразку [13]; великі витрати часу на проведення аналізу (за використання автоматизованого методу К'ельдаля на аналіз одного зразка витрачається близько 2 год., нині у більшості лабораторій України цей аналіз проводиться вручну і на аналіз одного зразка витрачається 3-5 годин); точність цього методу поступається багатьом іншим методам визначення білка (наприклад, біуретовому методу); метод вимагає застосування небезпечних для здоров'я реактивів (концентрована сірчана кислота, 35%-ний гідроксид натрію, солі ртуті) [20].

Біуретовий метод в Україні не входить до жодної зі стандартних методик визначення якості харчових продуктів. Незважаючи на це, його досить часто застосовують у нашій країні як експрес-метод визначення вмісту білка [34]. У країнах Західної Європи та в США даний метод використовують для визначення вмісту білка у зерні злаків, м'ясі та соєвих продуктах. Біуретовий метод базується на утворенні в лужному середовищі комплексів між іонами міді (II) та пептидними зв'язками речовин, що містять щонайменше два пептидних зв'язки (біурет, деякі пептиди та всі білки). В результаті цієї реакції розчин набуває фіолетово-лилового забарвлення, інтенсивність якого є пропорційною до вмісту білків у розчині. Інтенсивність забарвлення (абсорбцію) розчину вимірюють на фотоелектроколориметрі при 540 нм.

Переваги застосування біуретового методу полягають у тому, що даний метод є дуже простим. Крім того, він є більш дешевим, ніж метод К'ельдаля, та потребує набагато менше часу (20-30 хвилин на один аналіз). Інтенсивність забарвлення менше залежить від виду білка, ніж це характерно для методу Лоурі, ультрафіолетового абсорбційного методу та турбідиметричних методів. На результати аналізу не впливає наявність у зразку органічного азоту

небілкового походження [5].

Недоліки застосування біуретового методу: менш чутливий порівняно з методом Лоурі (досліджуваний розчин повинен містити щонайменше 2-4 мг протеїну на 1 мл); на спектральну поглинаючу здатність розчину впливають жовчні пігменти, присутні в деяких видах харчових продуктів; висока концентрація солей амонію в розчині перешкоджає нормальному перебігу реакції забарвлення; колір розчину залежить від виду білка (пептиду), наприклад, желатин дає рожево-пурпурове забарвлення; за наявності в розчині значних концентрацій ліпідів або вуглеводів виникає явище опалесценції; метод потребує стандартизації з використанням розчинів протеїну відомої концентрації або методу К'ельдаля.

Метод Лоурі набув широкого застосування в біохімічних дослідженнях як в Україні, так і за її межами завдяки своїй високій чутливості та простоті. Однак, при застосуванні даного методу для аналізу вмісту білка у харчових продуктах часто постає необхідність попередньої екстракції білків, що певною мірою обмежує його застосування в цій галузі [32]. Метод Лоурі поєднує в собі біуретову реакцію з реакцією редукування реактиву Фоліна-Чіокальтеу (водний розчин фосфорномолібденової та фосфорно-вольфрамової кислот), залишками амінокислот тирозину та триптофану, що містяться в білках. У результаті цієї реакції розчин забарвлюється в блакитний колір, інтенсивність якого відповідає вмісту білків у зразку. Вимірювання інтенсивності забарвлення проводять на фотоелектроколориметрі при 500-750 нм.

Переваги застосування методу Лоурі: це один з найбільш чутливих методів визначення вмісту білка у харчових продуктах (10-100 мкг білка на 1 мл розчину); на результати аналізу не впливає наявність у зразку органічного азоту небілкового походження; на результати аналізу менш впливає мутність зразка; метод є відносно простим; аналіз одного зразка потребує 1,0-1,5 години.

Недоліки застосування методу Лоурі полягають у тому, що метод потребує ретельної стандартизації щодо кожного виду продуктів, оскільки на забарвлення розчину значною мірою впливає вид білка, що переважає в ньому.

На точність аналізу негативно впливає наявність у розчині сахарози, редукуючих цукрів, сульфату амонію, ліпідів, фосфатних буферів та гексозамінів [7, 37].

Метод Бредфорда, як і метод зв'язування з барвниками, в Україні використовують переважно в біохімічних дослідженнях. У країнах Західної Європи та США цей метод успішно застосовують для визначення вмісту протеїну в пивному суслі, пиві та картоплі [33]. Він передбачає додавання до розчину зразка реактиву Кумасі (Brilliant Blue G-250), який утворює комплекс з білками. Розчин при цьому набуває блакитного забарвлення і його абсорбуюча здатність при 595 нм підвищується. Зміна абсорбуючої здатності розчину при 595 нм є пропорційною до вмісту в ньому білків [36, 38].

Переваги застосування методу Бредфорда: даний метод визначення вмісту білка є одним із найбільш швидких (на один аналіз витрачається 2-3 хв.); для нього характерна добра повторюваність результатів; дуже чутливий метод (1-100 мкг білка на 1мл розчину); на результати аналізу не впливає наявність у розчині катіонів (K^+ , Na^+ , Mg^{2+}), сульфату амонію та вуглеводів (сахарози); за даним методом визначають вміст у їжі білків та пептидів.

Недоліки застосування методу Бредфорда полягають в тому, що: на результати аналізу впливає наявність у розчині неіонних та іонних очищувачів (детергентів) таких, як Triton X-100 та додецилсульфат натрію, проте оскільки вміст даних детергентів у зразку не перевищує 0,1%, похибка є невеликою і може бути відкорегована; комплекс білок-барвник може приєднатися до стінки кварцової кювети, тому для даного дослідження необхідно використовувати лише скляні або пластикові кювети; забарвлення розчину залежить від виду білка, який переважає в даному зразку, що необхідно враховувати при його виборі для стандарту.

Нінгідринний метод на даний час не набув значного поширення у Світі, як метод визначення вмісту білка в харчових продуктах. Однак, він може бути використаний для визначення ступеня гідролізу пептидних зв'язків у харчових продуктах під час їх переробки (приготування) [16, 28].

Цей метод оснований на здатності амінокислот та первинних аміногруп, що входять до складу білка, при кип'ятінні у буфері (рН 5,5) за присутності нінгідрину надавати розчину пурпурового забарвлення.

Переваги застосування нінгідринового методу є те, що метод потребує менше часу (30-40 хв.) ніж, наприклад, метод К'ельдаля.

Недоліки застосування нінгідринового методу: присутність у досліджуваному зразку невеликої кількості вільних амінокислот, первинних амінів та аміаку призводить до завищення показника вмісту протеїну; метод не відрізняється високою точністю; забарвлення розчину залежить від амінокислотного складу білка, що вимагає побудови окремого калібрувального графіка для кожного аналізу [24].

1.2. Загальні вимоги до діяльності випробувальних лабораторій

На світовому ринку (інтеграція в який є одним із головних завдань вітчизняної економіки) пріоритетним фактором забезпечення конкурентоспроможності продукції виступає її якість. Висока якість товарів та послуг сприяє забезпеченню конкурентоспроможності продукції вітчизняних підприємств, як на внутрішньому, так і на зовнішньому ринку. Якість кінцевого продукту значною мірою визначається ефективністю системи управління якістю підприємства та належною організацією самого виробничого процесу.

Захист суспільства, громадян, навколишнього природного середовища від небезпечної продукції є одним з обов'язків держави. Для цього встановлюють вимоги до безпеки продукції та послуг і здійснюють оцінювання їхньої відповідності цим вимогам. Обґрунтованість рішень, що їх приймають, значною мірою залежить від інформації, яку отримують у процесі випробувань продукції у вимірjuвальних лабораторіях, а її достовірність забезпечує технічна компетентність лабораторій [22].

Для лабораторій, які проводять випробування продукції стає зрозуміло, що підтвердження технічної компетентності лабораторії стосовно виконання

робіт, визначених, згідно з затвердженими методиками або розроблених у встановленому порядку, є ділом першочерговим.

Рівень сучасних вимог до компетентності випробувальних і калібрувальних лабораторій визначається рівнем розвитку суспільства і рівнем його потреб у достовірних результатах випробувань. Саме суспільство вимагає від лабораторії гарантій достовірності випробувань [25]. Випробувальна лабораторія проводить технічні операції, що полягають у визначенні однієї чи декількох характеристик даної продукції згідно з встановленою процедурою. Лабораторія є одним з органів з підтвердження відповідності, обов'язковими складовими державної системи сертифікації харчової продукції та державної системи контролю за якістю та безпечністю харчових продуктів та промислової сировини. Випробувальна лабораторія повинна мати юридичний статус, організаційну структуру, адміністративну підпорядкованість, фінансовий стан та систему оплати співробітників, що забезпечують необхідну впевненість в тому, що вона визнається об'єктивною і не залежною [1].

Технічну компетентність випробувальної лабораторії характеризують: організація та управління лабораторією; персонал лабораторії; приміщення та робоче середовище лабораторії; випробувальне обладнання та засоби вимірювань, випробувань та процедури; система управління якістю; організація роботи з виробами та продукцією, що випробовується.

Організація та управління лабораторією: випробувальна лабораторія повинна мати керівника, який несе відповідальність за її діяльність та результати роботи, призначення та звільнення якого для лабораторії, що акредитована на технічну компетентність та незалежність, повинні проводитися за згодою Національного органу з сертифікації; якщо випробувальна лабораторія, що акредитована, сама не є юридичною особою, а входить до складу органу з сертифікації чи іншої організації, які є юридичними особами, то вона повинна бути структурним підрозділом цих організацій; кожний співробітник лабораторії повинен бути компетентним щодо закріпленої сфери діяльності, а також знати свої права і обов'язки; організаційна структура

повинна унеможливити тиск на співробітників лабораторії, який може вплинути на їх висновки чи результати роботи з випробувань продукції; у лабораторії повинна бути система перевірки компетентними особами процесу та результатів випробувань, а також кваліфікації персоналу лабораторії.

Персонал лабораторії: повинен мати професійну підготовку, кваліфікацію та досвід щодо проведення випробувань в галузі акредитації, що визнана; кожний фахівець повинен мати посадову інструкцію, яка встановлює функції, обов'язки, права та відповідальність, вимоги до освіти, технічних знань і досвіду роботи; співробітники, що безпосередньо беруть участь у проведенні випробувань, повинні бути атестовані на право проведення конкретних випробувань відповідно до встановленого порядку атестації; лабораторія повинна мати документально підтвержені відомості та документи з питань підвищення кваліфікації персоналу [6, 30].

Приміщення та навколишнє середовище: навколишнє середовище, в умовах якого проводяться випробування, повинно забезпечувати необхідну точність вимірювань під час випробувань; приміщення, в яких проводяться випробування, повинні відповідати вимогам методик випробувань, що застосовуються, щодо виробничої площі, стану та умов, що в них забезпечуються (температура, вологість, чистота повітря, освітлення, звуко- та віброізоляція, захист від випромінювання електричного, магнітного та інших фізичних полів, параметри усіх мереж живлення), а також санітарним нормам та правилам, вимогам безпеки праці та охорони навколишнього середовища; доступ до місця проведення випробувань, а також умови допуску в приміщення осіб, що не віднесені до персоналу певної лабораторії, повинні контролюватися.

Випробувальне обладнання та засоби вимірювань мають відповідати таким умовам: випробувальна лабораторія повинна мати обладнання, необхідне для проведення випробувань, та засоби вимірювань усіх параметрів, визначених галуззю акредитації; випробувальне обладнання та засоби вимірювань мають відповідати вимогам нормативних документів на методи випробувань; в разі необхідності повинна бути передбачена можливість, що

підтверджується документально, використання атестованого випробувального обладнання та повірених засобів вимірювань інших організацій на підставі укладених договорів; обладнання та засоби вимірювань мають утримуватись в умовах, що забезпечують їхні зберігання і захист від пошкодження та передчасного зношування; для обладнання, яке потребує періодичного технічного обслуговування, має бути розроблено та затверджено інструкції та графіки з технічного обслуговування, а також графіки повірок; несправне випробувальне обладнання та засоби вимірювань повинні зніматись з експлуатації; кожна одиниця випробувального обладнання та засобів вимірювань має бути зареєстрована, при цьому реєстраційний документ (лист, карта тощо) на кожну одиницю повинен містити такі відомості: назву та вид, назва підприємства-виробника, тип (марку), заводський та інвентарний номер, дату виготовлення, дату одержання та введення в експлуатацію; на час купівлі (новий; той, що був у вжитку; після ремонту тощо) місце розташування (в разі необхідності); дані про несправності, ремонти та технічне обслуговування; дані про повірки; випробувальне обладнання та засоби вимірювань можуть бути атестовані та повірені згідно з чинними нормативними документами з документальним оформленням [12, 30].

Керівництво лабораторій узагальнило вимоги до компетентності трьома основними факторами: компетентна лабораторія повинна мати приміщення та обладнання, необхідне для проведення робіт відповідно до галузі акредитації, мати відповідним чином підтвердженні (валідовані) методики, необхідні для проведення робіт відповідно до галузі акредитації та персонал, який здатний працювати на необхідному обладнанні в рамках методик галузі акредитації.

Сьогодні суспільство вимагає від компетентних лабораторій ще і організацію їх роботи в рамках сучасних моделей управління (менеджменту). Тобто основні вимоги до компетентності поповнилися четвертим фактором – система менеджменту (СМ) лабораторій має бути організована у рамках визнаної на сьогодні моделі ДСТУ ISO 9001-2008.

Отже, лабораторія, окрім якості організації роботи СУ, впровадженої для

управління усіма внутрішніми процесами, повинна бути у змозі підтвердити якість послуг з випробування і аналізу, що замовляє споживач. Та, з іншого боку, окрім підтвердження окремо взятого результату, лабораторія повинна бути спроможна довести, що організація її роботи дозволяє повторювати з достатньою надійністю якість випробувань.

СУ лабораторії взаємопов'язана з усіма функціональними напрямками діяльності, процесами, стандартами, методиками та базується на чіткій задокументованості всіх видів діяльності та елементів у рамках системи, а також на принципах регулярного аудиту, аналізу, введення та перевірки ефективності корегувальних дій [41].

Впровадження СУЯ, введення ефективних корегувальних та запобіжних дій, моніторинг параметрів якості економічно більш ефективні, ніж проведення вихідного контролю невідповідностей, ліквідація наслідків невідповідностей для замовників та суспільства взагалі, організація системи витрат на соціальні негаразди у колективі лабораторії, що виникають завдяки нерегламентованій роботі, ліквідація невідповідальності перед замовниками за результати робіт з випробувань [39].

Вимоги до управління лабораторією сьогодні (крім технічних вимог) визначають рівень компетентності лабораторії. Суспільство навчилося контролювати (визначати) параметри якості фактично будь-якого продукту і більшості послуг, які воно виробляє і споживає, шляхом проведення відповідних випробувань. Поняття якості продукту чи послуги як здатності задовольняти потреби споживача визначено у ДСТУ ISO 9001:2008. Очевидно, поняття ж якості результатів випробувань визначається, насамперед, достовірністю результатів. Відомо, що достовірний результат ми отримуємо у тому випадку, коли будемо точно дотримуватися методик проведення випробувань. Саме тому новий стандарт ISO/IEC 17025, який визначає вимоги до компетентності випробувальних (калібрувальних) лабораторій, було засновано саме на стандартах серії 9000, що в більшості лабораторій Світу вже впроваджено. Таким чином, з розвитком суспільства і зростанням вимог до

достовірності результатів сучасні моделі управління стають безумовною частиною вимог до компетентності лабораторій [25].

У ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 (далі Стандарт) були включені тільки ті вимоги ISO/IEC 9001:2000, що характерні для специфічної сфери діяльності лабораторії (випробування, калібрування), і можуть бути підтвердженням реалізації восьми принципів менеджменту (закладених у моделі ISO 9001:2000) в діяльності компетентної лабораторії, тому акредитація за Стандартом не означає повної відповідності лабораторії всім вимогам ISO 9001:2000, а показує, що вдосконалення за ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 тісно пов'язане із зростанням результативності, а не ефективності системи.

Відмінність моделі системи менеджменту лабораторії від моделі системи менеджменту якості за ISO 9001:2008 в тому, що зацікавлені сторони ставлять вимоги вже на стадії управління ресурсами (для лабораторії це забезпечення виконання методик галузі акредитації ресурсами), а не тільки до створення продукту. На етапі ж вимірювання, аналізу і вдосконалення не лише отримуємо інформацію від зацікавлених сторін (наприклад, у вигляді оберненого зв'язку із замовником, результати якого далі будуть враховуватись при вдосконаленні системи), а й маємо виконувати вимоги зацікавлених сторін до проведення такого аналізу [1].

Якщо лабораторії відповідають вимогам цього стандарту, це означає, що вони мають впроваджену систему якості для випробувань та калібрування, що в свою чергу відповідає вимогам ДСТУ ISO 9001 в тому випадку, коли лабораторія займається проектуванням та розробкою нових методів (методик).

Впровадження даного стандарту у випробувальній лабораторії призводить до зменшення витрат на процес сертифікації системи якості (СУЯ) за ДСТУ ISO 9001, оскільки цей процес автоматично входить в акредитаційні роботи і після акредитації сертифікувати СЯ не потрібно. Визнання результатів калібрування і випробування між випробувальними лабораторіями може бути полегшено, якщо вони будуть дотримуватися вимог стандарту і пройдуть акредитацію в організаціях, які уклали угоду про взаємне визнання

ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 [25].

Коли ж продуктом випробувальної лабораторії є протокол з достовірними результатами випробувань, а виробництво цього специфічного продукту – це правильне виконання компетентною лабораторією методик випробувань, вимоги зацікавлених сторін поширюються не тільки на протокол і його «виробництво» у відповідності з легалізованими методиками, а й на ресурсозабезпечення і умови виробництва (умови проведення випробувань), на технологію і спектр аналізу та вдосконалення [38, 39].

Робочі методики випробувань є основною, проте не єдиною складовою СУЯ продукції, одна з них – метрологічна кваліфікація фахівців (операторів), які проводять випробування продукції, оцінюють результати вимірювань її характеристик і приймають відповідні рішення. Під час уповноваження чи атестації вимірювальних та випробувальних лабораторій рекомендації щодо методик випробувань та метрологічної підготовки операторів (згідно з положенням ДСТУ ISO 17025) належать до найголовніших критеріїв, за якими визначається технічна компетентність цих лабораторій. На жаль, в окремих уповноважених чи атестованих лабораторіях під час випробувань продукції (навіть з метою її сертифікації) допускаються суттєві помилки у методиках випробувань продукції, грубі порушення правил забезпечення єдності вимірювань під час оброблення результатів спостережень і подання результатів вимірювання [30].

Саме метрологічні вимоги до діяльності лабораторій, процедури проведення вимірювання та вимірювального обладнання, на якому проводяться випробування є актуальними питаннями у наш час. Тому стандарт ДСТУ ISO 10012:2005 «Системи керування вимірюваннями. Вимоги до процесів вимірювання та вимірювального обладнання», суттєво змінить усталені правила і навички щодо застосування та перевірки відповідності засобів вимірювальної техніки. Цей НД замінює попередню редакцію, що складалася з двох частин, що були окремими стандартами. Тобто можна узагальнити, що процес забезпечення якості вимірювання засобами вимірювальної техніки та

якість ЗВТ стають неподільними елементами єдиного спільного підходу, який матиме назву система управління вимірюванням (СУВ) [24].

Стандарт встановлює вимоги щодо управління якістю СУВ, яку може використовувати організація, що здійснює вимірювання. Такий підхід закономірний, бо є продовженням і розвитком загальносвітової тенденції з якості, що полягає у запровадженні системи управління якістю та забезпечення якості. Відповідно до норм і вимог стандарту, кінцевою метою запровадження СУВ є підвищення «задоволеності замовника». Отже, норми і вимоги, згідно з цим стандартом, повинні встановлюватись замовником [22].

Забезпечення захисту інтересів споживачів і держави з питань якості та безпеки національної продукції (процесів, робіт і послуг) з метою їх безпечності та конкурентоспроможності на світовому ринку, умов для участі суб'єктів підприємницької діяльності України в міжнародному економічному, науково-технічному співробітництві та торгівлі неможливе без урахування сучасних метрологічних норм і правил, викладених у відповідних нормативно-правових актах [6].

Відповідно до вимог Закону України «Про акредитацію органів з оцінки відповідності» акредитованою може бути будь-яка лабораторія, що виявила бажання пройти акредитацію, незалежно від її галузевої підпорядкованості і форм власності [43]. Але випробування з метою сертифікації проводяться випробувальними лабораторіями, що акредитовані на технічну компетентність та незалежність в Національному агентстві з акредитації України. Допускається проводити випробування з метою сертифікації випробувальними лабораторіями, що акредитовані тільки на технічну компетентність, але з контролем з боку представників органу з сертифікації продукції [12].

Лабораторія забезпечує технічну компетентність під час проведення випробувань у галузі акредитації, що визнана, і має керівника, який несе відповідальність за діяльність лабораторії та результати її роботи [39].

Метрологічна діяльність в Україні регламентується Законом України «Про метрологію та метрологічну діяльність» 1998 р. зі змінами, внесеними до

нього Законом України «Про внесення змін до Закону України «Про метрологію та метрологічну діяльність» 2004 р.

Державний метрологічний нагляд охоплює роботи із захисту життя та здоров'я громадян, контролю якості та безпеки харчових продуктів, стану навколишнього середовища, безпеки умов праці. Спроможність своєчасно застосовувати нормативну базу, яка на сьогоднішній період становлення України часто змінюється і приводиться у відповідність до міжнародних вимог, дозволяє всім членам господарської діяльності не лише працювати у законодавчому полі, але й бути конкурентоспроможними на ринку товарів та послуг [6].

Відповідно до Закону України «Про метрологію та метрологічну діяльність» вимірювання – відображення фізичних величин їх значеннями за допомогою експерту та обчислень із застосуванням спеціальних технічних засобів. Єдність та достовірність вимірів на підприємствах та в організаціях є необхідною умовою досягнення стабільності, порядку та успішної взаємодії між усіма сторонами господарської діяльності. Єдність вимірювань – стан вимірювань за якого їх результати виражаються в узаконених одиницях вимірювань, а характеристики похибок або невизначеності вимірювань відомі та із заданою ймовірністю не виходять за встановлені границі.

В Україні застосовуються одиниці вимірювань Міжнародної системи одиниць, прийнятої Генеральною конференцією з мір та ваг і рекомендованої Міжнародною організацією законодавчої метрології. Відтворення та зберігання одиниць вимірювань з метою передачі їхніх розмірів засобам вимірювальної техніки, які застосовуються на території України, забезпечуються державними еталонами, що визнані спеціально уповноваженим центральним органом виконавчої влади у сфері метрології як основа для встановлення значень усіх еталонів даної одиниці вимірювання, що є у державі.

Державні еталони є виключно державною власністю, підлягають затвердженню Держспоживстандартом України і перебувають у його віданні.

Відповідно до статті 10 даного закону, вимірювання у сфері поширення

державного метрологічного нагляду можуть виконуватися вимірювальними лабораторіями за умови їх атестації на право виконання вимірювань. Вимірювання, що здійснюються у сфері поширення державного метрологічного нагляду, мають виконуватися згідно з атестованими методиками виконання вимірювань. Засоби вимірювальної техніки можуть застосовуватися, якщо вони відповідають вимогам щодо точності, встановленим для цих засобів, у певних умовах їх експлуатації. Порядок встановлення приналежності технічних засобів до засобів вимірювальної техніки визначається Держспоживстандартом України [22].

Державні приймальні випробування засобів вимірювальної техніки, на які не поширюється державний метрологічний нагляд, можуть проводитися метрологічними службами центральних органів виконавчої влади, підприємств і організацій, атестованими на право проведення цих випробувань.

Повірка здійснюється службовими особами територіальних органів Держстандарту України – державними повірниками. Повірка засобів вимірювальної техніки з використанням державних еталонів проводиться метрологічними центрами Держстандарту України. Повірку засобів вимірювальної техніки під час експлуатації та випуску з виробництва і ремонту можуть виконувати метрологічні служби підприємств і організацій, атестовані на право проведення цієї повірки. Повірка здійснюється службовими особами територіальних органів Держстандарту України – державними повірниками. За порушення умов і правил проведення повірки засобів вимірювальної техніки керівники відповідних підприємств і організацій несуть відповідальність згідно із законодавством. Порядок оформлення результатів повірки встановлюється Держстандартом України [1].

Відповідно до закону України «Про метрологію та метрологічну діяльність» випробувальні лабораторії, що виконують калібрування засоби вимірювальної техніки для своїх потреб і бажають мати документальне засвідчення своєї компетентності, повинні пройти процедуру атестації на право проведення калібрування [12].

Проведення єдиної в країні технічної політики у сфері уповноваження (атестації) належить до компетенції Держспоживстандарту України. Атестація випробувальних лабораторій проводиться відповідно до Правил уповноваження та атестації у державній метрологічній системі. Відповідно до цих правил органом з атестації випробувальних лабораторій є державні наукові метрологічні центри, що належать до сфери управління Держспоживстандарту.

Першим етапом під час проведення атестації випробувальних лабораторій є розроблення необхідних документів та подання їх разом із заявкою на проведення робіт до органу з атестації. Орган з атестації після отримання заявки розглядає документи, визначає можливість атестації цієї лабораторії та оформлює договір на про проведення робіт з атестації. Разом із заявкою на проведення атестації повинні бути подані: паспорт лабораторії; положення про лабораторії; настанова з якості; проект галузі акредитації. Розроблені документи не повинні суперечити закону України «Про метрологію та метрологічну діяльність» та чинним нормативним документам, що стосуються проведення калібрування у заявленій галузі.

За результатами роботи комісія оформлює акт з висновком щодо можливості надання лабораторії права на проведення калібрування. У разі позитивного висновку видається свідоцтво про атестацію з додатком до галузі атестації строком на три роки. Отже, атестована випробувальна лабораторія повинна під час дії свідоцтва про атестацію постійно підтримувати свою відповідність критеріям відповідно до вимог Положення [38].

1.3. Аналіз вимог ДСТУ ISO/IEC 17025 щодо випробувальних лабораторій

Міжнародний стандарт ISO/IEC 17025 являє собою результат наукових наробок та досвіду використання стандартів ISO/IEC 25 та EN 45001, які він тепер замінює. Взаємні посилання ISO/IEC 17025, ISO Guide 25 та EN 45001.

Він містить повний перелік вимог, яких випробувальні та калібрувальні

лабораторії повинні дотримуватись, якщо вони мають намір довести, що вони впровадили систему управління, технічно компетентні і можуть отримувати технічно обґрунтовані результати. Весь Стандарт складається з п'яти розділів та додатку [14]. На основі цього в Україні був прийнятий стандарт ДСТУ ISO/IEC 17025:2006, що є тотожним перекладом міжнародного стандарту. Стандарт складається з 5 розділів, з яких вимоги до управління в лабораторії зазначені в 4 розділі, а розділ 5 – показує вимоги до технічної компетенції щодо типів випробувань (калібрування), які проводить лабораторія. Відповідно 4 розділу, виділяють основні фактори системи управління: керування документацією (4.3); аналізування запитів, пропозицій на підряд (4.4); субпідрядні угоди на проведення випробування та калібрування (4.5); придбання послуг та ресурсів (4.6); обслуговування замовників та скарги від замовників (4.7 та 4.8); керування невідповідною роботою з випробування та калібрування (4.9); вдосконалення (4.10); коригувальна запобіжні дії (4.11 та 4.12); керування реєструванням даних (4.13); проведення внутрішнього аудиту (4.14); з боку вищого керівництва (4.15).

В стандарті є ряд факторів, які визначають ступінь точності та надійності випробувань (калібрування), що виконуються лабораторією. Серед них: людський чинник (значення і вплив кваліфікації персоналу та суб'єктивних факторів); ступінь дотримання регламентованих вимог до умов навколишнього середовища; методи (методика) випробувань (калібрувань) та оцінки результатів; обладнання; простежуваність вимірювання; методи відбору проб; правила поводження з об'єктами випробувань (калібрування).

Вимоги до персоналу лабораторії описані у розділі 5.2 Стандарту. Оскільки від ступеня компетентності та кваліфікації персоналу залежить точність, надійність результатів та ефективність діяльності лабораторії, то керівництво лабораторії повинно забезпечити компетентність працюючих із специфічним обладнанням, виконуючих випробування, оцінку результатів та виписку звітів про випробування або сертифікатів калібрування.

Лабораторія повинна складати посадові інструкції для керівного

персоналу, технічного та допоміжного персоналу, що приймає участь у випробуваннях [10, 21].

Необхідні вимоги до оточуючого середовища та моніторингу характеристик оточуючого середовища описані в розділі 5.3 Стандарту. Зрозуміло, що лабораторія повинна піклуватися про те, щоб вплив оточуючого середовища не впливав на показники якості випробувань.

Відповідно до технічних вимог Стандарту, а саме п.5.4.6, випробувальна лабораторія повинна застосовувати процедури оцінювання невизначеності вимірювання. «У деяких випадках характер методу випробування може перешкоджати ретельному, обґрунтованому з погляду метрології та статистики розрахунку невизначеності вимірювання. У подібних випадках лабораторія повинна, принаймні, спробувати ідентифікувати всі складові частини невизначеності та провести розумне оцінювання, а також вжити заходів щоб форма звіту про результати не створювала хибного уявлення про невизначеність». Персонал лабораторії, що проводить випробування та калібрування, виписує протоколи випробувань та свідоцтва про калібрування, повинен бути спеціально навчений, а в деяких випадках, пройти спеціальну сертифікацію [26].

Зрозуміло, що для випробувальної лабораторії наявність необхідного для якісної роботи обладнання має першочергове значення, ось чому вимогам до обладнання, контролю та управлінню засобами вимірювальної техніки в Стандарті (п. 5.5) приділяється багато уваги. Лабораторія має бути обладнана усіма технічними засобами для відбору проб, вимірювань та випробувань, калібрувань (включаючи вибірковий контроль, підготовку зразків, проведення випробувань, аналіз даних) в рамках своєї діяльності. Обладнання та його програмне забезпечення повинно за технічними параметрами відповідати технічним умовам (чи стандартам), за якими проводяться випробування в лабораторії. Повинні бути розроблені програми періодичних калібрувань за параметрами, що впливають на результати. Лабораторія повинна мати процедури для забезпечення техніки безпеки, транспортування, зберігання,

користування та запланованого технічного обслуговування засобів вимірювальної техніки з метою забезпечення надійної роботи та попередження ушкодження [29].

Обладнання, що потребує калібрування (повірки), повинно пройти калібрування (повірку) перед використанням, маркуватися відповідним чином, а маркування повинно включати інформацію про статус калібрування, дату останнього калібрування, міжкалібрувальний інтервал. В лабораторії має бути встановлена програма і процедура калібрування свого обладнання. Для забезпечення впевненості в дотриманні вимог щодо калібрування обладнання лабораторії, а також впевненості в стабільності технічних характеристик обладнання, розробляється процедура позапланових перевірок стану обладнання лабораторії і включити її до плану проведення внутрішнього аудиту [38].

В п. 5.6.2. стандарту вказані «Спеціальні вимоги» калібрувань та випробувань. У п. 5.6.2.1. зазначається, що «для лабораторій повинна бути розроблена програма калібрування обладнання, що забезпечувала б простежуваність результатів калібрування та вимірювання до одиниць Міжнародної системи одиниць вимірювань». Простежуваність вимірювань має бути підтверджена за допомогою служби калібрування лабораторій, що можуть підтвердити свою компетентність. Сертифікат калібрування, виданий такими лабораторіями, має показати зв'язок з первинним еталоном чи фізичною константою, що пов'язана з одиницею СІ через безперервний ланцюг калібрувань.

Для випробувальної лабораторії вимоги, стосується вимірювального та випробувального обладнання (з вимірювальними функціями), вказані в п.5.6.2.1 ДСТУ ISO/IEC 17025, за винятком тих випадків, коли встановлено, що загальний вплив калібрування на точність результатів випробувань незначний. В цьому випадку лабораторія повинна впевнитись в тому, щоб використане обладнання могло забезпечити потрібну точність вимірювань. Ступінь виконання вимог п. 5.6.2.1. залежать від відносного впливу невизначеності

випробувального обладнання. Якщо калібрування має домінуючий вплив, то вимоги цього пункту треба безперечно виконувати.

П. 5.6.3. стандарту стосується еталонних матеріалів та робочих еталонів, в якому зазначається, що лабораторія повинна мати програму і процедуру для калібрування своїх робочих еталонів. Робочі еталони повинні бути калібровані органом, що може забезпечити простежуваність, згідно п. 5.6.2.1. Такі робочі еталони, які утримуються лабораторією, повинні використовуватись лише для калібрування, що стосується еталонних матеріалів, у Стандарті йде мова про те, що вони повинні бути простежувані до одиниць вимірювання СІ або до сертифікованих матеріалів.

Відповідно до п. 5.7 в лабораторії повинен бути розроблений план відбору проб, процедура відбору та процедура ведення записів, реєстрації даних, що відносяться до всього відбору проб. Процес відбору проб враховує фактори, які необхідно контролювати для забезпечення точності результатів випробувань, процедура відбору проб – послідовність відбору проб, операції, які при цьому виконуються та відповідальність за них.

Вимоги щодо обходження з об'єктами випробувань встановлені в розділі 5.8. – в лабораторії має бути процедура щодо транспортування, прийому, обходження, захисту, розміщення та зберігання об'єктів випробувань.

Вимогам до забезпечення якості результатів випробувань присвячений п. 5.9 Стандарту. Лабораторія повинна мати процедури моніторингу результатів випробувань (калібрування) для забезпечення впевненості в якості своїх результатів. Дані, отримані в результаті такого моніторингу, підлягають документуванню. Вони є основою для аналізу тенденцій зміни достовірності результатів, введення запобіжних або корегувальних дій [39]. Розділ 5.9 Стандарту «Забезпечення якості результатів випробувань і калібрувань», як і раніше регламентує необхідність розробки і впровадження процедури (процедур) періодичного моніторингу ступеня достовірності (придатності) результатів робіт з випробувань. Дані моніторингу мають вказувати на тенденції результатів (там де це можливо). Для аналізу результатів мають

використовуватись статистичні методи.

Внутрішньолабораторний контроль – це планова систематична діяльність, що обов'язкова для будь-якої лабораторії. Навіть у випадку отримання лабораторією не «кількісних», а «якісних» результатів (наприклад, визначення наявності шкідників в полі зору мікроскопа, характерне для лабораторій карантинної служби захисту рослин) необхідно планувати внутрішньолабораторний контроль шляхом проведення, скажімо, періодичного дублювання випробувань іншим оператором [39].

Визначальним елементом підтвердження компетентності будь-якої лабораторії (незалежно від відомчої підпорядкованості та специфіки діяльності) є експериментальна перевірка її кваліфікації, яку називають міжлабораторними порівняннями результатів вимірювання, коли одночасно комплексно перевіряють значну кількість лабораторій, котрі мають однакові об'єкти досліджень [10].

Лабораторії повинні брати участь у міжлабораторних порівняннях випробуваннях, таким чином, результати їхньої діяльності можуть бути оцінені в порівнянні з результатами їхніх колег, що аналізують ті ж матеріали в інших лабораторіях. Однак варто враховувати, що для деяких матеріалів і випробувань, зовнішніх схем не існує. У такому випадку, для виправлення недоліків, лабораторія повинна встановити відповідні внутрішні випробування компетенції [29].

Забезпечення взаємного визнання результатів вимірювань, проведених у різних країнах, в першу чергу, залежить від гармонізації на національному рівні національних НД щодо простежуваності вимірювань на основі рекомендацій міжнародних та національних організацій. На національному рівні повинна застосовуватись загальноприйнята на міжнародному рівні термінологія щодо простежуваності вимірювання згідно з «Міжнародним словником основних і загальних термінів у метрології» (VIM) та іншими термінологічними і загальними НД [39] та національного законодавства з питань метрології [10].

Згідно з VIM простежуваність – це властивість результату вимірювання

або значення еталону, завдяки якій цей результат можна пов'язати із визначеними еталонами, зазвичай, національними чи міжнародними, застосовуючи неперервний ланцюг звірень, які мають відомі невизначеності.

Важливим елементом забезпечення простежуваності вимірювання. Невизначеність вимірювання – це оцінка, яка характеризує діапазон значень, в якому знаходиться істинне значення вимірювальної величини. Невизначеність вимірювання має звичайно декілька складових, деякі з яких можна оцінити на підставі статистичного розподілу результатів вимірювань – експериментальним середнім квадратичним відхиленням, а характеристики інших складових можуть визначатися іншим способом [21].

Для застосування будь-яких законів і нормативно-правових актів, що встановлюють вимоги до метрологічної діяльності, вимагається простежуваність до одиниць, яка може забезпечуватись або через систему національних еталонів, або через простежуваність до визнаних національних еталонів інших країн, коли рівень невизначеності системи національних еталонів не є достатнім або коли ця система не містить необхідну вимірювальну величину. Тобто, основну роль у забезпеченні простежуваності вимірювань відіграє національна еталонна база.

У випробувальній лабораторії робочі еталони ЗВТ повинні простежуватись до національних еталонів. Повинна бути розроблена програма і процедура калібрування своїх власних робочих еталонів і ЗВТ. Вони повинні бути відкалібровані калібрувальними лабораторіями чи національним метрологічним інститутом, які можуть забезпечити необхідну простежуваність [14].

На міжнародному рівні визнання державних (національних) еталонів та підтвердження їхніх властивостей проводяться шляхом їх звірень з відповідними національними еталонами інших країн та міжнародними еталонами за узгодженими проектами у рамках COOMET, EUROMET, BIPM.

Отже, розглянувши та проаналізувавши загальні, національні вимоги та вимоги міжнародних стандартів до випробувальних лабораторій можна зробити

певні висновки:

– випробувальна лабораторія для підтвердження своєї компетентності повинна вдосконалювати систему управління якістю, проводити перепідготовку персоналу, забезпечувати стан приміщення згідно вимог та контролювати справність та надійність засобів вимірювання для забезпечення необхідної точності вимірювань, для задоволення вимог замовника;

– вимоги ДСТУ ISO/IEC 17025, згідно якого випробувальні лабораторії здійснюють свою діяльність, в деяких аспектах є тотожними з національними вимогами, що регламентуються ЗУ «Про метрологію та метрологічну діяльність»;

– на даний час в Україні недостатня кількість калібрувальних лабораторій, які б забезпечили простежуваність робочих еталонів до національних.

РОЗДІЛ 2. МАТЕРІАЛ, УМОВИ І МЕТОДИКА ВИКОНАННЯ РОБОТИ

2.1. Місце та об'єкт досліджень

Дослідження проведені у Миколаївській регіональній державній лабораторії ветеринарної медицини, яка є державною установою ветеринарної медицини в області з питань лабораторної діагностики хвороб тварин, оцінки якості та безпеки продукції тваринного, а на ринках – і рослинного походження, у тому числі сировини, продуктів та харчових продуктів, кормів тваринного і рослинного походження, кормових добавок, а також організації ветеринарної лабораторної справи в області.

Розташована лабораторія за адресою: м. Миколаїв, вул. Луначарського, 2а. В адміністративному порядку Миколаївська регіональна державна лабораторія ветеринарної медицини підпорядкована Головному Управлінню ветеринарної медицини в Миколаївській області, в методичному порядку – Державному науково-дослідному інституту з лабораторної діагностики та ветеринарно-санітарної експертизи.

На базі Миколаївської регіональної державної лабораторії ветеринарної медицини створена Випробувальна лабораторія харчової та сільськогосподарської продукції, яка акредитована НААУ за вимогами стандарту на право проведення досліджень харчової продукції та сировини.

Миколаївська регіональна державна лабораторія ветеринарної медицини є базовою організацією метрологічної служби, виконує роботи з атестації вимірювальних лабораторій підприємств, здійснює метрологічний нагляд за дотриманням метрологічних норм та правил, проводить контроль за дотриманням умов проведення метрологічних робіт в атестованих лабораторіях в закріплених галузях діяльності, здійснює організацію метрологічної атестації випробувального обладнання.

До обов'язків ветеринарної лабораторії входить проведення мікробіологічних (МАФАНМ, БГКП, патогенні мікроорганізми, в т.ч.

сальмонели, коагулопозитивні стафілококи, сульфїтредукуючі клостридії, протей та ін.), мікологічних (плісняві гриби, токсичність, мікотоксини), паразитологічних (живі гельмінти та їх личинки небезпечні для людей та ін.), радіологічних (вміст цезію-137 та стронцію-90), хіміко-токсикологічних (солі важких металів, ФОП, ХОП, гістамін), біохімічних, фізико-хімічних, органолептичних (на залишкову кількість антибіотиків та інших) випробувань зразків продукції тваринного, рослинного і біотехнологічного походження з метою задоволення потреб замовників, органів влади або організацій, що здійснюють офіційне визнання результатів лабораторних досліджень.

Лабораторія є державною установою ветеринарної медицини в області з питань лабораторної діагностики хвороб тварин, оцінки якості та безпеки продукції тваринного, а на ринках і рослинного походження, у тому числі сировини, продуктів та харчових продуктів, кормів тваринного і рослинного походження, кормових добавок, а також організації ветеринарної лабораторної справи в області.

Історія лабораторної справи в місті Миколаїв розпочинається з відкриття діагностичного бактеріологічного кабінету 1 жовтня 1909 року. Будинок колишнього французького консульства в м. Миколаєві по вул. Інженерна, 6 був переданий діагностичному кабінету безкоштовно на правах постійного користування 24 вересня 1923 року. В цьому будинку потім розташувалась міжрайонна, а в 1937-73рр. – обласна ветбаклабораторія. В 1973 році вона перейшла до нового будинку по вул. Луначарського, 2а.

В Миколаївській регіональній державній лабораторії ветеринарної медицини працюють 110 співпрацівників та функціонують 12 відділів: відділ з відбору, реєстрації зразків продукції та оформлення документів; хіміко-токсикологічний відділ; радіологічний відділ; відділ ветеринарно-санітарної експертизи; бактеріологічний відділ; відділ діагностики хвороб риб; епізоотологічний відділ; патоморфологічний відділ; серологічний відділ; лейкозний відділ; вірусологічний відділ; паразитологічний відділ.

Структуру лабораторії ветеринарної медицини наведено на рисунку 1.

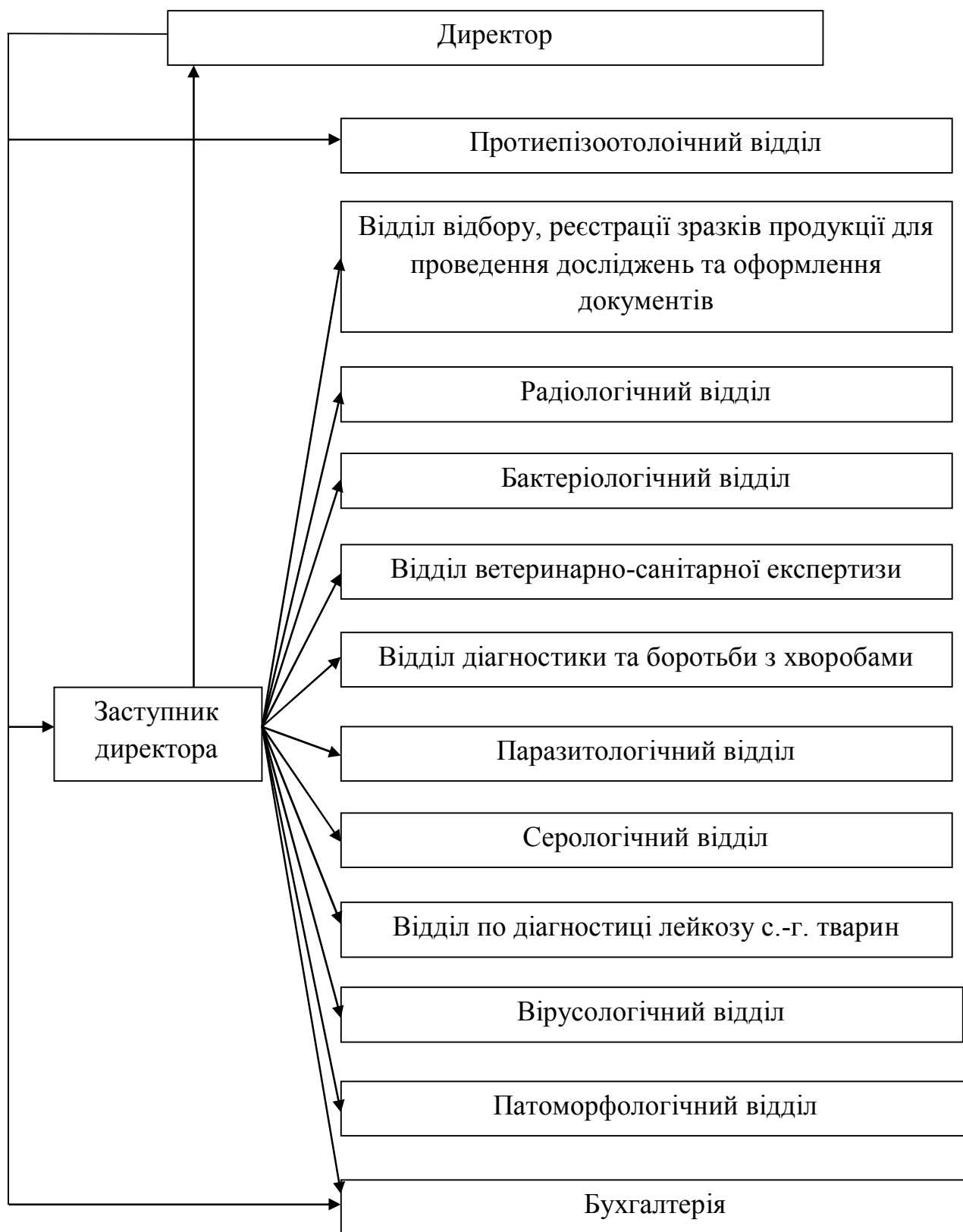


Рис. 1. Структура Миколаївської регіональної державної лабораторії ветеринарної медицини

На базі Миколаївської регіональної державної лабораторії ветеринарної

медицини створена Випробувальна лабораторія харчової та сільськогосподарської продукції, яка акредитована НААУ за вимогами стандарту ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 на право проведення досліджень харчової продукції та сировини.

Практичною базою для написання кваліфікаційної роботи була Випробувальна лабораторія харчової та сільськогосподарської продукції Миколаївської регіональної державної лабораторії ветеринарної медицини, створена і атестована Всеукраїнським Державним науково-виробничим центром стандартизації, метрології, сертифікації та захисту прав споживачів на право проведення вимірювань у сфері поширення державного метрологічного нагляду, що свідчить про відповідність критеріям атестації до вимірювальних лабораторій державної метрологічної системи.

В лабораторії впроваджено систему управління якістю, яка побудована відповідно до вимог ДСТУ ISO/IEC 17025:2006, що є ідентичним до міжнародного стандарту ISO/IEC 17025:2005.

Атестатом акредитації Національне агентство з акредитації України засвідчило технічну компетентність лабораторії відповідно до вимог ДСТУ ISO/IEC 17025, лабораторія успішно підтвердила свою компетентність, крім того, розширивши галузь акредитації.

Принципи та засади побудови лабораторії, у частині вимог до управління, формувалися з врахуванням вимог міжнародного стандарту ISO 9001:2000. Система управління якістю лабораторії у поєднанні з системою адміністративного управління та системою господарського забезпечення формує загальну систему управління.

Структура лабораторії побудована таким чином, щоб була забезпечена достовірність проведення випробувань продукції та довіра до існуючої системи управління. Структурно підрозділи лабораторії залежно від функцій, покладених на них, поділяються на адміністративні, адміністративно-господарські, науково-організаційні та науково-дослідні. Діяльність з випробувань покладена на науково-дослідні підрозділи.

Дослідження здійснюються у найрізноманітніших напрямках і дають змогу провести аналіз рослинної та тваринної продукції від початкових стадій її отримання до готового продукту, який потрапляє на стіл.

Галузь діяльності лабораторії встановлена розпорядженням Кабінету Міністрів України та Положенням і полягає у здійсненні таких основних функцій: проведення випробувань продукції згідно заявленої галузі акредитації; проведенні експертизи якості і безпеки продукції, згідно національних та міжнародних стандартів; дослідження якості, впливу на оточуюче середовище та ефективності застосування у сільському, лісному і рибному господарствах.

Крім випробувальної діяльності структура надає консультаційні послуги як великим сільськогосподарським підприємствам, так і дрібним приватним фахівцям агропромислового комплексу, бере активну участь у розробці та оцінці технологій виробництва сільськогосподарської та харчової продукції України.

Система управління лабораторії побудована на основі вимог ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 і являє собою сукупність системи управління якістю, системи адміністративного забезпечення та системи господарського забезпечення.

Основними складовими лабораторії є: встановлена організаційна структура управління (з чітким визначенням повноважень та функцій кожного структурного підрозділу, елементу); документи системи управління якістю ідентифіковані, описані та регламентовані основні, допоміжні процеси та процеси управління, визначена модель СУЯ; ресурси (кваліфікований персонал, оснащення приміщення, засоби вимірювальної техніки, матеріали).

Обов'язковою умовою досягнення цілей з якості є виконання таких основних принципів: точне і повне виконання встановлених у Настанові з управління, стандартних операційних процедурах, робочих інструкціях вимог та процедур управління якістю; постійне надання вищим керівництвом інформації для всієї організації про впровадження СУЯ і її постійне поліпшення (формулювання політики і цілей з якості, аналізування з боку вищого

керівництва, доведення до всього персоналу важливості задоволення вимог замовника); постійні внутрішні перевірки, які дозволяють оперативно контролювати управління процесів, які виконуються; забезпечення точності вимірювань проведенням постійної метрологічної атестації та повірки засобів вимірювальної техніки та випробувального обладнання; постійний внутрішньолабораторний контроль якості проведених випробувань, шляхом випробувань сертифікованих референт-матеріалів, еталонних та стандартних зразків, повторних випробувань; систематичний моніторинг скарг та рекламацій від замовників, їх детальний розгляд та визначення коригувальних дій для усунення невідповідностей для максимального виконання побажань та очікувань Замовників.

В лабораторії розроблені процедури та правила поводження із зразками (пробами), які включають опис умов отримання, зберігання, розподілу між підрозділами, а також поводження з ними при проведенні випробувань, утилізації залишків зразків (проб) після проведення випробування.

В процесі діяльності лабораторії поводження із зразками полягає: гарантується цілісність зразків (проб), що випробовуються шляхом забезпечення процедур транспортування, реєстрації, передачі в межах лабораторії, зберігання та використання з метою збереження і захисту від ушкодження; в лабораторії розроблена система ідентифікації зразка яка дозволяє простежувати стан зразка протягом всього часу знаходження в лабораторії; застосовують всі можливі заходи та виконуються всі можливі вимоги щодо недопущення зміни параметрів/характеристик випробовуваних зразків протягом поводження з ними та їх зберігання.

2.2. Методика виконання роботи

Методикою моєї роботи було аналізування всіх нормативних документів затверджених в Україні та країнах-членах Європейського Співтовариства, які прямо чи опосередковано стосуються методів визначення вмісту білка в

харчових продуктах.

Матеріали що використовувались міждержавні, національні та міжнародні нормативні документи, статистичні дані, літературні джерела.

Масову частку білка визначали колориметричним методом та формольного титрування згідно з ГОСТ 25179-90 [10]. Сухі речовини та сухий знежирений залишок визначали згідно з ГОСТ 3626-73 [13].

Я брав участь в лабораторних дослідженнях при визначенні вмісту білка у зразках сировини та готової продукції колориметричним методом та методом формольного титрування. Колориметричний метод оснований на здатності білків молока при рН нижче ізоелектричної точки зв'язувати кислий барвник, утворюючи з ним нерозчинний осад, після видалення якого вимірюють оптичну густину вихідного розчину барвника відносно отриманого розчину, яка зменшується пропорційно масовій частці білка [39].

Для обчислення масової частки білка (X) у відсотках використовують формулу:

$$X = 7,78 D - 1,34; \quad (1)$$

де: D – виміряна оптична щільність, од. оптич. щільності;

7,78 – емпіричний коефіцієнт, %/од. оптич. щільності;

1,34 – емпіричний коефіцієнт, %.

Межа допустимої погрішності результату вимірів у діапазоні масової долі білка 2,5-4,0% становить $\pm 0,1\%$ при імовірності 0,80 і розбіжності між двома паралельними вимірами не більш 0,013 одиниць оптичної щільності або не більш 0,1.

За остаточний результат виміру приймають середнє арифметичне значення результатів обчислень двох паралельних спостережень, округлюючи результат до другого десяткового знака.

Кількість білка в пшениці встановлюється за вмістом азоту в зерні, результат збільшується на білковий коефіцієнт 5,7 для пшениці; коефіцієнт отримують діленням 100 на величину процентного вмісту азоту у білку (17,54% у білку пшениці).

При визначенні білка застосовують коефіцієнт 6,25 (з розрахунку вмісту азоту в білковому ячменю в середньому 16%). Метод визначення загального азоту полягає в спалюванні наважки змеленого зерна концентрованої сірчаної кислоти при кип'ятінні в спеціальній тугоплавкій колбі К'ельдаля. При цьому цей вуглерод органічної речовини окислюється до CO_2 , водень до H_2O , азот, утворюючи аміак, з'єднується в колбі з сірчаною кислотою і утримується в ній у вигляді сірчистого амонію. Аміак у приймачі поглинається титрованим розчином сірчаної кислоти, даючи сірчаноокислий амоній. Титруванням визначають кількість залишкової вільної окислюваності та кількість сірчаної кислоти, пов'язаної з аміаком, а отже, і кількість азоту.

Застосовують реактиви: 0,1 н. розчин NaOH ; хімічно чиста сірчана кислота (щільність 1,84); 33% розчин попередньо прокип'яченого технічного їдкого натра – соду каустичну (500 г в 1 л дистильованої води); пемза або фільтровальний папір; червоний лакмусовий папір; вода дистильована.

Змішують і розчиняють суміш, що складається з 10 г сірки керамзиту, 100 г сернокислого калію та 2 г селену металічного. За відсутності селена можна використовувати суміш лише з сірчаної кислоти і сірчистого калію, але згоряння зразків при цьому буде більш тривалим.

Індикатор. На технічних вагах зважують 0,13 г метиленового голубого і розчиняють його в 100 мл етилового спирту. Зважують на технічних вагах 0,14 г метиленового та розчиняють його в 200 мл етилового спирту. Обидва розчини щільно перемішують до повного розчинення вихідних речовин, у подальшому розчини зливають разом. Зберігають розчин індикатора в темній склянці. В кислому середовищі індикатор дає червоно-фіолетовий колір, в лужному – зелене. В перехідній стадії при рН 5,5 індикатор майже безбарвний.

33% розчин їдкого натра готують наступним чином. Відстоюють 500 г рідкого натрію (технічного), поміщають його в фарфоровий стакан і наливають при постійному змішуванні склянкою палочкою 1000 мл дистильованої води. Коли розчиняються натрій, розчин відстоюють, потім його переливають в склянку і закривають гумовою коркою.

Порядок визначення. З середньої частини за допомогою розділювача чи вручну виділяють біля 50 г зерна, очищують його від домішок, за виключенням пошкоджених зерен, розмелюють на лабораторному млині таким чином, щоб все размежене зерно пройшло при просіюванні через проволочне сито № 08.

Размолене зерно переносять на скло розміром приблизно 20×20 см і з двома плоскими шарами або картонними карточками змішують його, розрівнюють та притискають іншим склом такого ж розміру, щоб шар під склом був висотою не більше 3-4 мм.

Межа допустимої погрішності результату вимірів у діапазоні становить $\pm 0,15\%$ при довірчій імовірності 0,80 і відмінності між двома паралельними вимірами не більше 0,2%. За остаточний результат виміру ухвалюють середнє арифметичне значення результатів двох паралельних обчислень, округляючи результат до другого десяткового знака.

Економічну ефективність розраховували з врахуванням витрат на впровадження елементів системи.

РОЗДІЛ 3. РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕНЬ

3.1. Оцінка системи управління вимірюванням у лабораторії ветеринарної медицини

Однією з обов'язкових та необхідних умов забезпечення технічної компетентності лабораторій та гарантування замовнику достовірних результатів вимірювань є внутрішньолабораторна оцінка придатності методик виконання вимірювань для їх реалізації у визначеній галузі. Підходи до проведення валідації аналітичних методик викладено у великій кількості міжнародних настановчих документів та стандартів.

З процедур, що реалізуються у відділі було відібрано для оцінки придатності методики визначення вмісту сирого протеїну у зерні за ГОСТ 10846-91. Її сутність полягає у визначенні вмісту азоту та розрахунку вмісту протеїну за допомогою відповідних коефіцієнтів перерахунку. При мінералізації органічної речовини з сірчаною кислотою за присутності каталізатора утворюються сполуки сульфату амонію. При руйнуванні сульфату амонію лугом виділяється аміак, що відганяється разом з водяною парою до розчину борної кислоти. Зв'язаний з останньою аміак відтитруємо 0,2 н розчином сірчаної кислоти. Вміст азоту в зразку встановлюємо, виходячи з того, що 1 мл 0,2 н розчину зв'язує 2,8 мг азоту.

Процедура виконання методики в умовах відділу має певні модернізації порівняно з процедурою викладеною в ГОСТ 10846-91. Внесеною зміною є використання для відгонки аміаку автоматичного парового дистилятора UDK 142 замість відгонки за допомогою класичного збірного скляного апарату К'ельдаля, відповідно до вимог ДСТУ ISO/IEC 17025, встановлених в п. 5.4.2 «лабораторія повинна підтвердити, що вона може правильно використовувати застандартизований метод, перед тим як розпочати випробування», а також п. 5.4.5.2 «лабораторія повинна оцінювати придатність застандартизованих методів, використовуваних за межами цільової сфери їх поширювання, а також

розширень та модифікацій застандартизованих методів». Попередньо нами проаналізовано метрологічні характеристики методики і визначено, що стандартом на методику встановлені межі збіжності та відтворюваності.

Для виконання процедури вимірювання в умовах відділу використовуються такі реактиви та обладнання:

Реактиви: кислота сірчана концентрована – «х.ч» згідно з ГОСТ 4204-77; гідрооксид натрію «чда» згідно з ГОСТ 4328-77; кислота борна «чда» згідно з ГОСТ 9656; мідь сірчаноокисла 5-водна згідно «хч» з ГОСТ 4165; натрій сірчаноокислий – «хч» згідно з ГОСТ 4166-76; селен аморфний «ч» згідно з ТУ 6-09-4701-78; амінооцетова кислота (гліцин) «фарм» – згідно вимог «фарм»; амоній сірчаноокислий «хч» згідно з ГОСТ 3769-78; вода дистильована.

Прилади та обладнання: ваги лабораторні LA 120 S, зав.№17107457 виробник: Sartorius AG, Німеччина; млин лабораторний ЛМТ-1, зав. №897 виробник: Росія; шафа сушильна Heraeus T 6120, зав. №40432749; виробник: Kendro, Німеччина; нагрівачий мінералізатор Heating Digester ДК-20; зав. №F\N16342 виробник: Velp scientifica, Італія; автоматичний паровий дистильатор UDK 142, зав. №16356; виробник: Velp scientifica, Італія; дозуючий пристрій Titroline Easy K, зав. №00542132; виробник: фірма „Schott instrument”, Німеччина.

Свідоцтво про повірку аналізатора азоту UDK142, №22790, в комплекті з титратором автоматичним TitroLine easy, №0054132 та мінералізатором ДК-20, №16342 №36-2/548 видане Миколаївським науково-виробничим центром стандартизації, метрології, сертифікації.

Важливість якості результатів вимірювання зростає відповідно до рівня науково-технічного розвитку суспільства. Споживачам та виробникам доводиться щодня приймати рішення, що ґрунтуються на результатах вимірювання і впливають на їхній економічний добробут. Якісні та достовірні вимірювання допомагають чесній конкуренції та стабільному розвитку суспільства, а отримати їх можна лише за умови технічної компетентності випробувальних лабораторій.

Основні вимоги до технічної компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій встановлені в міжнародному стандарті ISO/IEC 17025:2005, відповідно до якого визначаються такі основні елементи, що впливають на технічну компетентність лабораторії: персонал, приміщення та умови довкілля, методики виконання вимірювань та їх метрологічні характеристики, відбір проб, поводження з пробами, засоби вимірювальної техніки та обладнання.

При цьому, потрібно зазначити, що базовим бізнес-процесом для лабораторій являється процес виконання вимірювань параметрів та характеристик проб, а тому один з суттєвих внесків у достовірність отриманих в процесі виконання вимірювань результатів буде формуватися засобами вимірювальної техніки та безпосередньо процедурою виконання вимірювань. Тому, одним з завдань цієї роботи став порівняльний аналіз вимог стандарту ДСТУ ISO 10012, який встановлює вимоги до процесу вимірювань та засобів вимірювальної техніки з вимогами ДСТУ ISO/IEC 17025. Порівняльна оцінка здійснювалася з метою пошуку шляхів вдосконалення якості вимірювань, підвищення результативності її системи управління якістю та збільшення ймовірності задоволеності замовників.

ДСТУ ISO 10012 визначає, що СУВ – сукупність взаємопов'язаних або взаємодійних елементів, необхідних для забезпечення метрологічного підтвердження та постійного контролю процесів вимірювання. Отже, можна зробити висновок, що наявність результативної СУВ в лабораторії дозволить забезпечити придатність вимірювального обладнання та процесів вимірювання для використання за призначенням і відіграти значну роль у досягненні цілей щодо якості продукції.

Система управління вимірюванням відіграючи важливу роль в досягненні цілей в сфері якості та управлінні ризиками отримання недостовірних результатів вимірювання, може розглядатися як можливий складовий елемент системи управління якістю лабораторії та засіб гарантування достовірності результатів вимірювань.

Управління процесами вимірювання і метрологічна придатність вимірювального обладнання є важливим елементом для системи управління організації та для забезпечення дотримання метрологічних вимог. Згідно стандарту ДСТУ ISO 10012 процеси вимірювання розглядаються як спеціальні процеси, що спрямовані на підтримання якості продукції організації.

Стандарт ДСТУ ISO 10012 визначає такі необхідні обов'язкові елементи, що повинні виконуватися в організації для створення, впровадження та функціонування системи управління вимірюванням: відповідальність керівництва за організацію діяльності та надання необхідних ресурсів для діяльності метрологічної служби, орієнтацію роботи на замовника та визначення та встановлення вимірних цілей у сфері якості; керування ресурсами, в тому числі людськими, матеріальними та інформаційними; обов'язкове метрологічне підтвердження та проектування, виконання та контроль процесів вимірювання; постійне аналізування системи керування вимірюванням вищим керівництвом та поліпшування її на основі даних аналізу.

Порівнюючи вимоги стандартів ДСТУ ISO 10012 та ДСТУ ISO/IEC 17025 можна сказати, що обидва стандарти базуються на загальноприйнятих, визначених та стандартизованих принципах менеджменту якості, базові з яких визначені в ДСТУ ISO 9001.

Один з принципів управління якістю стосується процесного підходу. Аналізування вимог та структури стандартів ДСТУ ISO 10012 та ДСТУ ISO/IEC 17025 дозволяє говорити, що в них використано тотожні елементи, що стосуються загальних вимог до управління якістю, побудови системи управління, процесний підхід. До таких елементів можна віднести: орієнтація своєї діяльності на замовника; планування цілей у сфері якості; управління документацією; аналізування з боку вищого керівництва; постійне поліпшення своєї діяльності; управління невідповідними процесами та засобами вимірювальної техніки; впровадження коригувальних дій.

Також потрібно зазначити і їх схожість у частині вимог до технічного забезпечення процесів вимірювання, а саме такими вимогами є: вимоги до

приміщення та умов довкілля; обов'язковість забезпечення простежуваності вимірювання; вимоги до компетентності та навичок персоналу; вимоги до вимірювального обладнання та його метрологічних характеристик.

Порівняння вимог стандартів стосовно управління засобами вимірювальної техніки, показує, що в стандарті ДСТУ ISO 10012 деталізація вимог до певних елементів системи управління вимірюванням є більш розширеною. Так, в першу чергу це стосується: процесів вимірювання, які реалізуються в рамках системи і повинні проектуватися; всі засоби вимірювальної техніки, які застосовуються в системі, підлягають метрологічному підтвердженню.

Таких вимог у ДСТУ ISO/IEC 17025 не передбачено, тому потрібно більш детально звернути на них увагу.

Встановлення метрологічних вимог визначаються вимогами до продукції та вимог замовника. Метрологічні вимоги замовника стосуються невизначеності вимірювання, діапазону, стабільності, роздільної здатності, умов навколишнього середовища та кваліфікації персоналу.

У стандарті ДСТУ ISO 10012 стосується проектування процесу вимірювання, згідно якого всі процеси вимірювання потрібно задокументувати, затверджувати і погоджувати з замовником.

Процес вимірювання повинен розроблятися так, щоб запобігати помилковим результатам і забезпечувати виявлення невідповідностей. Для цього повинні бути визначені засоби контролю, які визначають, враховуючи умови довкілля, методи випробування, компетентність персоналу та характеристики засобів вимірювальної техніки. Повна специфікація вимірювального процесу має включати ідентифікацію усього засобу вимірювальної техніки, вимірювальних методик, програмного забезпечення, умов використання, навичок оператора та усіх інших факторів, що впливають на стабільність результату вимірювань.

Для кожного вимірювального процесу має бути встановлена невизначеність вимірювання (п. 7.3). Аналіз невизначеностей вимірювань

завершується до метрологічного підтвердження засобів вимірювальної техніки та введення в дію вимірювального процесу.

Подібні вимоги зазначаються у ДСТУ ISO/IEC 17025 (п. 5.4), згідно якого вимірювання проводиться за методиками, які забезпечують якість та точність результатів випробувань. Згідно вимог стандарту лабораторія повинна також оцінювати невизначеності, результат яких залежить від ефективності методу, галузі вимірювання. Згідно даного стандарту кожен етап вимірювання здійснюється згідно окремих процедур, які розписуються в настанові з якості, а в ДСТУ ISO 10012 увесь процес вимірювання передбачається проводити по одній процедурі.

Вимоги стандартів, що стосуються реєстрації та документування даних теж частково збігаються, а саме, у стандарті ДСТУ ISO 10012 (п. 7.2.4) вказується, що організація повинна вести протоколи, що стосуються процесу вимірювання, зокрема, повний опис процесу вимірювання, інформація щодо невизначеності вимірювання, дату виконання кожної дії контролю вимірювання, рівень кваліфікації персоналу. Всі ці дані реєструються у протоколі, які уповноважені особи можуть виправляти, видавати чи анулювати за згодою метрологічної служби.

У п. 4.13.2. стандарту ДСТУ ISO/IEC 17025 містяться подібні вимоги, щодо документування технічних даних лабораторії, а саме вони несуть інформацію про результати випробування і показують, чи досягнуто встановлених параметрів процесів вимірювання. Дані містять інформацію про персонал, який відповідальний за проведення випробування та порівняння результатів вимірювання.

Згідно стандарту ДСТУ ISO 10012 під засобами вимірювальної техніки розуміють засоби вимірювання, програмні засоби, еталони, стандартні зразки, допоміжна апаратура чи комбінація цих засобів, які необхідні для виконання процесу вимірювання. Вимірювання зазвичай має декілька метрологічних характеристик, які є предметом калібрування. Потрібно, щоб засоби вимірювальної техніки мали належний статус калібрування перед

метрологічним підтвердженням.

Метрологічне підтвердження необхідні для гарантування того, що засоби вимірювальної техніки відповідає метрологічним вимогам щодо його використання за призначеністю. Метрологічне підтвердження придатності засобів вимірювальної техніки включає: калібрування та повірку; ремонт і наступну перекалібровку; порівнювання з метрологічними вимогами.

Система управління вимірюванням передбачає застосування різних методів від повірки (верифікації) засобів вимірювальної техніки до статистичних методів контролю якості, що використовуються в управлінні процесами вимірювання. Метрологічне підтвердження засобів вимірювальної техніки поширюється на певні процеси вимірювання і не може поширюватися на ті процеси вимірювання, для яких установлені інші метрологічні вимоги щодо цих засобів.

У процесі метрологічного підтвердження встановлюється придатність до застосування засобів вимірювальної техніки, порівнюючи результат калібрування та документально засвідчується результат метрологічного підтвердження.

При аналізуванні стандартів вивливає, що система управління вимірювань може бути використана організацією, що проводить вимірювання, як частина системи управління якістю, або загальної системи управління для забезпечення виконання метрологічних вимог.

3.2. Впровадження елементів системи управління якістю вимірювань

У Миколаївській регіональній лабораторії ветеринарної медицини процеси вимірювання здійснюються відповідно вимог стандарту ДСТУ ISO 10012. На підставі проведених досліджень нами запропоновано впровадити ДСТУ ISO/IEC 17025 (п. 5.4), згідно до якого вимірювання проводиться за методиками, що забезпечують якість та точність результатів випробувань з використанням валідованих методик. Згідно вимог стандарту лабораторія

повинна також оцінювати невизначеності, результат яких залежить від ефективності методу, галузі вимірювання.

Основними засадами політики управління вимірювальним обладнанням є: лабораторія має все необхідне обладнання, що потрібне для виконання випробувань в заявленій галузі акредитації; всі засоби вимірювальної техніки та вимірювальне обладнання, що використовуються для випробувань відповідають засоби вимірювальної техніки задіяна в випробуваннях проходить періодичну метрологічну перевірку; всі засоби вимірювальної техніки та метрологічну атестацію, згідно вимог національного законодавства, що є підтвердженням здатності досягати необхідної точності; до роботи з засоби вимірювальної техніки допускається лише уповноважений персонал, який в повному об'ємі забезпечений документацією виробника на дане устаткування.

Організація керівництва якістю робіт при проведенні випробувань полягає у тому, що зразки продукції надходять за актом відбору. Забезпечення точності, достовірності, об'єктивності результатів випробувань надають фактичні значення показників, допустимі похибки вимірювання, показники точності випробувань (рис. 2).

Експлуатація, транспортування обладнання здійснюється в умовах, що забезпечує неможливість пошкодження та виходу з ладу; кожна одиниця засоби вимірювальної техніки та всі засоби вимірювальної техніки та є контрольованою та чітко ідентифікованою, що дає можливість встановити простежуваність процесу випробування; обладнання та його програмне забезпечення, що використовується для провадження випробувань, здатне досягти необхідної точності та відповідає технічним вимогам, що ставляться до випробування. Кожна одиниця обладнання ідентифікується за допомогою реєстраційних карток. На все обладнання, що вимагає калібрування, наноситься маркування, щоб вказати стан калібрування/періодичності. На обладнання зазначається дата останнього калібрування, дата наступної перевірки та дата, коли минає термін поточного калібрування. Всі процеси управління засобами вимірювальної техніки та ВО в лабораторії виконуються відповідно до СОП.

УЛ.5.5-01. У процесі експлуатації технічне обслуговування засоби вимірювальної техніки проводить персонал, що закріплений за даною одиницею обладнання.



Рис. 2. Організація робіт з випробувань

Засоби вимірювальної техніки, зокрема апаратні засоби та програмне забезпечення, охороняються від регулювання, яке може зробити недійсними результати випробування, шляхом забезпечення роботи на ньому та обслуговування лише спеціально уповноваженим персоналом. Кожна одиниця обладнання закріплена за співробітником підрозділу, який несе відповідальність за правильне поводження, експлуатацію.

Ремонт засоби вимірювальної техніки в лабораторії ветеринарної медицини організовується відповідальним за метрологічне забезпечення лабораторії. Проведення ремонтних робіт проводиться тільки сервісними службами та уповноваженими організаціями виробника. Вся інформація про виявлені порушення роботи обладнання та проведені ремонтні роботи повинна заноситися до реєстраційних карток.

У п. 4.13.2. стандарту ДСТУ ISO/IEC 17025 містяться подібні вимоги, щодо документування технічних даних лабораторії, а саме вони несуть інформацію про результати випробування і показують, чи досягнуто встановлених параметрів процесів вимірювання. Дані містять інформацію про персонал, який відповідальний за проведення випробування та порівняння результатів вимірювання.

Лабораторія ветеринарної медицини відповідно до вимог ДСТУ ISO/IEC 17025 гарантує замовникам та органу з акредитації, що використовуване устаткування може забезпечувати необхідну невизначеність вимірювання. Важливою складовою сумарної невизначеності вимірювання є невизначеність пов'язана з невизначеністю еталона.

У лабораторії ветеринарної медицини, як випробувальній лабораторії існують проблеми доказу простежуваності своїх результатів калібрувань, що пов'язано з відсутністю за більшістю типів вимірювань калібрувальних лабораторій, що відповідають вимогам ISO/IEC 17025 та відповідним чином акредитованих. Акредитовані калібрувальні лабораторії вважаються компетентними, а результати їх калібрувань є достатнім доказом простежуваності їх результатів для підтвердження. В зв'язку з цим, в умовах

відділу було оцінено можливості документального підтвердження простежуваності вимірювань за типом: вимірювання маси.

Всі лабораторії проходять повірку, а деяке устаткування калібрування у ДП «Укрметртестстандарт». Держспоживстандартом України призначено ДП «Укрметртестстандарт» Державним науковим метрологічним центром України, Головним центром державної метрологічної служби України, Головним центром державної служби стандартних довідкових даних про фізичні сталі та властивості речовин і матеріалів.

Аналіз існуючої системи управління засобами вимірювання дозволяє говорити про її відповідність до чинного законодавства у сфері метрології, вимог ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 та частково вимог ДСТУ ISO 10012.

3.3. Методика оцінки придатності методів вимірювань

На базі Миколаївської регіональної державної лабораторії ветеринарної медицини розроблено задокументовану методику «Оцінка придатності методів вимірювання».

Миколаївська регіональна державна лабораторія ветеринарної медицини
Управління якістю вимірювань

Задокументована методика «Оцінка придатності методів вимірювання»

ЗАТВЕРДЖУЮ

Директор Миколаївської регіональної державної
лабораторії ветеринарної медицини

« » _____ 2022 р.

ЗМІСТ

Назва розділу	Сторінка
Зміст	1
1. Загальні положення	2
2. Опис процесу	2
3. Точність методу	2
4. Відтворюваність результатів вимірювань	4
5. Збіжність при вимірюванні	9
6. Межа детектування	10
7. Контроль невизначеності	13
8. Практичне викрестання значень точності	14

1. Загальні положення. Відповідно до стандарту ISO/IEC 17025:2005 усі методи дослідження, що використовуються в лабораторіях, повинні бути валідовані і затверджені. Оцінка придатності методів виконується для того, щоб досягти необхідних характеристик типу точності, відтворюваності і надійності результатів дослідження.

1.1. Галузь застосування. Процедура застосовується в відділах лабораторії.

1.2. Відповідальність та повноваження. За дотримання процедур валідації відповідальні завідувачі відділів.

1.3. Визначення і скорочення. *LOD* – межа детектування; *LOQ* – межа виявлення методу; *RF* – фактор відгуку; *RP* – процент поверення; *SD* – стандартне відхилення; *T* – точність; *RSD* – відносне стандартне відхилення; *МДР* – максимально-допустимий рівень; *ЗА* – збереженість аналіту; *Д* – добавка аналіту.

2. Опис процесу.

2.1. Специфічність (селективність) – характеризує здатність методу недвозначно визначити компонент у присутності інших компонентів. Контроль специфічності: провести 10 визначень аналіту в зразку матриці, що не містить

даний аналіт, згідно з даними методом. Визначити: x – середнє арифметичне з 10 визначень; SD – стандартне відхилення, визначене за формулою:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(X_i - X_{\text{сеп}})^2}{n-1}} \quad (2)$$

Довірний інтервал для x при $\alpha = 5\%$, $n = 10$ становить: верхня контрольна межа – $(x+2,23SD)$; нижня контрольна межа – $(x-2,23SD)$. За необхідності слід розробити корективні заходи для підвищення специфічності методу. Контроль специфічності (селективності) методу проводять: при розробці нового методу дослідження; при застосуванні не стандартизованого методу досліджень.

3. Точність. Для характеристики точності методів вимірювання та одержаних результатів використовують два терміни – вірогідність та прецизійність. Вірогідність відображає близькість великої кількості результатів вимірювання до істинного (дійсного) або прийнятого еталонного призначення.

Прецизійність відображає близькість до нуля систематичної похибки результатів досліджень; характеризує щільність узгодження окремих результатів дослідження між собою. Точність методу визначається наступними способами.

3.1. Застосування сертифікованих референс-матеріалів. Визначити середнє арифметичне ($X_{\text{сеп}}$), стандартне відхилення (SD) за формулою 2 та відносне стандартне відхилення (RSD) за формулою 3.

$$RSD = \frac{SD}{X_{\text{сеп}}} \times 100\% \quad (3)$$

Визначити точність (T , %) за формулою 4.

$$T = \frac{X_{\text{сеп}}}{X_{\text{атест}}} \times 100\% \quad (4)$$

де $X_{\text{атест}}$ – атестована концентрація.

Визначити довірчий інтервал за формулою 5.

$$X_{\text{сеп}} - K \times \frac{SD}{\sqrt{n}}; \quad X_{\text{сеп}} + K \times \frac{SD}{\sqrt{n}} \quad (5)$$

де K – коефіцієнт Ст'юдента при вірогідності $\alpha = 5\%$;

n – кількість вимірювань.

Контроль точності методу проводити: 1 раз на 3 місяці; при розробці

нового методу дослідження; при застосуванні не стандартизованого методу досліджень.

3.2. Визначення проценту повернення. Процент повернення визначити за формулою 6.

$$RP = \frac{X_{\text{пов}}}{D} \times 100\% \quad (6)$$

де $X_{\text{пов}}$ – повернена кількість, мг/кг;

D – додана кількість, мг/кг.

3.3. Визначення повернення добавки аналіту до матриці, яка містить визначену його кількість. До зразка з точно визначеним вмістом аналіту додати таку його кількість, яка відповідає 10-100% вмісту аналіту. Провести 10 визначень і вирахувати процент повернення за формулою 7.

$$RP = \frac{X_{\text{доб}} - X_{\text{б/доб}}}{D} \times 100\% \quad (7)$$

де $X_{\text{доб}}$ – вміст аналіту в зразку з добавкою, мг/кг;

$X_{\text{б/доб}}$ – вміст аналіту в зразку без добавки, мг/кг;

D – додана кількість аналіту.

Визначити довірчий інтервал для середнього проценту повернення при $\alpha = 5\%$ за формулою 8.

$$RP - K \times \frac{SD}{\sqrt{n}}; \quad RP + K \times \frac{SD}{\sqrt{n}} \quad (8)$$

де K – коефіцієнт Ст'юдента при вірогідності $\alpha = 5\%$;

n – кількість вимірювань.

Коефіцієнт Ст'юдента для вірогідності $\alpha = 5\%$ при різній кількості вимірювань наведені в таблиці 1.

Результати досліджень за пп. 5.2.1-5.2.2 вважаються прийнятими, якщо $T(RP)$ знаходиться у межах 70-120% при RSD не $> 20\%$. Для макровизначень – якщо $T(RP)$ знаходиться у межах 97-103%.

Контроль точності методу за п. 5.2.2 проводиться: 2 рази на місяць; при розробці або впровадженні в роботу нового методу дослідження; при застосуванні не стандартизованого методу досліджень.

Значення проценту повернення, що накопичуються протягом певного

періоду досліджень, вводяться у форму ОПФ.ВЛ МРДЛВМ 5.4-03-01 «Карта контролю процента повернення».

4. Відтворюваність – це характеристика якості результатів вимірювань, яка відображає близькість один до одного результатів повторних спостережень, проведених в різних умовах.

4.1. Внутрішньолабораторна відтворюваність – відображає здатність методу надавати повторювані результати з незначним статистичним відхиленням під впливом незначних змін (заміна реактивів, температури приміщення, проведення дослідження в інший день, на іншому приладі і т. ін.).

Перед проведенням контролю внутрішньолабораторної відтворюваності необхідно: встановити фактори, що можуть впливати на кінцевий результат дослідження; незначно змінити кожен з цих факторів (табл. 1).

Таблиця 1

Коефіцієнти Ст'юдента для вірогідності $\alpha = 5\%$

Кількість вимірювань, n	Коефіцієнт Ст'юдента
2	4,303
3	3,183
4	2,716
5	2,571
6	2,247
7	2,365
8	2,306
9	2,262
10	2,228
11	2,201
12	2,179
13	2,160
14	2,145
15	2,131
16	2,120
17	2,110
18	2,101
19	2,093
20	2,086

Контроль відтворюваності проводиться наступним чинном: приготувати

3-7 серій по 8 зразків в кожній. Кожну серію розбити на 2 частини за дією певного фактору (табл. 2).

Таблиця 2

Приклад контролю відтворюваності

	1	2	3	4	5	6	7	8
Серія A/a	A	A	A	A	a	a	a	a
	фактор 1				фактор 1"			
Серія B/b	B	B	B	B	b	b	b	b
	фактор 2				фактор 2"			
Серія C/c	C	C	C	C	c	c	c	c
	фактор 3				фактор 3"			

Для кожної частини кожної серії визначити середнє арифметичне ($X_A, X_a, X_B, X_b, X_C, X_c$).

Визначити різницю між частинами кожної серії (D) за формулами 9-11.

$$D_a = X_A - X_a \quad (9)$$

$$D_b = X_B - X_b \quad (10)$$

$$D_c = X_C - X_c \quad (11)$$

Обчислити квадрат величини D для кожної серії.

Визначити стандартне відхилення різниць (SD_{Di}) між серіями за формулою 12.

$$SD_{Di} = \sqrt{2 \times \frac{\sum D_i^2}{n}} \quad (12)$$

де $\sum D_i^2$ – сума квадратів різниць для кожної серії;

n – кількість серій.

Якщо SD_{Di} імовірно більше, ніж стандартне відхилення, визначене нормативними документами для даного методу, це свідчить, що разом всі досліджувані фактори чинять вплив на результати дослідження, навіть якщо жоден фактор окремо не впливає на нього суттєво. В цьому випадку проведення дослідження вимагає корективних заходів.

Контроль внутрішньолабораторної відтворюваності проводиться при

впровадженні в роботу нового методу дослідження.

4.2. Міжлабораторна відтворюваність – визначається шляхом участі у міжлабораторних випробуваннях.

Випробувальна лабораторія Миколаївської регіональної державної лабораторії ветеринарної медицини приймає участь у міжлабораторних порівняльних дослідженнях, що проводяться Національним Аналітичним Центром «ПРОФ-ТЕСТ» і міжлабораторних випробувань у рамках Програми професійного тестування «Вет-Тест».

4.3. Стабільність аналіту – визначає, наскільки аналіт залишається стабільним у даній матриці або стандартному розчині протягом їх зберігання або проведення досліджень.

4.4. Стабільність в розчині. Приготувати основний стандартний розчин аналіту і розвести його для одержання різних концентрацій аналіту (від мінімальної). З кожної концентрації відібрати по 40 аліквот, які одразу після приготування досліджуються на вміст аналіту.

Після цього 30 аліквот помістити у посуд з скла і зберігати при наступних умовах: 10 – при температурі -18°C ; 10 – при температурі $+4^{\circ}\text{C}$; 10 – при температурі $+20^{\circ}\text{C}$.

10 аліквот помістити у посуд із скла і зберігати при температурі $+20^{\circ}\text{C}$ у шафі. Визначення аналіту в кожній серії аліквот проводять через 1, 2, 3 і 4 тижні (або більше) після початку дослідження, до появи ознак руйнування аналіту. Збереженість аналіту (ЗА, %) визначають за формулою 13.

$$ЗА = \frac{C_i}{C_1} \times 100\% \quad (13)$$

де C_i – концентрація аналіту в кожній серії аліквот на даному етапі дослідження;

C_1 – початкова концентрація аналіту.

Результати занести в ОПФ.ВЛ МРДЛВМ 5.4-05. Контроль стабільності аналіту в розчині проводиться при впровадженні в роботу нового методу дослідження.

4.5. Стабільність в матриці. Визначається за допомогою сертифікованого референс-матеріалу, а при його відсутності – за допомогою зразків з добавкою аналіту. При використанні референс-аналіту: визначити концентрація аналіту в свіжому матеріалі; визначити концентрацію аналіту через 1, 2, 4 і 20 тижнів. Матеріал при цьому повинен зберігатись при температурі не вище +20°C.

При відсутності реферанс-матеріалу: добре гомогенізувати будь-який матеріал і розділити його на 5 аліквот; додати до кожної аліквоти аналіт (краще у вигляді невеликої кількості стандартного розчину); одну з аліквот досліджувати одразу після приготування; в інших аліквотах визначити концентрацію аналіту через 1, 2, 4 і 20 тижнів. Матеріал при цьому повинен зберігатись при температурі не вище +20°C.

Контроль стабільності аналіту в матриці проводиться при впровадженні в роботу нового методу дослідження.

4.6. Лінійність – це здатність методу одержувати результати, пропорційні концентрації аналіту.

Контроль лінійності. Приготувати і ввести в аналітичну систему стандартні розчини із різним вмістом аналіту (не менше 5 калібрувальних рівнів). Побудувати калібрувальний графік залежності аналітичного сигналу від концентрації. Обчислити для кожної калібрувальної точки фактор відгуку (RF) за формулою 14.

$$RF = \frac{A}{C} \quad (14)$$

де A – аналітичний сигнал;

C – концентрація розчину.

Обчислити для значень фактора відгуку по кожній точці середнє арифметичне, стандартне відхилення (SD) і відносне стандартне відхилення RSD . Якщо RSD не перевищує 20%, відгук приладу вважається лінійним. Контроль лінійності проводиться кожен раз при побудові калібрувальної залежності.

5. Збіжність (повторюваність) – це характеристика результатів

вимірювань, яка відображає близькість один до одного результатів повторних спостережень, проведених в однакових умовах; є мірою розсіювання вибірки даних навколо центрального значення.

5.1. Збіжність при вимірюванні на приладі – відображає здатність приладу в тих самих умовах надавати повторювані результати з незначним статистичним відхиленням. Провести 10 визначень аналіту в одному розчині для дослідження. Визначити: \bar{x} – середнє арифметичне з 10 визначень; SD – стандартне відхилення; RSD – відносне стандартне відхилення.

Довірчий інтервал при $\alpha=5\%$, $n=10$ для \bar{x} дорівнює: $(\bar{x} - 2,23SD)$; $(\bar{x} + 2,23SD)$. Контроль збіжності при вимірюванні на приладі проводиться: при введенні у роботу нового обладнання, після випадків встановлення несправностей, ремонтних робіт, після тривалого простою приладу, при встановленні нових запчастин, ламп, колонок тощо; систематично 1 раз на місяць.

5.2. Збіжність при використанні одних і тих самих умов аналізу відображає здатність в тих самих умовах надавати повторювані результати з незначним статистичним відхиленням.

Приготувати 10 добре гомогенізованих зразків (тестового матеріалу і внутрішнього референц матеріалу) і визначити в кожному йогоконцентрацію. Визначити: \bar{x} – середнє арифметичне з 10 визначень; s – стандартне відхилення; RSD – відносне стандартне відхилення.

При вмісті аналітів у зразку в межах 0,01-0,5мг/кг прийнятне значення RSD не $>20\%$. В інших випадках прийнятим вважається значення RSD не $>5\%$. Результати занести в ОПФ.ВЛ МРДЛВМ 5.4-0.9.

Контроль збіжності проводиться: на початку введення нового методу досліджень в роботу; перед допуском нового співробітника до самостійної роботи; систематично 1 раз на 3 місяці.

6. Межа детектування (LOD) – найнижча кількість аналіту (виражена як маса), котра може бути виміряна за допомогою даного приладу з розумною статистичною вірогідністю.

Для не хроматографічних методів границю детектування, виражену як C_L або кількість Q_L , одержують з найменшої міри X_L , що може бути виявлена з розумною вірогідністю для даної аналітичної процедури. Значення X_L дається рівнянням (15):

$$X_L = X_{cp} + k \times SD \quad (15)$$

де X_{cp} – середнє холостого визначення;

k – коефіцієнт 3 (відповідає потроєному значенню шумового сигналу);

SD – стандартне відхилення холостих вимірів.

Для цілей валідації звичайно досить забезпечити показання для рівня, на якому детектування стає проблематичним. Для цієї мети «холоста проба + 3 SD » буде звичайно задовільною. Можливі два підходи: 10 незалежних холостих проб, кожна обмірювана один раз. Представити LOD як концентрацію аналіту, що відповідає середньому значенню холостої проби +3 SD ; 10 незалежних холостих проб, укріплені при найнижчій прийнятій концентрації, кожна вимірювана один раз. Представити LOD як концентрацію аналіту, що відповідає 0+3 SD .

Межа детектування визначається: при введенні у роботу нового обладнання, після випадків встановлення несправностей, ремонтних робіт, після тривалого простою приладу, при встановленні нових запчастин, ламп, колонок тощо; на початку введення нового методу досліджень в роботу.

6.1. Межа виявлення (границя детектування) методу аналізу (LOQ) – найнижча концентрація аналіту в зразку (мг/кг), що може бути виявлена за даним методом. Додати до матриці, яка не містить даного аналіту, стандартний розчин з таким розрахунком, щоб концентрація аналіту в кінцевому розчині дорівнювала межі детектування даного приладу (LOD).

Гомогенізувати матрицю, відібрати 10 зразків і провести їх дослідження згідно даного методу. Визначити концентрацію аналіту, його вміст в кожному зразку та середнє значення, яке буде дорівнювати найменшій кількості аналіту в зразку, яку можна визначити за даним методом. Результати занести в ОПФ.ВЛ МРДЛВМ 5.4-11.

Межа виявлення для кожного методу визначається на початку введення нового методу досліджень в роботу.

6.2. Карта шухарта. Використовуючи контрольну карту Шухарта, можна проводити якісну оцінку результатів вимірювання.

Для побудови карти Шухарта використовуються довірчі інтервали, які називають контрольними. Для їх ви-значення зразок або референс-матеріал багаторазово досліджуються, визначаються середнє арифметичне ($X_{сер}$) і стандартне відхилення (σ , SD), розраховуються значення $\pm 2\sigma$ і $\pm 3\sigma$ від середнього значення. Після цього будується контрольна карта, де на вісі абсцис відкладаються дні проведення досліджень, а на вісі ординат – концентрація компонентів, горизонтальними лініями на карті відмічаються значення $X_{сер}$, $\pm 2\sigma$ і $\pm 3\sigma$.

Якщо для проведення внутрішньолабораторного контролю використовується сертифікований референс-матеріал, то сертифікована концентрація аналіту приймається за $X_{сер}$, довірчий інтервал – за $X_{сер} \pm 1\sigma$, інтервали ($X_{сер} \pm 2\sigma$) та ($X_{сер} \pm 3\sigma$) розраховуються самостійно. Після дослідження референс-матеріалу і накопичення 20-30 даних розраховується $X_{сер}$, яке порівнюється з атестованим значенням. Отримане $X_{сер}$ не повинно відхилитись від атестованого значення більш як на $\frac{1}{2}$ значення стандартного відхилення (σ).

Побудова карти Шухарта при використанні не сертифікованих зразків: в матрицю зразка, що не містить даного аналіту, додати певну його кількість, добре гомогенізувати і розділити на аліквоти. Помістити їх у герметичні контейнери і зберігати при температурі $+4^{\circ}\text{C}$. Частина контейнерів (наприклад, 15) залишити для дослідження на гомогенність.

Для визначення гомогності провести визначення аналіту: в 10 зразках – по одному дослідженню кожного зразка, визначити середнє арифметичне значення, стандартне відхилення SD і відносне стандартне відхилення RSD ; в 5 зразках – по 2 дослідження кожного зразка, визначити середнє арифметичне значення по всій серії досліджень, стандартне відхилення SD і відносне стандартне відхилення RSD . Значення SD та RSD не повинні суттєво

відрізнятись між собою і перевищува 3%.

Після підтвердження гомогенності і стабільності матеріалу, провести визначення аналізу в 20-30 зразках згідно певного методу, визначити середнє арифметичне, стандартне відхилення і відносне стандартне відхилення. Значення, що відхилюються від $X_{сер}$ більш як на 3σ , видалити з вибірки, і знову перерахувати $X_{сер}$, SD і RSD .

Порівняти отримане значення RSD з нормативним (табл. 3).

При перевищенні нормативного значення слід проаналізувати хід дослідження і видалити можливі причини поганої відтворюваності. Розрахувати попереджувальні границі $X_{сер} \pm 2\sigma$ і контрольні границі $X_{сер} \pm 3\sigma$.

Нанести на вісь X в якості центральної лінії карти значення $X_{сер}$, паралельно їй дві попереджувальні і дві контрольні границі.

Таблиця 3

Коефіцієнти для розрахунку попереджувальної та контрольної границь карти Шухарта

Кількість зразків у серії	Коефіцієнт для попереджувальної границі ($\pm 2\sigma$)	Коефіцієнт для контрольної границі ($\pm 3\sigma$)
2	2,45	3,22
3	1,95	2,39
4	1,76	2,14
5	1,66	1,98
6	1,59	1,88
7	1,54	1,80
8	1,51	1,75
9	1,48	1,71
10	1,45	1,68

Оцінка карти Шухарта за правилами Westgard наведена у таблиці 4.

При появі результатів, що відповідають попереджувальним критеріям, необхідно проаналізувати всі етапи роботи для виявлення можливих відхилень. Такі результати вважаються дісними. У випадку результатів, що відповідають контрольним критеріям або виходять за їх межі, результати вважаються не дійсними, приймаються заходи для виявлення і усунення помилок в ході випробування.

**Правила для оцінки внутрішньолабораторного контролю
з використанням контрольних карт**

№ п/п	Опис критерію	Тип помилки
1	Один результат в серії вийшов за межі $X_{сер} \pm 2\sigma$	попереджувальний сигнал
2	Один результат в серії вийшов за межі $X_{сер} \pm 3\sigma$	випадкова помилка
3	Різниця між вимірюваннями в серії перевищує 4σ	випадкова помилка
4	Два послідовні вимірювання в серії вийшли за межі $X_{сер} + 2\sigma$ або $X_{сер} - 2\sigma$	систематична помилка
5	Отири послідовні вимірювання в серії вийшли за межі $X_{сер} + 1\sigma$ або $X_{сер} - 1\sigma$	систематична помилка
6	Десять послідовних вимірювань лежать по один бік від середньої лінії ($X_{сер}$)	систематична помилка

7. Контроль невизначеності. Невизначеність – це параметр, що пов’язаний з результатами вимірювань і характеризує розсіювання значень, які могли б бути обгрунтовано приписані вимірювальній величині.

7.1. Стандартна невизначеність (u) – це стандартна невизначеність результату вимірювань, виражена у вигляді середнього квадратичного відхилення ($СКВ$). Стандартна невизначеність є основним кількісним показником невизначеності вимірювань.

Стандартну невизначеність вимірювань кожної вхідної величини, при яких результат визначається як середнє арифметичне ($u(x_i)$), визначають за формулою 16.

$$u(x_i) = \sqrt{\frac{\sum(X_i - X_{сер})^2}{n \times (n - 1)}} \quad (16)$$

де n – кількість визначень.

Результати контролю заносять в ОПФ.ВЛ МРДЛВМ 5.4-13. Визначення стандартної невизначеності проводять при розробці нового методу досліджень.

8. Практичне використання значень точності.

8.1. Контроль прийнятності результатів досліджень, отриманих згідно умов збіжності.

8.1.1. Межа збіжності (r). Для оцінки прийнятності двох результатів слід визначити значення, в межах якого буде проводитись їх співствлення – межу збіжності. Межа збіжності (r) визначається за формулою 17.

$$r = 2,8 \times \sigma_r \quad (17)$$

де σ_r – середня похибка середнього арифметичного значення, що визначається за формулю 18.

$$\sigma_r = \sqrt{\frac{\sum a^2}{n \times (n-1)}} \quad (18)$$

де a – відхилення кожного значення від середнього арифметичного;
 n – кількість результатів дослідження.

Для визначення відхилення від середнього арифметичного (a) від кожного значення слід відняти середнє арифметичне. При визначенні значення Σa сумуються модулі одержаних значнь відхилень.

8.2.1. Контроль прийнятності двох результатів дослдження. Якщо абсолютна різниця між двома результатами дослідження не перевищує межу збіжності (r), обидва результати вважаються прийнятними. В якості остаточного результату повинно вказуватись їх середнє арифметичне значення.

Якщо абсолютна різниця перевищує межу збіжності, лабораторія повинна отримати ще один результат дослідження. В такому випадку слід визначити критичний діапазон для рівня вірогідності 95% ($CR_{0,95}$) за формулю 19.

$$CR_{0,95} = f(n)\sigma_r \quad (19)$$

де $f(n)$ – коефіцієнт критичного діапазону при даній кількості вимірювань (наведений у табл. 5);

σ_r – середня похибка середнього арифметичного значення, визначена за формулю 18.

Таблиця 5

Коефіцієнти критичного діапазону (f) для різної кількості вимірювань (n)

n	$f(n)$	n	$f(n)$
2	2,8	12	4,6
3	3,3	13	4,7
4	3,6	14	4,7
5	3,9	15	4,8
6	4,0	16	4,8
7	4,2	17	4,9
8	4,3	18	4,9
9	4,4	19	5,0
10	4,5	20	5,0
11	4,6	21	5,0

Супутня документація наведена у таблиці 6.

Якщо діапазон ($X_{\max} - X_{\min}$) трьох результатів дослідження менший або дорівнює величині критичного діапазону (при $n=3$, $CR_{0,95}$), то в якості остаточного результату фіксується середнє арифметичне значення трьох результатів дослідження. Якщо діапазон ($X_{\max} - X_{\min}$) трьох результатів дослідження перевищує критичний діапазон (при $n=3$), то в якості остаточного результату наводиться другий найменший результат із одержаних.

Таблиця 6

Супутня документація

ПСУ 5.4.01	Процедура цінювання невизначеності вимірювань
ПСУ 5.4.02	Оцінювання придатності (валідація) методів
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-01	Контроль специфічності/селективності методу
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-02	Контроль точності при випробуванні референт-матеріалу
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-03	Контроль точності та правильності
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-03-01	Карта контролю процента повернення
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-04	Контроль внутрішньолабораторної відтворюваності
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-04-01	Контроль внутрішньолабораторної відтворюваності в радіологічному відділі
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-05	Контроль стабільності аналіту в розчині
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-06	Контроль стабільності аналіту в матриці
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-07	Контроль лінійності
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-08	Збіжність при вимірюванні на приладі
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-08-01	Збіжність при вимірюванні на приладі в радіологічному відділі
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-09	Збіжність при використанні одних і тих самих умов аналізу
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-09-01	Збіжність при використанні одних і тих самих умов аналізу
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-09-02	Збіжність при використанні одних і тих самих умов аналізу (ВСЕ)
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-10	Межа детектування приладу
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-10-01	Межа детектування приладу (Звіт з валідації)
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-10-02	Межа детектування приладу (Звіт з валідації)
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-11	Межа визначення методу

ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-11-01	Межа визначення методу
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-12	Карта Шухарта
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-13	Визначення стандартної невизначеності
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-14	Журнал реєстрації валідації методів
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-15	План заходів з валідації методу
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-16	Зведений звіт про валідації метод
ОПФ. ВЛ МРДЛВМ 5.4-16-01	Звіт про проведення валідації мікробіологічної методики щодо визначення пеніциліну в молоці

3.4. Оцінка придатності методики виконання вимірювання вмісту білка у зерні пшениці та борошні

Враховуючи встановлені нормовані метрологічні характеристики для даної методики було заплановано експеримент для оцінки придатності методики за такими характеристиками: збіжність, правильність та її стійкість щодо повноти відгонки аміаку в залежності від тривалості відгонки.

Відповідно до ДСТУ ISO 5725 збіжність – це прецизійність в умовах збіжності. Умовами збіжності є умови при яких одним і тим же методом на ідентичних об'єктах досліджень, в одній і тій же лабораторії, одним і тим же оператором, з використанням одного і того ж обладнання, за короткий проміжок часу отримуємо незалежні результати вимірювань (або досліджень).

Збіжність характеризується таким показником як стандартне відхилення збіжності, тобто стандартне відхилення результатів вимірювання, отриманих в умовах збіжності.

Правильність – близькість отриманих результатів до «істинного» значення, де під «істинним» значенням розуміється приписане значення.

Стійкість – чутливість аналітичного методу до змін в умовах виконання вимірювань.

Такі зміни повинні бути чітко визначені та описані, а експериментальними даними повинно бути доведено, що за них метод може використовуватися за його призначенням або з незначними видозмінами.

Оцінку правильності отриманих результатів проводили шляхом вимірювання вмісту азоту в сполучі з відомим його вмістом, в якості якої

використовувався гліцин. Результати вимірювань наведені в таблиці 7.

При виконання вимірювань вмісту азоту у зерні пшениці визначали показники: $X_{\text{сеп}} = 18,09$; $T = 97\%$; $SD = 0,08$; $RSD = 0,47\%$ за формулами 20, 21.

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(X_i - X_{\text{сеп}})^2}{n-1}} \quad (20)$$

Визначення правильності виконували за формулою (Т, %):

$$T = \frac{X_{\text{сеп}}}{X_{\text{розрах}}} \times 100\% \quad (21)$$

де $X_{\text{розрах}}$ – розрахована величина вмісту азоту в матеріалі.

Аналіз отриманих даних показує, що правильність методики склала 97%, що відповідає визначеним критеріям за (97-102%) при RSD не $>20\%$.

Середня абсолютна різниця між «розрахованим» та знайденим вмістом азоту складає – 0,38%, а максимальне значення не перевищує – 0,53%, що приблизно в 4 рази менше допустимого значення (2,1%) розходження між паралельними показниками ($0,234 + 104 \cdot X$) згідно з ГОСТ 10846-91.

Таблиця 7

Оцінка правильності виконання вимірювань вмісту азоту

Маса тари і зразка, г	Маса тари, г	Маса зразка, г	Використано на титрування 0,2 н сірчаної кислоти, мл	Вміст азоту, %	Розрахунковий вміст азоту в гліцині, %	Різниця
0,1382	0,039	0,0992	6,36	17,97	18,5	-0,53
0,1323	0,0394	0,0929	6,02	18,16	18,5	-0,34
0,1347	0,0389	0,0958	6,21	18,17	18,5	-0,33
0,2698	0,0402	0,2296	14,74	17,99	18,5	-0,51
0,2368	0,0404	0,1964	12,78	18,24	18,5	-0,26
0,2386	0,0409	0,1977	12,79	18,13	18,5	-0,37
0,3982	0,0407	0,3575	22,97	18,01	18,5	-0,49
0,1916	0,0403	0,1513	9,77	18,10	18,5	-0,40
0,2822	0,0402	0,242	15,6	18,07	18,5	-0,43
0,4381	0,0394	0,3987	25,73	18,09	18,5	-0,41

3.5. Визначення збіжності показників

Для оцінки прийнятності результатів за показником їх збіжності було використано межу збіжності r . Межа збіжності (r) – значення (з довірчою ймовірністю 95%), яке не перевищується абсолютною величиною різниці між результатами вимірювань (або випробувань), отриманих в умовах збіжності.

Межа збіжності розраховується за формулою:

$$r = 2,8 \times \sigma_r \quad (22)$$

де $f(n)$ – коефіцієнт критичного діапазону при даній кількості вимірювань;

SDr – стандартне відхилення збіжності середнього арифметичного значення.

Отримані нами результати свідчать, що абсолютна різниця між найбільшим і найменшим отриманими значеннями не перевищують розрахованої межі збіжності при $n=19$, а отже можна говорити, що при виконанні вимірювань відсутні випадкові фактори, що впливають на достовірність отриманих результатів.

Збіжність показників азоту визначали в реальному зразку зерна пшениці з невідомим значенням вмісту (табл. 8).

При виконання вимірювань вмісту азоту у зерні пшениці визначали показники: $X_{сер}$, SD , r за формулами 20, 21, які становили: $X_{сер}=2,1$; $SD=0,058$; $r=0,291$.

Визначення стійкості. В інструкції до парового дистилятора UDK 142 зазначається, що для повної відгонки аміаку достатньо відігнати в приймальну колбу приблизно 100 мл води, але враховуючи, що даний тип обладнання не є стандартизованим для методу зазначеного в ГОСТ 10846-91 нами було проведено оцінку впливу тривалості на повноту відгонки аміаку з проби як показника стійкості методики.

Таблиця 8

Визначення вмісту азоту в зерні пшениці, %

Маса тари і зразка, г	Маса тари, г	Маса зразка, г	Використано на титрування 0,2 н кислоти, мл	Вміст азоту, %
0,3888	0,0509	0,338	2,58	2,06
0,4442	0,0509	0,393	3,08	2,13
0,4164	0,0507	0,366	2,86	2,12
0,3739	0,0515	0,322	2,52	2,11
0,5148	0,0511	0,464	3,54	2,08
0,5012	0,0504	0,451	3,45	2,09
0,3472	0,0515	0,296	2,31	2,10
0,4983	0,0507	0,448	3,42	2,08
0,3671	0,0527	0,314	2,50	2,14
0,3440	0,0517	0,292	2,31	2,12
0,5285	0,0518	0,477	3,68	2,11
0,4999	0,0512	0,449	3,50	2,13
0,4854	0,0508	0,435	3,42	2,14
0,5240	0,0514	0,473	3,65	2,11
0,7961	0,0509	0,745	5,63	2,08
0,4708	0,0518	0,419	3,23	2,10
0,5726	0,0515	0,521	3,81	2,00
0,4573	0,0510	0,406	2,94	1,96
0,5004	0,0509	0,450	3,70	2,25

Результати досліджень наведені в таблиці 9.

Таблиця 9

Повнота відгонки аміаку при тривалості дистиляції 2 хвилини

Маса тари і зразка, г	Маса тари, г	Маса зразка, г	Використано на титрування 0,2 н сірчаної кислоти, мл	Вміст азоту, %	Розрахунковий вміст азоту в сірчано кислому амонію, %	Різниця між розрахунковим та отриманим вмістом азоту, %
1	2	3	4	5	6	7
0,6636	0,1365	0,5271	38,3	20,37	21,02	-0,65
0,3569	0,1363	0,2206	16,0	20,33	21,02	-0,69
0,6578	0,1364	0,5214	37,8	20,32	21,02	-0,70

Продовж.табл.9

1	2	3	4	5	6	7
0,6589	0,1368	0,5221	37,8	20,29	21,02	-0,73
0,6588	0,1363	0,5225	37,8	20,28	21,02	-0,74
0,7856	0,1365	0,6491	47,1	20,34	21,02	-0,68
0,6489	0,1364	0,5125	37,2	20,35	21,02	-0,67
0,6523	0,1365	0,5158	37,4	20,32	21,02	-0,70
0,6123	0,1366	0,4757	34,4	20,27	21,02	-0,75
0,6478	0,1365	0,5113	36,9	20,23	21,02	-0,79

Оцінку впливу тривалості на повноту відгонки аміаку з проби як показника стійкості методики при тривалості дистиляції 3 хвилини наведено у таблиці 10.

Таблиця 10

Повнота відгонки аміаку при тривалості дистиляції 3 хвилини

Маса тари і зразка, г	Маса тари, г	Маса зразка, г	Використано на титрування 0,2 н сірчаної кислоти, мл	Вміст азоту, %	Розрахунковий вміст азоту в сірчаноокислом у амонію, %	Різниця між розрахунковим та отриманим вмістом азоту, %
0,6589	0,1363	0,5226	38,3	20,54	21,02	-0,48
0,6235	0,1365	0,487	35,8	20,61	21,02	-0,41
0,5632	0,1364	0,4268	31,3	20,56	21,02	-0,46
0,5897	0,1365	0,4532	33,3	20,60	21,02	-0,42
0,6123	0,1366	0,4757	34,8	20,51	21,02	-0,51
0,6523	0,1365	0,5158	38,0	20,65	21,02	-0,37
0,6325	0,1368	0,4957	36,3	20,53	21,02	-0,49
0,6897	0,1365	0,5532	40,6	20,57	21,02	-0,45
0,6324	0,1365	0,4959	36,4	20,57	21,02	-0,45
0,6598	0,1363	0,5235	38,5	20,61	21,02	-0,41

Оскільки даний тип обладнання не є стандартизованим для методу зазначеного в ГОСТ 10846-91, нами було проведено оцінку впливу тривалості на повноту відгонки аміаку з проби як показника стійкості методики при тривалості дистиляції протягом чотирьох хвилин, результати наведено у таблиці 11.

Абсолютна різниця між розрахунковим показником та знайденим відповідно становить: 0,71, 0,45 та 0,42%, при цьому правильність вимірювання збільшується з 96,6 до 98,0%.

Отже, із збільшенням часу відгонки вміст азоту в зразку несуттєво наближається до розрахункового значення, тому подальше збільшення часу відгонки є недоцільним з точки зору економічної ефективності.

Таблиця 11

Повнота відгонки аміаку при тривалості дистиляції 4 хвилини

Маса тари і зразка, г	Маса тари, г	Маса зразка, г	Використано на титрування 0,2 н сірчаної кислоти, мл	Вміст азоту, %	Розрахунковий вміст азоту в сірчано кислому амонію, %	Різниця між розрахунковим та отриманим вмістом азоту, %
0,587	0,1363	0,4507	33,1	20,59	21,02	-0,43
0,5987	0,1365	0,4622	34,1	20,68	21,02	-0,34
0,6102	0,1364	0,4738	34,8	20,59	21,02	-0,43
0,6023	0,1368	0,4655	20,59		21,02	-0,43
0,6235	0,1371	0,4864	35,7	20,57	21,02	-0,45
0,6532	0,1363	0,5169	38,0	20,61	21,02	-0,41
0,6235	0,1363	0,4872	35,9	20,65	21,02	-0,37
0,6235	0,1366	0,4869	35,7	20,55	21,02	-0,47
0,6587	0,1365	0,5222	38,2	20,50	21,02	-0,52
0,5989	0,1366	0,4623	34,1	20,68	21,02	-0,34

На основі отриманих результатів можна зробити висновок, що збільшення терміну відгонки несуттєво впливає на повноту відгонки азоту.

Для встановленої тривалості відгонки отримані наступні результати наведені в таблиці 12.

Таблиця 12

Повнота відгонки аміаку залежно від тривалості дистиляції

Тривалість відгонки, хвилини	$X_{сер}$	SD
2	20,31	0,013
3	20,58	0,014
4	20,60	0,018

Висновок стосовно придатності. Результати наших досліджень по визначенню вмісту білка згідно з ГОСТ 10846-91 показали, що реалізація методики для аналізу якості зерна та насіння у МРДЛ ВМ на наявному обладнанні, наявним персоналом дозволяє відтворити методику з метрологічними характеристиками, що відповідають нормованим, а отже на підставі оцінених параметрів приймається висновок про придатність методики виконання вимірювання «Визначення вмісту білка в зерні та продуктах його переробки» згідно з ГОСТ 10846-91 в умовах МРДЛ ВМ.

Розрахунок невизначеності виконання вимірювань методики визначення числа падіння за ГОСТ 30498-97 (ISO 3093-82). Відповідно до вимог ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 та ДСТУ ISO 10012 для кожного процесу вимірювання, а відповідно і всіх результатів вимірювань необхідно здійснювати оцінку невизначеності вимірювань, як міру довіри до результату.

Концепція невизначеності вимірювань являється підходом, що поступово заміняє теорію «похибки» в метрологічній практиці України та діяльності з оцінки відповідності. Зважаючи, що оцінка невизначеності є обов'язковою вимогою стандартів та необхідною умовою впровадження та вдосконалення системи управління вимірюванням нами було розроблено та запропоновано у використанні підхід щодо оцінки невизначеності вимірювання числа падіння

зернових у відповідності до ГОСТ 30498-97 (ISO 3093-82).

Підхід розроблений на основі теоретичних уявлень про можливий розподіл отриманих значень, що характеризують число падіння при реалізації методики виконання вимірювань за ГОСТ 30498-97. Зазначений підхід дозволяє оцінювати невизначеність кожного конкретного вимірювання під час реалізації методики в процесі здійснення вимірювань для замовника.

Процедура оцінки невизначеності. Оцінка математичної моделі вимірювання числа падіння показала, що процес вимірювання може бути викладений як відношення: значення числа падіння, яке зчитується з лічильника до похибки, що обумовлена відмінністю температури кипіння води від 100°C.

Невизначеність визначається точними характеристиками приладу для визначення числа падіння, максимально допустимої похибки. При умові, що має рівномірний закон розподілу. Невизначеність компенсується шляхом додавання у воду гліцерину чи етиленгліколю, але залишається не скомпонована складова. Невизначеність обумовлена не скомпонованою складовою похибки температури.

Невизначеність значення температури кипіння обумовлена межею поділки і максимально допустимої похибки термометра, який використовується при проведенні випробування. Тоді сумарна невизначеність результату випробування залежить від отриманого значення числа падіння.

Оцінка сумарної та розширеної невизначеності. В стандарті ГОСТ 30498-97 (ISO 3093-82) вказана збіжність результатів, задано, що значення різниці двох результатів може бути не більше 10%. Значення збіжності вносить свій вклад у невизначеність результату.

Оскільки результат випробування розраховується як середнє арифметичне результатів двох паралельних випробувань, то сумарна невизначеність кінцевого результату складатиметься з суми результату першого і другого випробувань поділеного на два.

Розширена невизначеність розраховується при умові, що $P=0,95$. У

процесі оцінювання не було враховано всі складові невизначеності, які оцінюються за типом В і формуються впливом персоналу, процедурою зважування, умовами довкілля.

3.6. Економічна частина

У результаті проведеного аналізу вимог до метрологічного забезпечення діяльності лабораторій виявлено, що на даний момент в Україні існують неузгодженості між вимогами гармонізованих міжнародних стандартів – ДСТУ ISO/IEC 17025, ДСТУ ISO 10012 та національними вимогами законодавства з метрології.

Ці неузгодженості полягають у процедурі виконання метрологічного підтвердження параметрів засобів вимірювальної техніки.

Відповідно до чинного законодавства все обладнання лабораторії, що використовується у сфері поширення державного метрологічного нагляду повинно проходити обов'язкову повірку засобів вимірювальної техніки відповідно до визначеної для кожного типу обладнання періодичності.

При цьому виконання процедури повірки не дозволяє виконати вимоги зазначених стандартів у частині створення та функціонування в лабораторії програми калібрування устаткування, для того, щоб забезпечити простежуваність проведених лабораторією вимірювань до Міжнародної системи одиниць.

В зв'язку з цим лабораторії, які діють в Україні та претендують на акредитацію на відповідність ДСТУ ISO/IEC 17025 органом, що підписав MLA з ЕА повинні здійснювати калібрування свого обладнання з оцінкою всіх складових невизначеності, а це приводить до додаткових затрат ресурсів лабораторією.

Подібні вимоги встановлені і ДСТУ ISO 10012, за яким визначаються вимоги щодо управління якістю системи управління вимірюванням, яку використовує організація, що виконує вимірювання як частину загальної

системи керування і для забезпечення виконання метрологічних вимог.

Вимірювальне обладнання для задоволення метрологічних вимог процесу вимірювання, повинно пройти метрологічне підтвердження, яке передбачає калібрування та верифікацію вимірювального обладнання.

Тобто з одного боку національні вимоги потребують лише повірки, а з іншого боку – калібрування відповідно до вимог стандарту. Метою нашої роботи було вдосконалення системи управління вимірюванням як складової системи управління якістю у Миколаївській регіональній державній лабораторії ветеринарної медицини.

Враховуючи все вище сказане, нами була поставлена задача щодо оцінки додаткових затрат на метрологічне підтвердження з виконанням як національних вимог, так і вимог міжнародних стандартів (табл. 13).

Таблиця 13

Затрати на метрологічне підтвердження устаткування

Назва та умовне позначення засобів вимірювальної техніки	Кількість, шт	Калібрування засобів вимірювальної техніки, грн./од
Аналізатори харчових продуктів (для одного показника одного продукту)	3	1212,90
Гігрографи Testo 608-N1	6	586,20
Титратори автоматичні (аналізатор азоту)	1	225,70
Титратори автоматичні Titrol	1	225,70
Установки повітряні теплові для вимірювання вологості зерна аналогічні	1	245,90
Сума, грн.		2946, 40
Термін окупності, років		2

Таким чином, в умовах Миколаївської регіональної державної лабораторії ветеринарної медицини витрати на калібрування засобів вимірювальної техніки становитимуть 2946,40 грн. Термін окупності становитиме 2 роки.

РОЗДІЛ 4. ОХОРОНА ПРАЦІ

Питанням забезпечення безпеки праці, права кожного на безпечні і здорові умови праці, гарантіям його реалізації та захисту завжди приділялася увага вчених, що знайшло своє відображення в ряді робіт дисертаційного рівня, науково-теоретичного й публіцистичного характеру. Однак, на сьогодні в Україні існують проблеми недостатньої дієвості правового механізму забезпечення безпеки праці й пошуку шляхів їх вирішення, які мають спиратися на міжнародні досягнення в даному напрямку, що на практиці доказали свою ефективність [31].

Серед численних прав людини, вказаних в міжнародних договорах та угодах, в Конституції України набули закріплення та відображення основні трудові права, серед яких й право кожного на належні, безпечні та здорові умови праці, закріплене у ч.4 ст.43 Основного Закону. Сьогодні, в умовах ринкових відносин, українська держава, що проголосила життя й здоров'я людини найвищою соціальною цінністю, повинна виступати гарантом реалізації цього права, забезпечивши адекватну сучасним умовам нормативно-правову базу регулювання охорони праці. І хоча питання умов праці стосуються, головним чином, працівників і роботодавців, це має відношення також до державної влади й суспільства в цілому, оскільки життя, здоров'я й безпека праці являють цінності, передбачені Конституцією.

Безпека робіт в лабораторії повинна забезпечуватись відповідно до вимог ГОСТ 12. 3. 00275, 12. 1. 008-76. ДСП №9. 9. 5. 035. 99, цих правил та інших чинних нормативних актів.

При виконанні робіт в лабораторії на працюючих можуть впливати небезпечні та шкідливі виробничі фактори: біологічні (мікроорганізми: бактерії, віруси, рикетсії, спірохети, хламідії, гриби; гельмінти, найпростіші та ін. , а також продукти їх життєдіяльності; макроорганізми: тварини, людина і продукти їх життєдіяльності; культури клітин і тканин, генетичні фрагменти, діагностичні препарати, тощо); хімічні (реактиви, дезінфекційні засоби,

канцерогенні, подразнюючі, сенсibiliзуючі, мутагенні, алергенні та інші речовини); механічні: виробниче обладнання (обладнання, що працює під тиском, центрифуги, лабораторне скло, ріжучий, колючий інструментарій, гострі краї, задирки та ін.); фізичні (електричний струм, ультрафіолетове, електромагнітне випромінювання, недостатня освітленість, відхилення вологості і температури робочої зони від встановлених норм, підвищена (занижена) рухомість повітря, підвищений вміст шкідливих речовин у повітрі робочої зони, підвищений шум, гаряча вода та пара); людські (нервово-психічні, фізичні (перевантаження персоналу), акти вандалізму та ін.); пожежонебезпека. Рівні концентрацій шкідливих виробничих факторів повинні відповідати чинним санітарним нормам [4].

Проекти будівництва та реконструкції лабораторій повинні бути узгоджені з установами державного санітарно-епідеміологічного нагляду, затверджені керівником установи і відповідати вимогам цих правил.

Лабораторія повинна бути забезпечена водопроводом, каналізацією, електрикою, засобами зв'язку, вентиляцією, опаленням, газифікована.

При відсутності в населеному пункті водопроводу і каналізації, будують локальні водопровід, каналізацію та очисні споруди з установками для знезараження.

Електропроводи, електрообладнання та їх експлуатація повинні відповідати вимогам Правил улаштування електроустановок (ПУЕ), Правил технічної експлуатації електроустановок споживачів (ПТЕ) і ДНАОП 0. 00-1. 21-98, а газове господарство ДНАОП 0 00-1. 20-98. Експлуатація обладнання, що працює під тиском, повинна відповідати вимогам ДНАОП 0. 00-1. 07-94.

Експлуатація електронно-обчислювального обладнання повинна відповідати вимогами правил, затверджених наказом. Протипожежні правила безпеки в лабораторіях (установі) необхідно складати з урахуванням ГОСТ 12. 1. 004-76 та вимог даних правил.

Імунобіологічні препарати повинні бути зареєстровані, дозволені для використання в Україні, мати документи, що засвідчують їх якість, і зберігатися

згідно з НД про застосування [19].

Дезінфекційні засоби повинні бути гарантованої ефективності та безпечності, внесені до Облікового переліку Засобів в Україні, мати інструкцію (методичні вказівки) щодо застосування, затверджену Головним державним санітарним лікарем України або його заступником і посвідчення про можливість застосування в Україні.

Реактиви, що використовуються в лабораторіях, повинні бути кваліфікації ЧДА, якщо в НД немає інших вказівок, зберігатися і використовуватися згідно вимог чинної НД. Відповідальність за організацію та додержання біологічної безпеки по установі несе керівник, а в підрозділах - їх завідувачі (керівники). Контроль за виконанням вимог даних правил покладається на заступника керівника установи [11].

Перенесення обладнання, лабораторного та господарського посуду, реактивів, інструментів в межах установи проводять за узгодженням керівників зацікавлених підрозділів. Всі ремонтні роботи здійснюються в присутності робітника структурного підрозділу після закінчення роботи з об'єктами досліджень і проведення дезінфекції.

Забороняється проведення в одному і тому ж приміщенні діагностичних і експериментальних досліджень, а також одночасна робота з діагностичним матеріалом і живими вакцинами, або музейними культурами, якщо це не передбачено методикою.

Дозволяється проведення одночасної роботи з різними видами збудників в одній бактеріологічній кімнаті, якщо це викликано виробничою необхідністю, при цьому біологічна безпека забезпечується виконанням вимог, що пред'являються до роботи з найбільш небезпечним видом. Забороняється залишати після закінчення роботи на відкритих місцях або в не опечатаних сховищах незафіксовані мазки, об'єкти з посівами та інші об'єкти, які вміщують біологічний матеріал [8].

Дозволяється залишати на столах і в боксах безпеки посуд надписаний, але не засіяний, зробивши відповідну відмітку. Всі заражені матеріали, зразки

та культури повинні бути знезаражені перед видаленням з лабораторії.

Перед виходом з приміщення працівники перевіряють вимкнення газу, освітлення, води, непотрібних приладів, тощо. Приміщення лабораторії зачиняють на замок і опечатують. Відкриття і зняття печаток, зачинення і опечатування лабораторії проводять працівники, які мають відповідні дозволи керівника установи (лабораторії).

Ключі від сховищ і печатки знаходяться у призначених працівників або завідуючого підрозділом (лабораторією). При виявленні пошкодження печатки відповідальний повинен повідомити керівника або його заступника, в їх присутності проводять огляд приміщень, шаф (холодильників, термостатів) і складають акт.

В лабораторіях, що працюють з БПА відповідних груп небезпеки, дозволяється утримувати колекції (музей) типових, авторських і депонованих штамів для проведення наукових досліджень і діагностичних цілей.

У підприємствах по виробництву вакцин, обслуговуванню водопроводів, харчових, а також тих, що виробляють продукцію медичного призначення (антибіотики, лікарські, косметичні засоби й інші комерційні препарати), забороняється мати набори і колекції збудників інфекційних захворювань людини, токсини, отрути тваринного походження, віднесені до 1-4 груп і проводити мікробіологічні бактеріологічні, вірусологічні, мікологічні та інші дослідження, пов'язані з вивченням первинно виділених культур, підозрілих на збудники 1-4 груп.

Підрозділам підприємств (лабораторіям), що займаються контролем готової продукції з використанням визначених штамів мікроорганізмів за вимогами НД, дозволяється мати тільки ці типові штами, за умови, що лабораторні підрозділи розміщені за межами виробничої зони. У кожній лабораторії наказом керівника установи призначається особа, відповідальна за облік, зберігання та знезараження культур мікроорганізмів [11].

В кожній лабораторії повинні бути складені власні «Правила техніки безпеки і протиепідемічного режиму», які враховують специфічні умови

роботи, характерні для даної лабораторії, затверджені керівником установи і профспілковим комітетом і вивішені на помітному місці в лабораторії. З ними повинні бути ознайомлені усі працівники лабораторії.

Отже, безпека робіт в лабораторії повинна забезпечуватись відповідно до вимог ГОСТ 12. 3. 00275, 12. 1. 008-76. ДСП №9. 9. 5. 035. 99 та інших чинних нормативних актів [19].

РОЗДІЛ 5. БЕЗПЕКА В НАДЗВИЧАЙНИХ СИТУАЦІЯХ

На об'єкті господарської діяльності, яке ми досліджуємо повинен бути організовано та функціювати цивільний захист. Керівник з метою завчасної підготовки до захисту від наслідків надзвичайних ситуацій, зниження втрат, створення умов для підвищення стійкості роботи об'єктів підприємства та своєчасного проведення рятувальних та інших невідкладних робіт (РІНР) проводить заходи з цивільного захисту.

Відповідальність за організацію та стан по напрямку цієї діяльності підприємства, за постійну готовність її сил і засобів до проведення РІНР несе сам керівник підприємства. Він виконує функції начальника цивільного захисту свого об'єкта.

У зв'язку з тим, що на об'єкті господарської діяльності, яке ми досліджуємо, задіяні у технологічному процесі люди та використовується різноманітне обладнання питання організації цивільного захисту є досить важливим моментом в загальному обсязі питань безпеки підприємства [27].

Основна мета заходів цивільного захисту підприємства, які впроваджуються є попередження виникнення надзвичайних ситуацій техногенного походження і впровадження заходів для зменшення збитків і втрат у випадку аварій, катастроф, вибухів, великих пожеж і стихійного лиха. З метою виконання цього завдання на підприємстві розробляються і проводяться деякі інженерно-технічні заходи щодо зменшення ризику виникнення надзвичайних ситуацій і захисту працюючих та населення, будинки яких розташовуються поруч з підприємством, від впливу негативних наслідків. Але ці заходи реалізуються не в повному обсязі та мають загальний характер. З цієї причини не можливо своєчасно підготувати обґрунтований прогноз наслідків можливих надзвичайних ситуацій які можуть виникнути на підприємстві.

Відповідальні особи, які за своїми посадовими інструкціями, здійснюють спостереження за станом навколишнього середовища не можуть у повному обсязі безупинно вести спостереження за станом потенційно-небезпечних

об'єктів які можуть впливати на екологію підприємства [18].

Відсутні на підприємстві штатні засоби оповіщення й інформаційного забезпечення, крім стаціонарних та мобільних телефонів. Оповіщення працюючих на підприємстві та населення, яке мешкає поруч з підприємством, про загрозу і виникнення надзвичайних ситуацій здійснюється примітивними засобами (галасом, стук у металеву трубу). Постійного інформування про обстановку, що складається сьогодні немає.

З метою виконання завдання в усіх ланках міських і позаміських пунктів управління на основі автоматизованих систем централізованого оповіщення, ліній зв'язку і радіомовлення, а також спеціальних засобів керівник підприємства профінансує систему оповіщення й інформаційного забезпечення підприємства. Для цього буде створена автоматизована система оповіщення й інформаційного забезпечення для передачі відповідних сигналів і розпоряджень як від органів державної виконавчої влади, керівництва цивільного захисту району, області, так і адміністраціям підприємств, установ і організацій і населенню які взаємодіють з Миколаївською регіональною державною лабораторією ветеринарної медицини. Автоматизована система оповіщення й інформаційного забезпечення буде створена на базі мережі районного зв'язку і радіомовлення. Система забезпечить циркулярне оповіщення посадових осіб з використанням для цього міської телефонної мережі, засобів радіомовлення і телебачення.

На підприємстві немає можливості створити спеціалізовані формування цивільного захисту. Але у плах роботи були виявленні заходи які передбачені чинним законодавством з питань ліквідації наслідків стихійних лих, аварій і катастроф, епідемій, епізоотії, що загрожують життю і здоров'ю населення. Це заходи щодо:

- проведення робіт, пов'язаних з пошуком і порятунком людей;
- надання допомоги потерпілим;
- евакуацією робітників підприємства з небезпечних зон, районів;
- карантинно-обсерваційних заходів;

- здійснення заходів життєзабезпечення об'єкту;
- соціально-психологічної реабілітації працюючих;
- здійснення санітарно-гігієнічних і проти епідеміологічних заходів.

Створена система спостереження і контролю за хімічним і бактеріологічним зараженням, це дає можливість підтримувати готовність підприємства для стійкого функціонування в надзвичайних ситуаціях. Ця система функціонує за рахунок виконання заходів спеціалістами підприємства які відповідають за виробничу санітарію та екологічний контроль [3].

Постійно на підприємстві здійснюється забезпечення працівників індивідуальними засобами захисту, але їх недостатньо. Причиною цього є недостатнє фінансування. Підприємство не має захисних споруд відповідно до норм і правил інженерно-технічних заходів Цивільного захисту, їх будівництво не ведеться.

За діяльністю усіх систем цивільного захисту підприємства повинні слідкувати постійно діючі органи управління підприємства, але їх немає. Підготовку з питань організації заходів цивільного захисту і керування пройшов навчання тільки керівник підприємства:

- організовує свою роботу на підставі наказів, розпоряджень та вказівок начальника цивільного захисту району та рішень місцевої державної адміністрації (органу виконавчої влади);

- від імені начальника цивільного захисту віддає накази та розпорядження з питань Цивільного захисту на об'єкті;

- здійснює заходи щодо захисту робітників і службовців та забезпечує своєчасне оповіщення населення про загрозу або виникнення надзвичайних ситуацій;

- організовує і забезпечує безперервне управління Цивільним захистом на об'єкті;

- розробляє план дій управління і сил цивільного захисту об'єкта з запобігання та ліквідації надзвичайних ситуацій, періодично коригує та організовує його виконання;

- організовує та контролює навчання робітників, службовців з Цивільного захисту;

- виконує спеціальні заходи по забезпеченню дій працівників підприємства.

На підприємстві повинні бути розроблені документи, це перспективний план захисту об'єкту, план евакуації працівників, план забезпечення фінансування евакуаційних та рятувальних робіт, технічна документація підприємства щодо правил експлуатації, але при вивченні цього питання таких документів ми не знайшли.

Недоліки, які ми виявили при дослідженні підприємства, можуть призвести до виникнення надзвичайної події яка погірше виробничий стан підприємства, мати негативні наслідки. Ця надзвичайна подія пожежа - неконтрольоване горіння, яке наносить великі матеріальні збитки, а інколи призводить до загибелі людей. Щоб це не сталося, на підприємстві необхідно постійно вживати комплекс організаційно-технічних засобів, направлених на забезпечення безпеки людей, обмеження і розповсюдження несприятливих та небезпечних факторів пожежі.

Пожежу легше попередити ніж погасити. Для цього необхідно впроваджувати організаційно-технічні протипожежні заходи. Це:

- розроблення комплексних заходів щодо забезпечення пожежної безпеки;

- додержання протипожежних вимог стандартів, норм, правил, інструкцій, виконання вимог приписів і постанов органів пожежного нагляду;

- встановлення на підприємства відповідного протипожежного режиму;

- організація та проведення навчання працівників з питань пожежної безпеки, у тому числі вивчення і виконання працівниками підприємства правил, інструкцій інших нормативних документів з пожежної безпеки;

- впровадження автоматичних засобів виявлення та гасіння пожеж;

- проведення в пожежонебезпечні періоди року додаткових заходів щодо посилення протипожежного захисту підприємства;

- своєчасне інформування пожежної охорони про закриття доріг і проїздів на території підприємства;

- проведення службового розслідування випадків пожеж.

Кожний робітник підприємства, що виявив пожежу або займання, зобов'язаний:

- негайно повідомити про це пожежну охорону телефоном «101»;

- вжити заходи по виклику до місця пожежі керівника підприємства, структурного підрозділу або іншої посадової особи;

- оповістити людей, які знаходяться в небезпечній зоні, про виникнення пожежі;

- приступити до гасіння осередку пожежі засобами пожежогасіння, що є в приміщенні, на ділянці, на робочому місці;

- при необхідності прийняти участь у рятувальних та евакуаційних (матеріальні цінності та інше) роботах.

Правильні дії забезпечують безпеку у надзвичайній ситуації, яка може виникнути на підприємстві.

Отже, усі вище перелічені норми чинного законодавства про охорону праці та цивільний захист спрямовані на те, щоб практично довести будь-якому підприємцю, юридичній чи фізичній особі просту істину: значно вигідніше своєчасно займатися профілактикою, витрачаючи на це помірні кошти, ніж сплачувати дуже значні суми від штрафів та інших економічних санкцій за наслідками недбалого ставлення до охорони праці, допущених порушень нормативних вимог, через аварії, нещасні випадки на виробництві або профзахворювання, тобто санкцій, які за певних умов можуть привести до зниження ефективності функціонування підприємства.

РОЗДІЛ 6. ОХОРОНА ДОВКІЛЛЯ

Сучасна промисловість закладає матеріальну основу людського життя. Більша частина основних потреб людини може бути задоволена безпосередньо через товари і послуги, що надаються промисловістю.

Вплив промисловості на навколишнє середовище залежить від характеру її територіальної локалізації, об'ємів використання сировини, матеріалів і енергії, від можливостей утилізації відходів і ступеня завершеності енергопромислових циклів [17].

В умовах науково-технічного прогресу значно ускладнились взаємовідносини суспільства з природою. Людина отримала можливість впливати на хід природних процесів, підкорила сили природи, почала опановувати майже всі доступні відновні і невідновні природні ресурси, але разом з тим забруднювати і руйнувати довкілля.

Під екологічним управлінням прийнято розуміти поетапний процес розробки й реалізації стратегічних і тактичних рішень, спрямованих на раціональне використання та охорону навколишнього природного середовища на організаційних, економічних і правових засадах.

Відомо, що в екологічній чистоті підприємств зацікавлені і споживачі його продукції і суспільство загалом, тому впровадження системи екологічного менеджменту підприємства додає йому ряд конкурентних переваг: поліпшення іміджу підприємства на регіональному і міжнародному рівні; економія енерго і водоспоживання; економія засобів на мінімізації утворення відходів; захист від штрафів і дорікань з боку громадськості і контролюючих органів; вирішення екологічних проблем з мінімальними фінансовими витратами.

Технологічні процеси харчових виробництв дуже різні, що пояснюється різноманіттям перероблюваної сировини і продукції, що виготовляється [39].

Підприємство розташоване в Миколаївській області, у селі Котляреве, вул. Комарова, 62. Площа, яку займає підприємство складає 36124 м². Виробничі і адміністративні будівлі всі сейсмостійкі і пожежобезпечні.

Середньорічна температура – 8,5°C. Абсолютний мінімум температур повітря коливається від 40°C до мінус 34°C. Переважаючі вітри: північно-західний, північно-східний, північний. Середня швидкість вітру 4,5-5,3 м/с. Річна сума опадів складає 400 мм.

Сніговий покрив спостерігається з грудня по березень місяць. Середня тривалість наявності снігового покриву – близько 50 діб з висотою 5 см. Глибина промерзання ґрунту від 30 до 80 см [15].

Загальна площа екологічної мережі по Миколаївській області становить 449,28 га, а в місті зосереджено лише 0,45%. Якщо охарактеризувати курортні, лікувально-оздоровчі та рекреаційні території як складові екомережі, то в м. Миколаєві знаходиться лише 0,73% відносно загальної території області. Обсяги викидів забруднюючих речовин в атмосферне повітря в м. Миколаєві на 75,33% менше ніж загалом по області. Всього на території регіону налічується 368 сміттєзвалищ загальною площею 101 га, а в місті лише 1 сміттєзвалище площа якого складає 37,55% від площі по області.

Важливим показником є радіаційний фон, його значення по місту перевищує значення по області на 8,33%. Питома активність техногенного цезія-137 та стронція-90 менша ніж у середньому по області на 21,25% і на 25,46% відповідно, а питома активність природного радія-226 навпаки більша в місті на 19,18%.

В результаті своєї виробничої діяльності забруднює атмосферу такими шкідливими речовинами: різні види органічного пилу при прийомі, зберіганні і підготовці сировини; акролеїн при термообробці; пари летких кислот при охолодженні і зберіганні виробів; окис вуглецю та оксиди азоту від термокамер при використанні в якості палива природного газу.

Основною фізичною характеристикою забруднення атмосфери є гранично припустима концентрація забруднюючих речовин (ГДК).

На всі об'єкти, які забруднюють атмосферу, розраховують і встановлюють норму гранично допустимих викидів (ГДВ).

Гранично допустимий викид – норматив гранично допустимого викиду

шкідливого (забруднюючої) речовини в атмосферне повітря, який встановлюється для стаціонарного джерела забруднення атмосферного повітря з урахуванням технічних нормативів викидів і фонового забруднення атмосферного повітря як максимальний викид (даного джерела), що не приводить до порушення гігієнічних та екологічних нормативів якості атмосферного повітря, гранично допустимих (критичних) навантажень на екологічні системи, інших екологічних нормативів. Виконується інвентаризація джерел забруднення атмосфери нічого для будь-якого підприємства, і навіть екологічна паспортизація на всі об'єкти, які забруднюють довкілля [9].

Ці нормативи мають законодавчу собі силу й служать юридичної підвалинами санітарного контролю.

Вода використовується для миття оснащення, тари, трубопроводів, і навіть санітарно-побутових потреб. Вода, що входить до складу готової продукції, має відповідати вимогам ГОСТ 2874-82 «Вода питна. Гігієнічні вимоги, і контролю над якістю». Вода, використана на виробничі потреби вже відпрацювала, називається стічної. Склад її залежить від виду своєї продукції і використовуваного сировини, від технологічних особливостей виробництва та інших чинників.

Характерними забруднювачами стічних вод підприємства є залишки сировини, по гігієнічному критерію вони належать до малонебезпечних у разі скидання їх до водоймища. Разом з цим, виробничі стічні води забруднені мікроорганізмами, що накопичуються на оснащенні, стінах, підлозі приміщення, тому миття зупиненого оснащення, підлоги та стін.

Стан забруднення та основні напрями охорони довкілля в Миколаївській регіональній державній лабораторії ветеринарної медицини в таблиці 14.

Підприємство розташоване в південно-східній частині Ленінського району м. Миколаєва. Площа, яку займає підприємство складає 28126 м². Виробничі і адміністративні будівлі всі сейсмостійкі і пожежобезпечні. Середньорічна температура становить 8,5°C. Абсолютний мінімум температур повітря коливається від 40°C до 34°C. Переважаючі вітри: північно-західний,

північно-східний, північний. Середня швидкість вітру 4,5-5,3 м/с. Річна сума опадів складає 400 мм. Сніговий покрив спостерігається з грудня по березень місяць. Середня тривалість наявності снігового покриву – близько 50 діб з висотою 5 см. Глибина промерзання ґрунту від 30 до 80 см [17].

Таблиця 14

Стан забруднення та основні напрями охорони довкілля

Показники	Одиниця виміру	По місту	В середньому по області	У % від по області
1. Кліматичні показники:				
1.1. Середня багаторічна температура січня	°С	-3,1	×	×
1.2. Середня багаторічна температура липня	°С	+21,1	×	×
1.3. Середня багаторічна сума опадів	мм/рік	470	×	×
2. Демографічні показники:				
2.1. Чисельність населення	тис. осіб	494,572	518,8	95,3
2.2. Щільність наявного населення	осіб на 1 км ²	1904	48	3966,7
3. Складові екологічної мережі:				
3.1. Загальна площа екологічної мережі	тис.га	0,002	0,44928	0,45
3.2. Курортні, лікувально-оздоровчі та рекреаційні території	тис.га	0,006	0,819	0,73
4. Забруднення:				
4.1. Обсяги викидів забруднюючих речовин в атмосферне повітря	тис. т	6,202	25,14	24,67
4.2. Кількість сміттєзвалищ	кількість	1	368	0,27
4.3. Загальна площа сміттєзвалищ	га	37,93	101	37,55
4.4. Кількість непридатних пестицидів	т	-	185,48	-
5. Радіологічна обстановка:				
5.1. Радіаційний фон	мкЗв/год	0,13	0,12	108,33
5.2. Питома активність техногенного цезія-137	Бк/кг	10,34	13,13	78,75
5.3. Питома активність техногенного стронція-90	Бк/кг	2,02	2,71	74,54
5.4. Питома активність природного радія-226	Бк/кг	23,8	19,97	119,18

Підприємство розташоване в південно-східній частині Ленінського району м. Миколаєва. Площа, яку займає підприємство складає 28126 м². Виробничі і адміністративні будівлі всі сейсмостійкі і пожежобезпечні. Середньорічна температура становить 8,5°C. Абсолютний мінімум температур повітря коливається від 40°C до 34°C. Переважаючі вітри: північно-західний, північно-східний, північний. Середня швидкість вітру 4,5-5,3 м/с. Річна сума опадів складає 400 мм. Сніговий покрив спостерігається з грудня по березень місяць. Середня тривалість наявності снігового покриву – близько 50 діб з висотою 5 см. Глибина промерзання ґрунту від 30 до 80 см [17].

Чисельність населення в м. Миколаєві становить 95,3% від загальної чисельності по області. Загальною площею екологічної мережі по Миколаївській області становить 449,28 га, а в місті зосереджено лише 0,45%. Якщо охарактеризувати курортні, лікувально-оздоровчі та рекреаційні території як складові екомережі, то в м. Миколаєві знаходиться лише 0,73% відносно загальної території області [9].

Обсяги викидів забруднюючих речовин в атмосферне повітря в м. Миколаєві на 75,33% менше ніж загалом по області. Всього на території регіону налічується 368 сміттєзвалищ загальною площею 101 га, а в місті лише 1 сміттєзвалище площею якого складає 37,55% від площі по області. На території м. Миколаєва відсутні склади зі зберіганням пестицидів.

Важливим показником є радіаційний фон, його значення по місту перевищує значення по області на 8,33%. Питома активність техногенного цезія-137 та стронція-90 в м. Миколаєві менша ніж в області на 21,25% і на 25,46% відповідно, а питома активність природного радія-226 навпаки більша в місті на 19,18%.

ВИСНОВКИ

1. Отримання достовірних результатів вимірювань у випробувальних лабораторіях є важливою умовою забезпечення гарантії якості та безпеки харчової продукції.

2. Визначення вмісту білка у продуктах рослинного походження проводиться різними методами.

3. Поєднання вимог ДСТУ ISO 10012 та ДСТУ ISO/IEC 17025 до випробувальних лабораторій сприяє зростанню результативності та ефективності системи управління якістю вимірювань.

4. Для кожного вимірювального процесу необхідно встановити невизначеність, аналіз невизначеностей вимірювань завершується до метрологічного підтвердження засобами вимірювальної техніки та введення в дію вимірювального процесу.

5. Аналіз процесу управління засобами вимірювальної техніки та вимірювальним обладнанням показав, що Миколаївська регіональна лабораторія ветеринарної медицини має все необхідне обладнання, що потрібне для виконання випробувань в заявленій галузі акредитації.

6. Запропонована методика оцінки придатності методів вимірювань подана як проєкт документу Програми якості МРДЛВМ дозволить удосконалити виконання вимог ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 у галузі оцінки придатності методів вимірювання та розширити галузь акредитації лабораторії.

ПРОПОЗИЦІЇ

За результатами вивчення вимог стандартів та власними дослідженнями можна зробити наступні пропозиції:

1. Для підвищення результативності та ефективності функціонування системи управління якістю вимірювань у лабораторії доцільно впроваджувати вимоги ДСТУ ISO 17025:2006.

2. Запропонована методика придатності методів вимірювань у лабораторії сприятиме підвищенню ефективності і достовірності досліджень при визначенні вмісту білка у зерні пшениці та борошні.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Басовський Л. Є. Управління якістю /– К. : Основа. – 2014. – С. 186-187.
2. Білявський Г.О. Основи екології: Теорія та практикум / – К. : Лібра, – 2012. – С. 285-294.
3. Васійчук В.О. Основи цивільного захисту: навч. посіб. / В.О. Васійчук, В.Є. Гончарук, С.І. Качан – Львів : Львівська політехніка, 2010. – С. 307-316.
4. Гриняк Г.М. Охорона праці / Г.М. Гриняк, С.Д. Лахман – К. : Урожай, 2004. – С. 79-84.
5. Гиссин В. И. Управление качеством продукции / В. И. Гиссин. – Ростов-на-Дону : Феникс. – 2013. – С. 163-164.
6. Глобальная стратегия ВОЗ в области безопасности пищевых продуктов. Программа безопасности пищевых продуктов, 2011. – 37 с.
7. Городній М.М., Прикладна біохімія та управління якістю продукції рослинництва : навч. посіб. / М.М. Городній, С.Д. Мельничук, В.Л. Каленський – К. : Арістей, 2015. – С. 91-93.
8. Грибан В. Г. Охорона праці: навч. посіб. / В. Г. Грибан. – К. : Основа, 2012. – С. 107-111.
9. Джиригей В.С. Екологія та охорона навколишнього середовища. – К.: Знання, 2006. – С. 159-169.
10. Дуглай В. С. Якість та безпека харчової продукції. – К. : Знання, 2013. – С. 84-86.
11. Зеркалов Д.В. Охорона праці в глузі : Загальні вимоги. Навч. посіб. – К. : Основа, 2011. – С. 416-417.
12. Закон України «Про безпечність та якість харчових продуктів» від 6.09.2005, № 2809-IV (зі змінами станом на 31.05.2007)
13. Значення білків для організму людини // http://36-6.io.ua/s37553/rol_bilkiv_dlya_lyudskogo_organizmu
14. Європейські системи з якості та безпеки харчових продуктів. [Електронний

- ресурс]. – Режим доступу: [http://www. Europreserses.info/ special/ aether](http://www.Europreserses.info/special/aether).
15. Екологічний паспорт Миколаївської області / Управління екології та природних ресурсів Миколаївської облдержадміністрації // www.dueomk.gov.ua
 16. Кобута І. В. Гармонізація національного законодавства у сфері сільського господарства з нормами і правилами СОТ / І. В. Кобута // Вісник аграрної науки, 2015. – №3. – С. 9-12.
 17. Карлащук С. В. Менеджмент навколишнього середовища : навч. посіб. / С. В. Карлащук, І. В. Голінка. – К. : НУБІП, 2008. – С. 33-34.
 18. Кучма М. М. Цивільна оборона / М. М. Кучма // Львів : «Магнолія 2006», 2007. – 360 с.
 19. Лико Х.І. Практикум з охорони праці / Х.І. Лико – Львів: Афіша, 2000. – С. 124-133.
 20. Медико – биологические требования и санитарные нормы качества продовольственного сырья и пищевых продуктов № 5061-89.
 21. Міждержавні стандарти. Показчик 2016, том 2, книга друга К. : Держспоживстандарт України.
 22. Молодцова С. П. Управління якістю продукції / С. П. Молодцова. – К. : КНЕУ, 2011. - С. 177-182.
 23. Новиков Ю.В. Экология, окружающая среда и человек / Ю.В. Новиков. – М. : Агентство ФАИР, 2011. – С. 135-139.
 24. Обов'язковий мінімальний перелік досліджень сировини, продукції тваринного та рослинного походження, комбікормової сировини, комбікормів, вітамінних препаратів та ін., які слід проводити в державних лабораторіях ветеринарної медицини і за результатами яких видається ветеринарне свідоцтво, затверджені наказом Державного департаменту ветеринарної медицини України від 03.11.98 №16 та зареєстрований в Міністерстві юстиції України 30.11.98 за №761/3201 (у редакції наказу Державного департаменту ветеринарної медицини від 18.11.2003 №87 (0549–04), зареєстрований у міністерстві юстиції України

- 28.04.2004р. за №549/9148).
25. Постанова (ЄС) № 852/2012 Європейського парламенту про гігієну харчових продуктів.
 26. Росоха Т. Ю. Основи стандартизації, метрології та якості продукції / Т. Ю. Росоха. – К. : КДТЕУ, 2011. – С. 102-104.
 27. Стеблюк М.І. Цивільна оборона та цивільний захист : підручник / Стеблюк М.І. – К. Знання, 2013. – С. 87-95.
 28. Угода про технічні бар'єри в торгівлі // Система світової торгівлі ГАТТ/СОТ в документах. – К. : УАЗТ, 2010. – С. 128-145.
 29. Шишкин И. Ф. Метрология, стандартизация и управление качеством / И. Ф. Шишкин, Н. С. Соломенко. – М. : Наука, 2012. – С. 142-146.
 30. Шевчук В. Я. Управління якістю / В. Я. Шевчук, Ю. М. Саталкін, Г. О. Білявський. – К. : Либідь, 2013. – С. 148-153.
 31. Яремко З. М. Охорона праці : навч. посіб. / З. М. Яремко, С. В. Тимошук, О. І. Третяк. – Львів : ЛНУ, 2013. – С. 178-181.
 32. Білковий склад харчових продуктів як показник якості <http://ss2003ss.narod.ru/links.html>
 33. ГОСТ 10846-91 Зерно і продукти його переробки. Метод визначення білка.
 34. ГОСТ 26889-86 Продукты пищевые и вкусовые. Общие указания по определению содержания азота методом К'ельдаля.
 35. ДСТУ ISO 1871:2003 Продукти харчові. Загальні настанови щодо визначення вмісту азоту методом К'ельдаля
 36. ISO 20483:2006 Зернові і бобові. Визначення вмісту азоту і розрахунок вмісту сирого протеїну.
 37. ISO 1871:1975 Продукти харчові. Загальні настанови щодо визначення вмісту азоту.
 38. ISO 8968-1:2005 MILK Determination of nitrogen content Part1. Kjeldahl's method.
 39. The primary mission of the Codex Alimentarius is to ensure safe, good food for everyone, everywhere <http://www.codexalimentarius.net/web/current.jsp#>

Додаток А

Система управління якістю вимірювань у лабораторії

