

УДК 621.317

А.А. Бегунов

*Всероссийский научно-исследовательский институт жиров, Санкт-Петербург, Россия*

## КАЧЕСТВО НОРМАТИВНОЙ ДОКУМЕНТАЦИИ В СИСТЕМЕ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

*В работе рассматриваются основные недостатки нормативной документации в системе оценивания неопределенности измерений, относящиеся к терминологии, величинам и единицам, нормам точности, нормам показателей качества и технологических параметров, аттестации методик выполнения измерений, метрологической экспертизы, нормированию требований к средствам измерений, вспомогательным устройствам и реактивам, правилам отбора проб. Показаны пути устранения перечисленных недостатков.*

**Ключевые слова:** измерение, метод измерения, методика выполнения измерений, аттестация методики выполнения измерений, показатель качества.

### Введение

В соответствии с [1] под неопределенностью измерения понимается параметр, характеризующий рассеяние значений результата измерений, которые можно приписать измеряемой величине. Как известно, измерительная информация фиксируется всегда в символическом виде. Для исключения неоднозначности ее при отображении и восприятии должны строго соблюдаться установленные правила для символических фрагментов в том числе в нормативной, технической, конструкторской, технологической и проектной документации на выпускаемую продукцию, поскольку это отражается на производительности труда, эффективности производства и достоверности результатов учетных операций. Принятие правильных (предпочтительно оптимизированных) метрологических решений в документации или своевременное выявление и устранение допущенных в ней ошибок позволяет предупредить значительные издержки производства. В особой степени это относится к стандартам.

Создание любой документации и прежде всего национальных стандартов - комплексная задача, в решении которой должны участвовать соответствующие специалисты (стандартизаторы, метрологи, специалисты по экологии и технике безопасности, конструктора и др.) как равноправные соавторы. К сожалению, практика сложилась таким образом, что основными разработчиками нормативной документации являются обычно стандартизаторы, которые, почему-то принимают окончательные решения и в областях, где они не являются специалистами.

### Основной материал

В статье рассмотрены основные, наиболее типичные ошибки, выявленные в процессе метрологической экспертизы отраслевой нормативной документации. Значимость их различна, но их наличие в любом случае снижает качество документации.

### 1. Термины

#### 1.1. Название документа.

Как правило, ошибочны названия стандартов и технических условий, прежде всего регламентирующих процедуры испытаний.

Эти документы нельзя называть «Метод определения...» по следующим причинам. В соответствии с [2]:

*Метод измерения – прием или совокупность приемов сравнения измеряемой физической величины с ее единицей в соответствии с реализованным принципом измерений.*

*Методика выполнения измерений – установленная совокупность операций и правил при измерении, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с гарантированной точностью в соответствии с принятым методом.*

Представляется совершенно очевидным, что в документах, например, [3,4] и др. регламентируют не метод измерения, а методику выполнения измерений.

Не следует применять и термин «определение». В нормативной документации этот термин применяют как синоним термина «измерение», каковым он на самом деле не является. В [5] «определение – формулировка, раскрывающая содержание, сущность, основные черты чего-либо», а по [6] «определение – установление смысла незнакомого термина...», или «установление предмета рассмотрения, однозначная его характеристика», либо «введение в рассмотрение нового предмета (понятия) посредством указания на то, как иной предмет построить из предметов данных и уже известных». Таким образом, это вообще не метрологический термин. Термина «определение» в [2] просто нет.

Вместо него следует использовать термин «измерение» (это краткая форма полного термина «измерение физической величины»), под которым понимается *совокупность операций по применению технического средства, хранящего единицу физической величины, обеспечивающих нахождение соот-*

ношения (в явном или неявном виде) измеряемой величины с ее единицей и получение значения этой величины

Во многих случаях вместо «Методики выполнения измерений» следует документ называть «методика испытаний», что имеет принципиальное значение для оформления и формализации документа [7].

Таким образом, название стандартов не соответствует их содержанию по существу. Правильное название документа рассматриваемого вида должно строиться по следующей схеме: наименование процедуры + наименование измеряемой величины + название определяемого компонента + область распространения (объекты измерений или испытаний) + название метода измерения. Например: «Методика (методики) выполнения измерений массовой доли влаги в пищевых продуктах термогравиметрическим методом», если документ регламентирует способы измерения конкретного параметра определенным методом или «Методики испытаний маргариновой продукции», если документ регламентирует способы испытаний конкретной группы продуктов.

#### 1.2. Названия измеряемых величин.

Часто вместо измеряемой физической величины употребляют название анализируемого компонента: например, влага, белок, жир, вместо массовая доля влаги, белка или жира.

В качестве наименования измеряемой величины используют измеряемое свойство: кислотность вместо массовая доля кислоты (кислот), маслянистость вместо массовая доля липидов, влажность вместо массовая доля воды.

1.3. Отсутствуют, как правило, корректные с метрологической точки зрения определения анализируемого компонента. В аналитике, как известно, обычно имеют дело с многокомпонентными системами, в которых таковым является не только матрица, но и измеряемый компонент. При этом количественное и качественное содержание измеряемого компонента неоднозначно и зависит, во-первых, от решаемой измерительной задачи, а, во-вторых, от способа его отделения от матрицы. В связи с этим должно быть дано однозначное определение, что следует понимать под «жиром», «маслом», «водой», «белком» и т.д. в каждом конкретно случае.

1.4. Имеют место многочисленные ошибки в применении метрологических терминов. Например, употребляют термин «величина», «уровень» и др. вместо термина «значение» или «размер». Так вместо «величина массы 5 кг» следует писать «значение массы 5 кг», поскольку термин «масса» и есть по определению «величина». Термин «погрешность» это не метрологическая характеристика, а некоторое собирательное понятие, а потому его нельзя употреблять с количественной оценкой (например, погрешность равна 5%). Погрешность выражают различными способами. При количественной оценке следует употреблять термины, отра-

жающие интервальные, вероятностные свойства погрешности, например, «доверительный интервал абсолютной (или относительной) погрешности не более 5%».

## 2. Величины и единицы

Федеральным Законом [8] в РФ допускаются к применению только единицы величин Международной системы единиц. Внесистемные единицы допускаются к применению только с разрешения Правительства РФ. Их написание, применение, наименования и образования регламентированы в [9]. В МЖП, как и во всей системе АПК, не правильно применяемые величины и единицы можно разделить на две группы. К первой относятся величины и единицы, считающиеся отраслевыми ошибочно, что исправляется простым соблюдением правил, изложенных в [9]. В принципе, это, как правило, концентрационные характеристики, для которых в [9] установлены названия величин: массовая, молярная, объемная доли и отношения, массовая и молярная концентрации и соответственно единицы:  $\text{млн}^{-1}$  (ppm),  $\text{тыс}^{-1}$  (ppm), %, (но не мг/кг или  $\text{см}^3/\text{м}^3$ ), а также правила образования производных единиц. Их надо просто исполнять. Вторую группу составляют величины и единицы, к которым формальный подход не применим. Например, кислотное или перекисное числа. Здесь требуются особые решения, с соответствующим оформлением [10]. Вместе с тем, не допустимо и  $\frac{1}{2} \text{O}_2$ .

## 3. Нормы точности

В документации, устанавливающей нормативные требования к показателям продукции, отсутствуют нормы так называемой «требуемой» погрешности. Под этим понимается предельно допустимая погрешность, с которой допускается измерять тот или иной параметр. Без этого невозможно принимать целый ряд решений принципиального характера. Во-первых, в таком случае становится бессмысленной аттестация методик выполнения измерений, которая позволяет находить «гарантированную» норму точности. Как известно, гарантированная погрешность не должна быть больше требуемой. Во-вторых, оказывается невозможным принять обоснованные решения по отбраковке продукции в случае, когда измеренное значение параметра находится на границе поля допуска. Методология решения указанной задачи рассмотрена в [11].

Вот практическая ситуация, с которой столкнулся один из производителей маргариновой продукции.

**Задача:** В ходе производственного контроля готовой продукции было установлено, что массовая доля жира в майонезе равна 54,7%. При нормированном значении не менее 55,0%. Измерения выполнялись в производственной лаборатории по аттестованной МВИ с погрешностью 0,5%. По полученному результату сделан вывод о соответствии продукции по данному показателю. В лаборатории

аудитора получен результат 54,8%. Погрешность применяемой МВИ 0,1%. По полученному результату сделан вывод о несоответствии продукции по данному показателю.

**Решение.** Если рассматривать только одну сторону приведенного случая, когда погрешность применяемой аудитором методики 0,1% при полученном результате 54,8% продукт следует браковать, так как крайнее значение  $54,8 + 0,1 = 54,9 < 55,0$ . При этом данные, полученные в производственной лаборатории «пасуют», поскольку использованная при этом методика более грубая.

Это формально. Фактически же неясны два принципиальных момента.

Первое: каким образом рассчитана приведенное выше значение погрешности (0,1%)?

Здесь возможно несколько ситуаций.

а). Известно, что в используемой изготовителем методике погрешность выражена доверительным интервалом абсолютной погрешности при доверительной вероятности 0,95 (или 95%). Каким образом рассчитана погрешность МВИ, используемой аудитором – неизвестно. Весьма возможно, что это точечная оценка, т.е. оценка среднего квадратического отклонения, что дает уже только по этой причине значение в два раза меньшее, хотя фактическая точность в обоих случаях может быть одна и та же.

б). Вполне можно допустить, что методика аудитора не аттестована и за погрешность принято **расхождение между двумя параллельными**. Это не погрешность, а лишь критерий отсутствия промаха (грубой ошибки) в одном из наблюдений. В таком случае сравнивать приведенные два результата просто нельзя.

Второе: основаны ли обе МВИ на одном или разных методах измерения и установлена ли корреляция между двумя альтернативными методиками? Это важно, поскольку если корреляция между ними не установлена, то сравнивать эти результаты также нельзя.

Третье: если рассматривать только первый результат, то по нему нельзя ни браковать, ни пропускать как годную продукцию нельзя. Эта ситуация называется «результат на границе поля допуска».

Предложение следующее.

1. Необходимо убедиться, что в обоих случаях испытывался продукт одной и той же партии. Дело в том, что приведенная выше разница результатов измерений очень мала, а потому может быть следствием неоднородности продукта.

2. Необходимо выполнить обеими методиками по 4 повторных измерений **одного и того же** образца, в чем надо убедиться, и сравнивать средние арифметические значения.

Строгое решение рассматриваемой здесь проблемы затруднено, прежде всего, из-за отсутствия в нормативных документах **требуемой** погрешности измерения нормированного параметра, в данном случае массовой доли жира.

#### 4. Нормированные значения показателей качества и технологических параметров

Часто допускаются ошибки в записи нормированных значений параметров. Имеется в виду количество значащих цифр. Метрологическими правилами установлено, что значение величины должно соответствовать ее погрешности. Если таковая отсутствует, то считается равной половине единицы последней значащей цифры. Так, если в нормативном документе записано значение массовой доли жира в маргарине 55,0%, это значит, что интервальная оценка его абсолютной погрешности  $\pm 0,05\%$ . Но с такой погрешностью нет возможности измерить данный параметр.

Кроме того, при установлении нормативов необходимо принимать во внимание и технологическую неоднородность продукта.

#### 5. Аттестация МВИ

В соответствии с [8] и [13] МВИ, применяемые в целях, подпадающих под государственный метрологический контроль и надзор подлежат, аттестации. К сожалению, таковая не проводилась последние 10 лет. Целью аттестации является определение и установление гарантированной точности на контролируемые показатели. Методология аттестации, разработанная отделом метрологии ВНИИЖ изложена в [11] и [13]. Отметим, что указанные, практически во всех стандартах на методики испытаний расхождения между параллельными не являются показателем точности, а только критерием отсутствия грубой погрешности. В соответствии с [12] аттестовывать МВИ имеет право аккредитованная метрологическая служба. Метрологическая служба (отдел метрологии) ВНИИЖ, как головной организации метрологической службы Отделения хранения и производства пищевой продукции Россельхозакадемии аккредитована.

#### 6. Метрологическая экспертиза

Метрологическую экспертизу должны проходить все виды документации в том случае, когда метрологи не являются соразработчиками документов. Это позволяет устранить недостатки еще на стадии его разработки. Можно привести множество примеров, существенных просчетов в документации, которые были обнаружены не только в уже готовой документации, но и в реализованной продукции. Например, Новороссийская база по приемке растительного масла с танкеров, проект строительства установки по приготовлению пищевых ароматизаторов, методики расчета материальных балансов и др.

#### 7. Нормирование требований к средствам измерений, вспомогательным устройствам и реактивам

Требования к средствам измерений, используемым в документации, должны быть достаточно полными, но не избыточными. Они должны содержать только такую информацию, которая достаточна для *альтернативного* выбора пользователем средства измерений, вспомогательной аппаратуры и реактивов.

Так нецелесообразно в типовой документации (но не инструкциях на конкретные действия) нормировать конкретный тип прибора, достаточно указать его метрологические характеристики. Это создает свободу выбора СИ пользователем и исключает необходимость вводить изменения в документацию, если этот прибор заменяется или дополняется другим. Практикующаяся приписка «допускается применять и иные средства измерений с аналогичными метрологическими характеристиками» делает предыдущее категорическое нормирование конкретных средств измерений просто бессмысленным.

В то же время недостаточно указывать только, например, государственный стандарт на регламентируемое средство измерений, поскольку этот документ распространяется, обычно, на несколько типов приборов данного вида измерения и такого рода регламентация оказывается недостаточной

### 8. Правила отбора проб

Регламентированные правила отбора образцов не основаны на статистических методах и не опираются на статистические планы контроля. [11]. Наиболее проработан этот вопрос в нормативной документации консервной и пищевых концентратной промышленности [14].

### Выводы

В статье рассмотрены лишь отдельные, наиболее характерные ошибки отраслевой документации, которые, характерны во многом для документации и иных отраслей. Более подробно метрологические требования к документации всех видов и правила проведения ее метрологической экспертизы изложены в учебно-справочной книге [15] и монографии [16]. Метрологическая служба ВНИИЖ аккредитована Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии на право проведения метрологической экспертизы всех видов.

### Список литературы

1. *Руководство по выражению неопределенности измерений / Пер. с англ. под ред. В.А. Слава. – С.-Пб.:*

*ВНИИМ, 1999. .*

2. РМГ 29-99 «ГСИ. Метрология. Основные термины и определения». – Минск: ИПК «Издательство стандартов, 2000.

3. ГОСТ 51487-99 «Масла растительные и жиры животные. Метод определения перекисного числа».

4. ГОСТ 28561-90 «Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения сухих веществ или влаги».

5. Современный толковый словарь русского языка. РАН. – С.-Пб.: НОРИТ, 2001.

6. Большой энциклопедический словарь / Гл. научн. ред. А.М. Прохоров. – М. Научное издательство «Большая Российская энциклопедия». – С.-Пб.: НОРИТ, 1997. – 650 с.

7. ГОСТ Р 51672-2000 «ГСИ. Метрологическое обеспечение испытаний продукции для целей подтверждения соответствия. Основные положения».

8. Закон Российской Федерации «Об обеспечении единства измерений» 27 февраля 1993 г. № 4871-1.

9. ГОСТ 8.417-2000 «ГСИ. Единицы физических величин».

10. Бегунов А.А. Метрологические основы аналитики. – С.-Пб.: РИМ, 2004. – 411 с.

11. Бегунов А.А. Метрологическое обеспечение производства пищевой продукции: Справочник. – С.-Пб.: МП «Издатель», 1992. – 288 с.

12. ГОСТ 8.563. «ГСИ. Методики выполнения измерений».

13. Методики выполнения измерений. Разработка, оформление и метрологическая аттестация / А.А. Бегунов, А.Н. Лисицын, А.П. Пацовский, П.А. Соколов, Л.А. Санова. – С.-Пб.: ГНУ ВНИИЖ РОССЕЛЬХОЗАКАДЕМИИ, 2001. – 310 с.

14. Гельфанд С.Ю., Дьяконова Э.В. Статистические методы контроля качества пищевой продукции в консервной и пищевых концентратной промышленности. – М.: Легкая и пищевая пром-ть, 1984. – 160 с.

15. Бегунов А.А. Метрология в пищевой и перерабатывающей промышленности: Учебно-справочная книга в 2х томах. – М.: Россельхозакадемии, 2005. – 460 с.

16. Бегунов А.А. Метрологические основы аналитики. – С.-Пб.: РИМ, 2004. – 430 с.

Поступила в редколлегию 3.04.2008

**Рецензент:** д-р техн. наук, проф. Ю.П. Мачехин, Харьковский национальный университет радиоэлектроники, Харьков.

### ЯКІСТЬ НОРМАТИВНОЇ ДОКУМЕНТАЦІЇ В СИСТЕМІ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ ВИМІРЮВАНЬ

Бегунов А.А.

*У роботі розглядаються основні недоліки нормативної документації в системі оцінювання невизначеності вимірювань, що відносяться до термінології, величин і одиниць, норм точності, норм показників якості і технологічних параметрів, атестації методик виконання вимірювань, метрологічної експертизи, нормуванню вимог до засобів вимірювань, допоміжних пристроїв і реактивів, правил відбору проб. Показані шляхи усунення перерахованих недоліків.*

**Ключові слова:** вимірювання, метод вимірювання, методика виконання вимірювань, атестація методики виконання вимірювань, показник якості.

### THE NORMATIVE DOCUMENTS IN SYSTEM OF MEASUREMENT UNCERTAINTY QUALITY

Begunov A.A.

*In work the basic lacks of normative document are examined in the system evaluations of uncertainty of measurements, related to terminology, sizes and units, norms of exactness, norms of indexes of quality and technological parameters, attestation of methods of implementation of measurements, metrological examination, to setting of norms of requirements to facilities of measurements, associated units and reagents, sampling rules. The ways of removal of the transferred failings are shown.*

**Keywords:** measuring, measuring method, method of implementation of measurements, attestation of method of implementation of measurements, index of quality.