

ХИМИКО-АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ

Введение в предмет

Введение в предмет

1.	Службы производственного контроля: цель и задачи, правила работы и требования к обеспечению ресурсами.
2.	Применение процессного подхода к организации производственного контроля на отечественных предприятиях. Основные этапы процесса анализа. Методы химико-аналитического контроля. Классификация.
4.	Цель и задачи дисциплины. Виды занятий и контроль знаний студентов.

Схема производственного контроля

- ❖ Объект контроля;
- ❖ Контролируемый параметр;
- ❖ Периодичность контроля;
- ❖ Средство контроля (техническое устройство, вещество и (или) материал для проведения контроля);
- ❖ Методика контроля (ТНПА);
- ❖ Ответственный за контроль;
- ❖ Регистрация результатов.

Схема производственного контроля

Организация работ

Испытания объектов контроля должны проводиться в специальном месте, оборудованном и/или обеспеченном всем необходимым, в т.ч.:

-
-
-

Схема производственного контроля

Организация работ

Испытания объектов контроля должны проводиться в специальном месте, оборудованном и/или обеспеченном всем необходимым, в т.ч.:

- средствами измерений, контроля и испытаний;
- методиками измерения, контроля или испытаний продукции;
- ТНПА на продукцию.

Это место называется.....???

Аналитическая служба

Аналитическая служба – это вид сервиса или система обеспечения потребностей общества в лабораторно-инструментальных исследованиях и испытаниях продукции.

Аналитическая служба предприятия – заводская лаборатория, ОТК, цеховая лаборатория, центральная лаборатория.

Аналитическая служба

Ресурсы

- ❖ Персонал;
- ❖ Приборное обеспечение;
- ❖ Нормативно-техническое и методическое обеспечение.

Аналитическая служба

Персонал

- ❖ руководитель (заведующий);
- ❖ химики;
- ❖ радиологи;
- ❖ микробиологи;
- ❖ лаборанты;
- ❖ хозяйственный персонал.

Персонал должен быть соответствующей квалификации в достаточном количестве (например, сменные химики, микробиологи, лаборанты);

Аналитическая служба

Персонал

Необходимые знания и умения:

- ❖ работать на ИО и со СИ;
- ❖ проводить подготовку образцов;
- ❖ осуществлять испытания в соответствии с признанными методиками;
- ❖ обрабатывать и оценивать результаты испытаний;
- ❖ регистрировать результаты контроля - **ведение записей** - (грамотность, аккуратность, оптимизация форм документов и др.).

Аналитическая служба

Персонал

Система подготовки кадров включает:

- ❖ периодическая аттестация;
- ❖ повышение квалификации;
- ❖ стажировки;
- ❖ переподготовка;
- ❖ организация и проведение технической учебы.

Аналитическая служба

Приборное обеспечение

Средство измерений (СИ)

техническое средство, предназначенное для измерений, имеющее метрологические характеристики, значения которых принимаются неизменными в течение определенного времени.

Закон Республики Беларусь «Об обеспечении единства измерений» № 254-З от 11 ноября 2019 г.

Аналитическая служба

Средство измерений

◆ Ионномер И 160-М;



◆ Фотоэлектроколориметр КФК-3;



◆ весы аналитические ВКЛТ-20.



*

Аналитическая служба

Приборное обеспечение

- ◆ **Испытательное оборудование (ИО)** - средство испытаний, представляющее собой техническое устройство для воспроизведения условий испытаний.
- ◆ Шкаф сушильный СНОЛ 58-350;
- ◆ Регулятор температуры двухпозиционный ДРТ-М;
- ◆ Центрифуга лабораторная СМ-12.

Аналитическая служба

Приборное обеспечение

- ❖ Современные аналитические приборы;
- ❖ Более надежные результаты;
- ❖ Обеспечение принципиально новых возможностей анализа, например:
 - ✓ большая чувствительность;
 - ✓ экспрессность;
 - ✓ многофункциональность;
 - ✓ исследование распределения компонентов в образце;
 - ✓ дистанционный анализ;
 - ✓ эргономичность (удобство работы) и т.д.

*

Аналитическая служба

Приборное обеспечение

Что лучше приобретать?

Отдельный прибор или целый комплекс?

Что предпочтительнее приобретать?

Отечественный или импортный?

Что предпочтительнее приобретать?

Приборы одной фирмы или разных?

*

Аналитическая служба

Нормативно-техническое и методическое обеспечение

◆ Стадии аналитического контроля (основные этапы процесса анализа)

- ✓ отбор, консервация, транспортировка и подготовка проб к анализу;
- ✓ выполнение определений;
- ✓ обработка и выдача результатов анализа.

ГОСТ 2517-85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 25555.0-82 Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения титруемой кислотности

*

Аналитическая служба

Нормативно-техническое и методическое обеспечение

- ◆ **Нормирование номенклатуры показателей качества и безопасности** (например, уровни предельно допустимых концентраций (ПДК) и т.д.))

ГОСТ 6141-91 Плитки керамические глазурованные для внутренней облицовки стен. Технические условия

ТР ТС 021/2011 О безопасности пищевой продукции

Аналитическая служба

Нормативно-техническое и методическое обеспечение

- ◆ Требования к лаборатории (размещение, оснащение, отделка, освещение и т.д.)

СНиП

Портфолио

1. **Требования к испытательным лабораториям** (планировка, размещение, санитарное состояние, оснащение)

Срок исполнения – до начала лабораторного практикума.

Аналитическая служба

Нормативно-техническое и методическое обеспечение

- ◆ Требования к организации работы лаборатории
(система менеджмента, управление документацией, материалами и реактивами, прослеживаемость измерений и т.д.)

ГОСТ ISO/IEC 17025–2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

Аналитическая служба

Нормативно-техническое и методическое обеспечение

ГОСТ ISO/IEC 17025–2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

- ◆ **Руководство по качеству, Положение, Паспорт;**
- ◆ **СТП ХХХ-2020 Управление оборудованием;**
- ◆ **СТП ХХХ-2020 Внутренний контроль;**
- ◆ **ДП ХХХ-2020 Валидация МВИ;**
- ◆ **ДП ХХХ-2020 Верификация МВИ;**
- ◆ **Методики расчета неопределенности результатов измерений.**

Аналитическая служба

Размещение и оснащение

- ❖ в соответствии с требованиями ТНПА;
- ❖ в зависимости от области аккредитации;

Работа

- ❖ в соответствии с программами (схемами) производственного контроля.

Правила работы в лаборатории

Рабочее место лаборанта:

- ❖ Лабораторный стол,
- ❖ Полки и ящики для хранения реактивов и посуды;
- ❖ Подводка электричества, газа, воды и т. п.;
- ❖ Достаточное освещение.

Правила работы в лаборатории

Порядок выполнения работ:

- ❖ Изучение методики анализа;
- ❖ Подготовка посуды и реактивов;
- ❖ Поддержание чистоты рабочего места;
- ❖ Уборка рабочего места после работы.

Правила техники безопасности в лаборатории

- ◆ **Допуск к работе в лаборатории только после инструктажа** по технике безопасности, что подтверждается отметкой в специальном журнале.

- ◆ **В лаборатории запрещается:**
 - **принимать пищу;**
 - **пробовать на вкус химические вещества;**
 - **оставлять какие-либо вещества в посуде без соответствующей надписи.**

*

Правила техники безопасности в лаборатории

- ◆ **Все растворы, не подлежащие сливу в канализацию** (органические растворители, соли ртути и серебра, легковоспламеняющиеся жидкости, концентрированные кислоты и щелочи и т. д.), **следует выливать в особые банки для слива.**
- ◆ **Концентрированные кислоты и щелочи, сильнодействующие реактивы** (бром и др.) **надо хранить в вытяжном шкафу** под тягой на подносе и не выносить их оттуда.

Правила техники безопасности в лаборатории

- ❖ При всех работах с едкими веществами (кислоты, щелочи и др.) необходимо соблюдать максимальную осторожность, имея в виду, что несчастные случаи всегда происходят в результате неосведомленности, невнимательности или небрежности работающего.
- ❖ Беря вещество для опыта, следует внимательно прочитать этикетку и проверить содержимое по качественным признакам (цвет, запах, консистенция и др.).

Правила техники безопасности в лаборатории

- ❖ При попадании едкого вещества на стол или на пол следует это место сразу же засыпать песком, затем песок собрать и вынести из помещения. Облитое кислотой место промыть раствором соды.
- ❖ Реакции, которые могут сопровождаться сильным разогревом (растворение кислот, щелочей), следует проводить только в посуде из химического стекла, а не в толстостенной посуде. При этом реакционный сосуд помещают в кристаллизатор.

*

Правила техники безопасности в лаборатории

- ❖ **Засасывать едкие жидкости в пипетку необходимо только с помощью груши или пневмонасоса, а не ртом.**
- ❖ **Нагревать растворы на плитке следует только в посуде из химического стекла без пробки. При этом посуда должна быть сухой снаружи.**

Правила техники безопасности в лаборатории

- ❖ Брать нагретые предметы необходимо с помощью полотенца или специальных напальчников.
- ❖ Работать в лаборатории нужно только в халатах.
- ❖ Перед входом в лабораторию мобильные телефоны должны быть выключены.

Правила техники безопасности в лаборатории

- **Лабораторный практикум, с. 10-38;**
- **Опрос на первой лабораторной работе;**
- **Изучить требования к оформлению лабораторного журнала, 38-41;**
- **Обсуждение на следующей лекции.**

Правила работы в лаборатории

Порядок выполнения работ:

- ❖ Изучение **МЕТОДИКИ анализа**;
- ❖ Подготовка посуды и реактивов;
- ❖ Поддержание чистоты рабочего места;
- ❖ Уборка рабочего места после работы.

Применение процессного подхода

Методика (метод) измерений

Совокупность описанных операций при измерениях, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с установленными показателями точности измерений

ЗАКОН РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ Об изменении Закона Республики Беларусь «Об обеспечении единства измерений» 11 ноября 2019 г. № 254-З

Применение процессного подхода

Дисциплина «Химико-аналитический контроль продукции» направлена на изучение **всех элементов процесса решения аналитической задачи.**

Принцип ***процессного подхода*** использовался:

- 1) при формировании содержания учебного материала в целом;
- 2) при изложении материала каждой темы;
- 3) При подготовке к лабораторным работам.

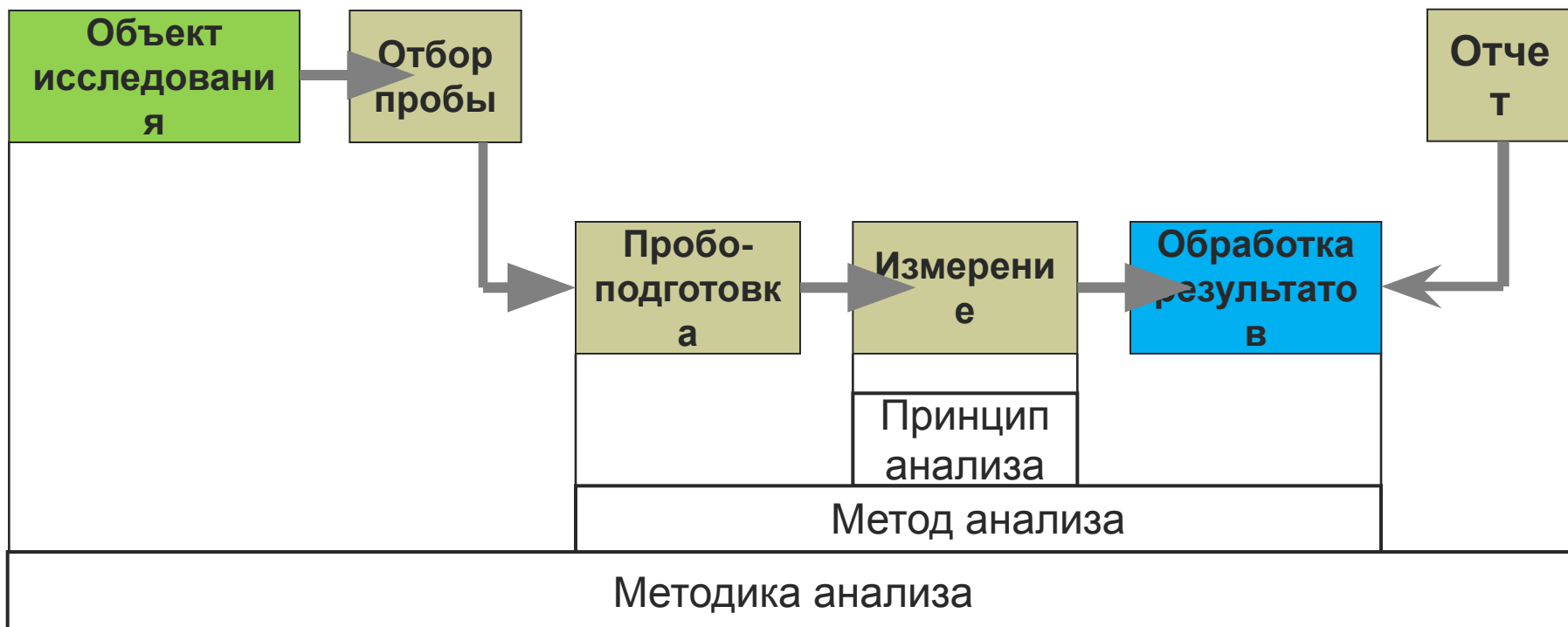
*

Применение процессного подхода

При формировании содержания учебного материала в целом – тематика занятий охватывала **весь процесс количественного анализа**:

- 1) отбор и подготовка проб;
- 2) основные приемы определения количественного состава проб;
- 3) теоретические и практические аспекты применения гравиметрических, титриметрических и электрохимических методов для контроля качества различных групп продукции;
- 4) обработка и оформление результатов анализа.

Схема процесса анализа



*

Методы химико-аналитического контроля

- ❖ Методы *отбора проб*;
- ❖ Методы *разложения проб*;
- ❖ Методы *разделения компонентов*;
- ❖ Методы *определения соединений, веществ или компонентов*.

Методы химико-аналитического контроля

Методы отбора проб

СТБ 1036-97 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Методы отбора проб для определения показателей безопасности.

ГОСТ 8047-2001 Бумага и картон. Отбор проб для определения среднего качества

Методы химико-аналитического контроля

Методы подготовки проб

ГОСТ 26929–94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов

- ❖ Способ сухой минерализации;
- ❖ Способ мокрой минерализации;
- ❖ Способ кислотной экстракции (неполной минерализации).

Методы химико-аналитического контроля

Методы определения соединений, веществ или компонентов

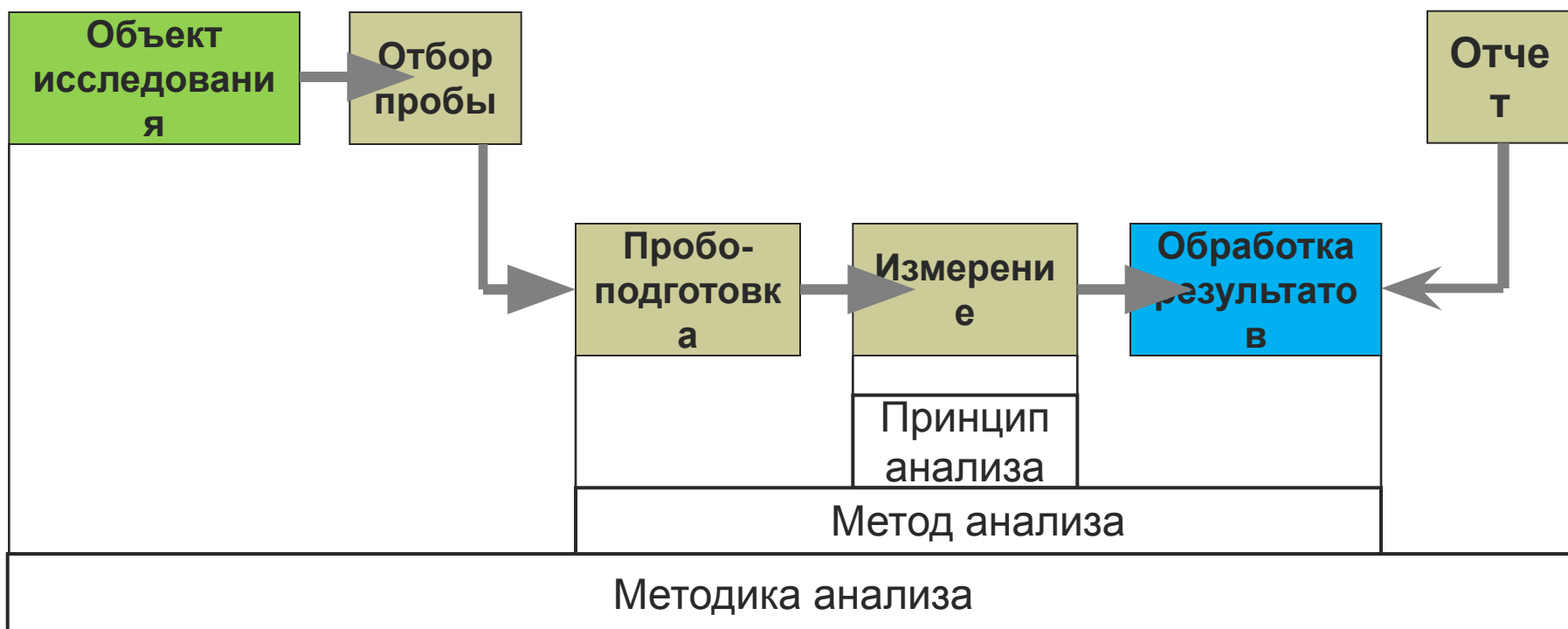
ГОСТ 21472-81 Материалы листовые. Гравиметрический метод определения паропроницаемости

СТБ ГОСТ Р 51123-2007 Соки плодовые и овощные. Гравиметрический метод определения сульфатов

ГОСТ 29270-95 Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения нитратов

*

Схема процесса анализа



*

Применение процессного подхода

Разработан типовой алгоритм изложения теоретического материала по рассматриваемым методам:

- 1) Сущность и классификация методов;
- 2) Характеристика основных этапов количественного анализа: условия выполнения аналитических операций и регистрации аналитического сигнала, перечень необходимых ресурсов.
- 3) Практическая апробация конкретных методов анализа для контроля качества различных групп продукции;
- 4) Сравнительный анализ метрологических, технологических и экономических характеристик методов и методик.

Применение процессного подхода

Результаты освоения учебных дисциплин модуля «Методы и средства испытаний и контроля»:

- умение подготовить и организовать эксперимент в соответствии с описанием методики выполнения измерений;
- знание характеристик и назначения средств измерений для проведения анализа с применением изучаемых методов;
- практические навыки работы с конкретными объектами промышленной, пищевой и фармацевтической продукции, а также соответствующим испытательным оборудованием и средствами измерений, используемыми при проведении количественного анализа.

Применение процессного подхода

Компетенции формируются при выполнении **лабораторных работ** - получение практических навыков в определении конкретных показателей качества (безопасности) для различных групп продукции.

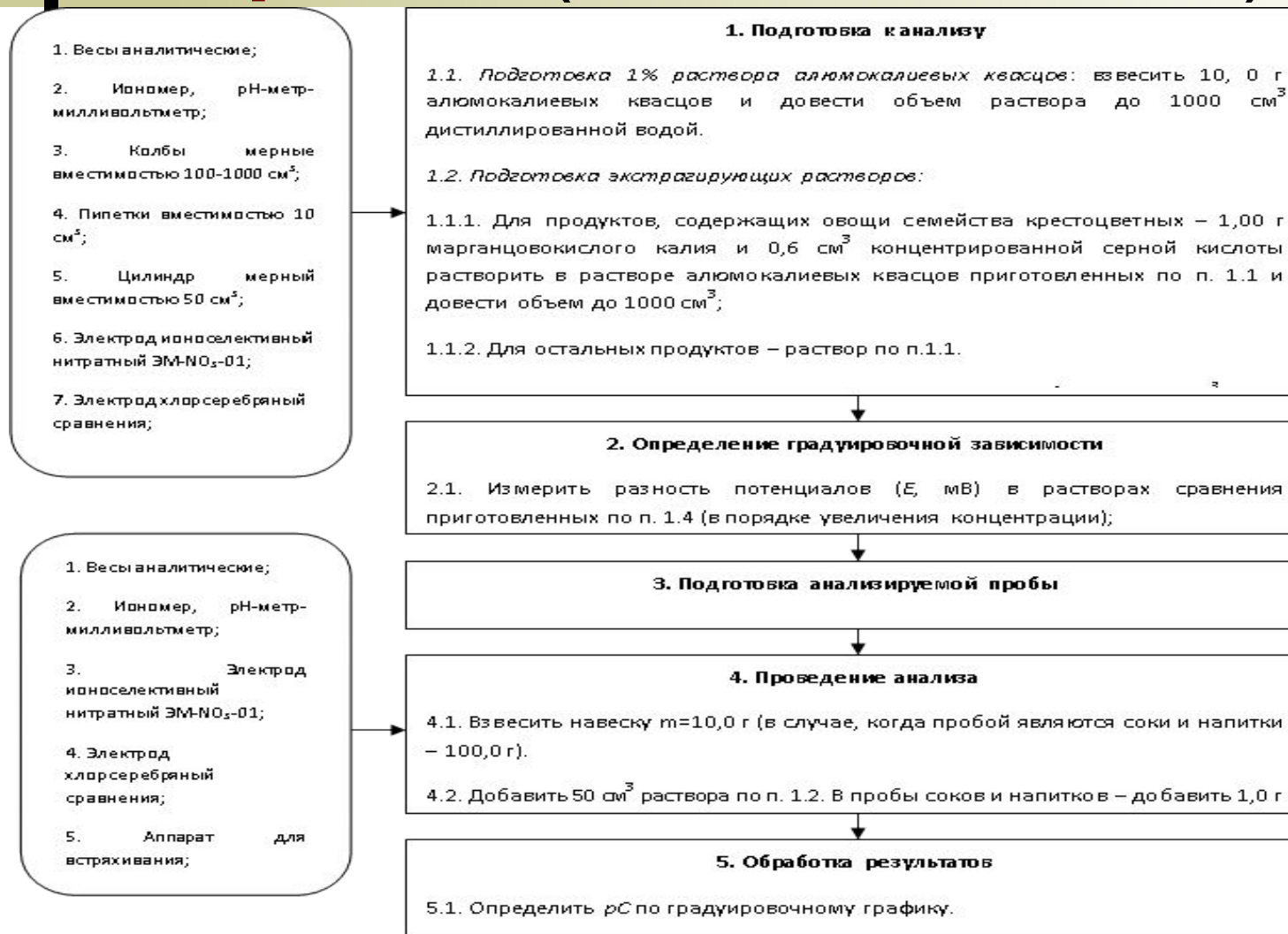
Процессный подход на этапе подготовки к лабораторным работам – **разработка блок-схемы процесса анализа** с подробной характеристикой каждого этапа.

Применение процессного подхода

Символ	Наименование символа	Назначение символа	Примечание
	Начало	Начало процесса	Символ «Начало» имеет только один выход Символ «Окончание» имеет только один вход
	Окончание	Окончание процесса	
	Действие	Конкретное действие, этап, часть описываемого процесса	Имеет один вход и один выход
	Типовой процесс	Типовой процесс, описанный в другой документации	Имеет один вход и один выход
	Документ	Действие, связанное с созданием документа	Имеет один вход и один выход
	Документы	Действие, связанное с созданием нескольких документов	Имеет один вход и один выход
	Принятие решения	Ответы в форме «да» и «нет» на поставленные при выполнении процесса вопросы	Имеет один вход и два выхода («Да» и «Нет»)
	Проверка/согласование	Контроль результата выполнения процесса на предыдущем этапе	Имеет один вход и один выход
	Доработка	Дополнительные действия по доработке этапа процесса (документа)	Имеет один вход и один выход
	Разрыв связи	Используют для разрыва линии связи и продолжения ее в другом месте (на другой странице).	Имеет один вход или один выход
	Линии связи Сочетание символов «Действие» и «Документ»	Условное обозначение связи между действиями процесса. Означает, что в процессе выполнения данного действия появляется документ	

*

Блок-схема определения нитратов (ГОСТ 29270-95)



Применение процессного подхода

Студенты должны не просто изучить пропись методики выполнения измерений – описание лабораторной работы, а знать ответы на следующие вопросы:

- **Какие ресурсы необходимы** для ее выполнения – реактивы, растворы, средства измерений, испытательное оборудование и др.;
- **Какие аналитические операции включены** в лабораторную работу, какова их химическая сущность и чем обоснован выбор предлагаемых параметров процесса;
- **Что является аналитическим сигналом**, каковы условия и ресурсы для его регистрации.

Виды занятий

Всего учебных часов – 120

❖ **Лекции** – 36 часа;

❖ **Лабораторные работы** – 18 часа;

❖ **Самостоятельная работа** – **66 часов.**

Самостоятельная работа

- самостоятельное решение задач и контрольных работ;
- тестирование по основным разделам дисциплины;
- выполнение индивидуальных практических заданий;
- подготовка к аттестации по учебной дисциплине.

Самостоятельная работа

1. Определить и охарактеризовать объекты и виды контроля, существующие в рамках систем управления на предприятиях различных отраслей промышленности.
2. Построить блок-схему производства конкретного вида продукции с указанием точек контроля, контролируемых параметров, средств и методов контроля.
3. Разработать схему отбора проб продукции конкретного наименования с целью проведения ее дальнейших испытаний.
4. Разработать схему подготовки проб продукции конкретного наименования с целью проведения ее дальнейших испытаний.
5. На основании исходных данных построить градуировочный график, рассчитать градуировочную функцию и определить концентрацию вещества с их помощью.
6. Провести анализ условий проведения количественного анализа методом гравиметрии на примере стандартных методик выполнения измерений.
7. Провести анализ условий проведения количественного анализа методом титриметрии на примере стандартных методик выполнения измерений, определить их метрологические характеристики.
8. Провести анализ условий проведения количественного анализа методом вольтамперометрии на примере стандартных методик выполнения измерений, определить их метрологические характеристики.
9. Провести анализ условий проведения количественного анализа методом ионометрии или потенциометрического титрования на примере стандартных методик выполнения измерений, определить их метрологические характеристики.
10. Провести анализ условий проведения количественного анализа методами электрогравиметрии, кондуктометрии и кулонометрии на примере стандартных методик выполнения измерений, определить их метрологические характеристики.

Контроль знаний

Вид контроля	Баллы
Оформление рабочего журнала по лабораторному практикуму	10
Коллоквиум по основам химико-аналитического контроля (+ тест)	10
Коллоквиум по химическим методам (+ тест)	10
Коллоквиум по электрохимическим методам (+ тест)	10
Контрольная работа по обработке результатов измерений	10
Контрольная работа по гравиметрии	10
Контрольная работа по титриметрии	10
Контрольная работа по электрохимии	10
Дополнительные задания (рефераты, доклады, презентации)	30
Выполнение индивидуальных практических работ (каждая/всего)	10 (всего-100)
Всего	210
Допуск к экзамену*	100 ⁵¹

Самостоятельная работа

- 1. Определить и охарактеризовать объекты и виды контроля, существующие в рамках систем управления на предприятиях различных отраслей промышленности.**
- 2. Построить блок-схему производства конкретного вида продукции с указанием точек контроля, контролируемых параметров, средств и методов контроля.**
3. Разработать схему отбора проб продукции конкретного наименования с целью проведения ее дальнейших испытаний.
4. Разработать схему подготовки проб продукции конкретного наименования с целью проведения ее дальнейших испытаний.
5. На основании исходных данных построить градуировочный график, рассчитать градуировочную функцию и определить концентрацию вещества с их помощью.
6. Провести анализ условий проведения количественного анализа методом гравиметрии на примере стандартных методик выполнения измерений.
7. Провести анализ условий проведения количественного анализа методом титриметрии на примере стандартных методик выполнения измерений, определить их метрологические характеристики.
8. Провести анализ условий проведения количественного анализа методом вольтамперометрии на примере стандартных методик выполнения измерений, определить их метрологические характеристики.
9. Провести анализ условий проведения количественного анализа методом ионометрии или потенциометрического титрования на примере стандартных методик выполнения измерений, определить их метрологические характеристики.
10. Провести анализ условий проведения количественного анализа методами электрогравиметрии, кондуктометрии и кулонометрии на примере стандартных методик выполнения измерений, определить их метрологические характеристики.

Схема производственного контроля конкретной продукции

1. Эссе;
2. Реферат;
3. План/Программа;
4. Сказка на тему.

Объект контроля	Контролируемый параметр	Периодичность контроля	Средство контроля	Методика контроля	Ответственный за контроль	Регистрация результатов	Корректирующие действия

Здесь могут быть представлены Ваши разработки !

Но не копии оригиналов документов с предприятий!

Литература

- 1) **Шачек, Т.М.** Химико-аналитический контроль промышленных и продовольственных товаров. Химические и электрохимические методы: **тексты лекций** для студентов заочной формы обучения специальности 1-54 01 03 «Физико-химические методы и приборы контроля качества продукции» / Т. М. Шачек, Е. В. Дубоделова. – Минск: БГТУ, 2012. – 119 с.
- 2) **Шачек, Т.М.** Химико-аналитический контроль промышленных и продовольственных товаров. **Лабораторный практикум**: учебное пособие для студентов специальности 1-54 01 03 «Физико-химические методы и приборы контроля качества продукции» / Т. М. Шачек, Л.Ю. Осмоловская, Е.В. Дубоделова. – Минск: БГТУ, 2013. – 196 с.
- 3) **Шачек, Т.М.** Химико-аналитический контроль промышленных и продовольственных товаров: **учеб.-метод. пособие** для студентов специальности «Физико-химические методы и приборы контроля качества продукции» – / Т.М. Шачек, Е.В. Дубоделова. – Минск: БГТУ, 2012. – 134 с.
- 4) **Шачек, Т.М.** **ЭУМК по дисциплине «Химико-аналитический контроль товаров»** для студентов по специальности 1–54 01 03 «Физико-химические методы и приборы контроля качества продукции» специализаций 1–54 01 03 01 «Сертификация промышленных товаров», 1–54 01 03 02 «Сертификация продовольственных товаров» и 1–54 01 03 03 «Сертификация фармацевтических товаров» – **СДО**.

Дополнительная литература

- 1) **Основы аналитической химии: учеб.:** в 2 т. / Под ред. **Ю. А. Золотова**. – М.: Изд. Центр «Академия», 2010. – Т. 2. – 407 с.
- 2) **Основы аналитической химии. Практическое руководство: учеб. пособие /** под ред. акад. **Ю. А. Золотова**. – М: Высш. шк., 2001. – 464с.
- 3) **Отто, М. Современные методы аналитической химии: учеб.:** в 2 т. / М. Отто; пер. с нем. под ред. А. В. Гармаша. – М.: Техносфера, 2003. – т. 1. – 412 с.
- 4) **Отто, М. Современные методы аналитической химии: учеб.:** в 2 т. / М. Отто; пер. с нем. под ред. А. В. Гармаша. – М.: Техносфера, 2004. – т. 2. – 281 с.
- 5) **Поисковая база «Национальный фонд технических нормативных правовых актов»** [Электронный ресурс] – Режим доступа: <https://tnpa.by/index.html>. – Дата доступа: 09.01.2021.

Дополнительная литература

- ❖ **Глоба, И. И.** Химико-аналитические методы контроля качества продукции: учеб. пособие для студентов высших учебных заведений по специальности "Физико-химические методы и приборы контроля качества продукции" / И. И. Глоба . - Минск : [б. и.], 2009. - 244 с.
- ❖ **Основы аналитической химии: учеб.:** в 2 кн. / Под ред. Ю. А. **Золотова.** – М.: Высш. шк., 2000.
- ❖ **Васильев, В. П.** Аналитическая химия: учеб. пособие: в 2 кн. / В. П. Васильев. – М.: Дрофа, 2007.
- ❖ **Жуков, А. Ф.** Аналитическая химия. Физические и физико-химические методы анализа / А. Ф. Жуков [и др.]. – М: Химия, 2001.
- ❖ **Васильев, В. П.** Практикум по аналитической химии: учеб. пособие / В. П. Васильев, Р. П. Морозова, Л. А. Кочергина. – М.: Химия, 2000.
- ❖ **Васильев, В. П.** Аналитическая химия: сборник вопросов, упражнений и задач: учеб. пособие / В. П. Васильев, Л. А. Кочергина, Т. Д. Орлова; под ред. В. П. Васильева. – 3-е изд. – М.: Дрофа, 2004.