

*Утверждаю  
А.Иванов*

## ВЫПИСКА к Договору 10/12/15 от 10 декабря 2015 г на передачу права использования технической документации

### Руководство по контролю качества продукции

#### ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем Руководстве применяются термины и определения:

Абсолютная погрешность измерений – погрешность измерений, выраженная в единицах измеряемой величины;

Величина – свойство вещества, которое может быть различимо качественно и определено количественно;

Верификация – подтверждение на основе представления объективных свидетельств того, что установленные требования были выполнены;

Влияющие факторы пробы – мешающие компоненты и другие свойства пробы, оказывающие влияние на результат и погрешность анализа;

Измерительное оборудование – средства измерения, эталоны, стандартные образцы или вспомогательная аппаратура или комбинация из них,

необходимые для проведения процесса измерения;

Исследование – комплекс операций, объектом которых является определение значения или характеристики свойств;

Количественный химический анализ (КХА) – экспериментальное определение содержания массовой доли химических элементов в анализируемом веществе, погрешности определения в виде границ доверительного интервала при заданной доверительной вероятности;

предупреждения и лечения болезни или оценки состояния здоровья человека и которая может

Метод анализа – принцип, положенный в основу анализа веществ;

Методика анализа – подробное описание всех условий и операций, которые обеспечивают при выполнении анализов регламентированные характеристики погрешности воспроизводимости.

Методика выполнения измерений (МВИ) – совокупность операций и правил,

выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с известной погрешностью;

Методика испытаний – организационно-методический документ, обязательный к выполнению, включающий метод испытаний, средства и условия испытаний, отбор проб,

алгоритмы выполнения операций по определению одной и нескольких взаимосвязанных характеристик свойств объекта, формы представления данных и оценки точности,

достоверности результатов, требований техники безопасности и охраны окружающей среды;

Метрологическая прослеживаемость – свойство результата измерения или значения эталона, заключающееся в возможности установления его связи с соответствующими эталонами, обычно международными или национальными, посредством непрерывной цепи сличений, имеющих установленные неопределенности;

Надежность – свойство готовности и влияющих на него свойств безотказности, ремонтопригодности и обеспечения технического обслуживания и ремонта;

Относительная погрешность измерений – отношение абсолютной погрешности к истинному значению измеряемой величины;

Первичная проба, образец – одна или несколько частей, взятых из системы;

Погрешность измерений – отклонение результата измерений (анализа) от истинного значения измеряемой величины,

Показатели качества результатов КХА – точность, правильность, прецизионность в условиях повторяемости, прецизионность в условиях воспроизводимости;

Правильность измерения – степень близости среднего значения, полученного на основании большой серии результатов измерений (или результатов испытаний), к истинному значению;

Прецизионность анализа в условиях повторяемости (повторяемость) – характеристика качества измерений, отражающая близость друг к другу значений результатов одной и той же величины по одной методике в одинаковых условиях и практически одновременно (параллельные определения);

Протокол испытаний – документ, содержащий результаты испытаний и другую информацию, относящуюся к испытаниям;

Процесс измерения – совокупность операций для установления значения величины;

Процедуры перед исследованием, преаналитический этап – процедуры,

хронологически начинающиеся с назначения клиницистом исследования, включения исследования в заявку, охватывающие подготовку пациента, взятие первичной пробы, транспортировку ее в лабораторию и заканчивающиеся началом исследования;

Процедуры после исследования, постаналитический этап – процедуры, хронологически начинающиеся после исследования, включая систематизацию;

формулирование и интерпретацию, разрешение к выдаче, оформление и передачу результатов исследований и хранение исследованных проб;

Процесс измерения – совокупность операций для установления значения величины;

Результат количественного анализа (КХА) – значение содержания компонентов пробы веществ, найденное по методике путём анализа по методике КХА;

Систематическая погрешность – составляющая погрешности измерения, остающаяся постоянной при повторных измерениях одной и той же величины;

Случайная составляющая погрешности измерений – составляющая погрешности измерения, изменяющая случайным образом при повторных измерениях одной и той же величины;

Средства испытаний – технические средства, создающие необходимые условия для проведения испытаний и обеспечивающие измерение значений определяемых показателей с заданной точностью. К средствам испытаний относят испытательное оборудование, средства измерений, оснастка, инструмент, приспособления, посуда, материалы;

Стандартный образец – стандартный образец, воспроизводящий значения величин, характеризующих содержание определённых компонентов в данном стандартном образце;

Точность измерения – степень близости результата измерения к истинному значению измеряемой величины;

## **Организация и руководство**

Отдел технического контроля имеет структуру:

- Начальник ОТК

- Техник лаборант

## **Основные функции:**

По целевому признаку - выполнения исследований:

- определение плотности растворов;
- определение содержания сухого вещества в растворах;
- определение водородного показателя растворов;
- содержание хлорид иона в растворах
- содержание щелочей

## **Структура документации ОТК**

Документация, включая записи, осуществляется в документах

- Журнал входного сырья (Приложение 1)
- Журнал исходящей продукции (Приложение 2)
- Документ о качестве (Приложение 3)

## **МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ**

### **ОТБОР ПРОБ СЫРЬЯ И КОНЕЧНОГО ПРОДУКТА**

Для отбора проб применяют пробоотборники по ГОСТ6732.2, изготовленные из материалов, устойчивых к действию добавок (стекло, пластмассы, нержавеющая сталь, латунь и другие материалы).

Отобранные в выборку упаковочные единицы (мешки, бочки, цистерны и т.п.) предварительно должны быть очищены от загрязнений.

Пробы отбирают последующей схеме:

- от упаковочных единиц, выбранных для контроля, отбирают точечные пробы;
- из точечных проб составляют объединенную пробу;
- от объединенной пробы отбирают среднюю пробу.

Точечные пробы сыпучих(порошкообразных, гранулированных и т.п.) отбирают из любых точек массы продукта по всей толщине слоя при помощи металлического щупа, трубок, ковшей и механических пробоотборников.

Пробы слежавшихся при хранении или транспортировании измельчают.

Точечные пробы пастообразных добавок отбирают из любых точек массы продукта по всей толщине слоя при помощи металлического щупа или трубок.

Точечные пробы жидких(жидкости, растворы, суспензии) отбирают после тщательного перемешивания при помощи стеклянных трубок с оттянутыми концами, стеклянных или металлических пипеток, погружных кружек или банок и специальных банок скрышками или колпачками для взятия проб из любых слоев продукта.

Погружные кружки или банки должны иметь ручки достаточной длины для опускания на дно любой емкости.

Пробы жидких из цистерн отбирают из верхнего, среднего и нижнего слоев по одной пробе в соотношении по объему 2:3:2. Допускаются другие соотношения в соответствии с нормативной документацией.

Все отобранные точечные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают и получают объединенную пробу.

Из объединенной пробы методом квартования (для сыпучих продуктов) или отбора (для жидких и пастообразных продуктов) получают среднюю пробу.

Масса средней пробы должна быть достаточной для трехкратного определения всех нормируемых показателей качества добавки.

Из хранилищ у изготовителя пробы отбирают от каждой загружаемой в него технологической партии и равномерно из потока.

Пробы жидких продуктов из цистерн и хранилищ допускается брать во время слива (в начале, середине и конце).

Среднюю пробу помещают в чистую сухую стеклянную или полиэтиленовую банку или бутылку и плотно закрывают.

Среднюю пробу порошкообразных или твердых продуктов допускается помещать в полиэтиленовый пакет.

На сосуды и пакеты со средней пробой наклеивают или надежно прикрепляют этикетки с указанием:

- наименования и предприятия-изготовителя;
- номера партии;
- даты отбора проб;
- фамилии лица, производившего отбор.

### **Общие требования.**

Допускается применять любые методы анализа и средства измерений с точными характеристиками не ниже, а также использовать реагенты по качеству не хуже установленных настоящими техническими условиями.

Допускается применение средств измерений и оборудования с точностными характеристиками, не ниже указанных в настоящих технических условиях.

Числовые значения результатов анализа округляются до последнего знака, указанного для данного показателя в таблице 1 технических требований.

При проведении анализов и для приготовления растворов используется дистиллированная вода по ГОСТ 6709 и реагенты квалификации «химически чистый» и «чистый для анализа».

При проведении испытаний следует соблюдать требования ГОСТ 27025.

### **Определение внешнего вида.**

Посуда, растворы - цилиндр 1(3)-50-2, ГОСТ 1770.

#### **Проведение измерений:**

В цилиндр вместимостью 50 см<sup>3</sup> заливают от 20 до 30 см<sup>3</sup> анализируемого раствора и определяют внешний вид.

### **Определение содержания массовой доли сухого вещества.**

#### **Оборудование:**

галогенный анализатор влажности  
абсорбирующие стекловолоконные диски  
стандартные чашки для образцов  
пипетка

Измерение массовой доли воды проводится методом высушивания вещества до постоянной массы в соответствии с ГОСТ 14870, п.3.

Допускается проводить высушивание на анализаторе влажности любой марки, обеспечивающем требуемую точность определения

### **Определение плотности**

#### **Оборудование:**

ареометр по ГОСТ 18481  
цилиндр для ареометра по ГОСТ 18481  
термометр с ценой деления шкалы 1.0 °C и диапазоном измерения 0-100 °C по ГОСТ 28498

Подготовка к испытанию

Испытуемый образец в количестве 250 мл. тщательно перемешивают и наливают в цилиндр. Плотность добавки определяется при температуре  $20 \pm 1,0^{\circ}\text{C}$ . 4.5.3

#### Проведение испытаний

Образец помещают в сухой цилиндр и при  $20+0,50^{\circ}\text{C}$  осторожно опускают в него чистый сухой ареометр, на шкале которого предусмотрена ожидаемая величина удельной массы. Ареометр должен находиться в центре цилиндра и не касаться его стенок. Ареометр не выпускают из рук до тех пор пока не станет очевидным, что он плавает. При этом необходимо следить, ареометр не касался стенок и дна цилиндра. Отчёт производится через 3-4 минуты после погружения ареометра по его шкале (замер производят по нижнему мениску жидкости).

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное значение допускаемого расхождения между которыми не должно превышать  $0,02\text{kg/dm}^3$  при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

#### Измерение показателя активности водородных ионов (pH)

Оборудование:

- pH-метр;
- стакан В(Н)-50, В(Н)-100, ГОСТ 25336-82 Е;
- термометр, ГОСТ 28498-90, с ценой деления  $0,50^{\circ}\text{C}$ ;
- электрод стеклянный;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

#### Проведение измерений

Продукт помещают в стакан и измеряют его pH при  $20+0,50^{\circ}\text{C}$  согласно инструкции к pH-метру, используя стеклянный электрод.

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное значение допустимого расхождения между которыми не должно превышать 0,2 при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

Перед проведением анализа лабораторный иономер должен быть настроен на данную электродную систему. Для настройки прибора готовят образцовые буферные растворы со значениями pH: 1.6; 6.86; 9.18. Растворы готовят в мерных колбах вместимостью 1 дм<sup>3</sup> путем растворения содержимого ампул в дистиллированной воде при температуре  $(20,0 \pm 0,5)^{\circ}\text{C}$ . Настройку прибора производят согласно инструкции к прибору. Предельное отклонение значения pH образцового буферного раствора не должно превышать 0,03 единиц pH.

Навеску 100 г продукта тщательно перемешивают и измеряют показатель активности водородных ионов (pH) полученного раствора согласно инструкции к pH-метру. Электроды перед погружением в исследуемый раствор тщательно промыть дистиллированной водой, остатки воды с электродов удалить фильтровальной бумагой. Отсчет показаний по шкале прибора производить после того, как показания примут установившееся значение, но не раньше, чем через 3 минуты. За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает значения допустимого, равного  $\pm 0,5$  pH. Пределы допустимого значения относительной суммарной погрешности результата измерения  $\pm 1\%$  при доверительной вероятности  $P=0,95$

#### Определение общего содержания хлоридов.

Содержание хлоридов определяют весовым методом, осаждая Cl<sup>-</sup> в азотнокислой среде избытком нитрата серебра. Осадок хлорида серебра определяют фильтрованием через стеклянный фильтровальный тигель и высушивают при  $110 - 120^{\circ}\text{C}$ .

Оборудование, посуда, растворы

- весы аналитические по ГОСТ 24104

фотометр

#### Фотометрирование растворов

В стаканы вместимостью 25 -50 см<sup>3</sup> отливают градуировочные растворы и анализируемый раствор и проводят их фотометрирование в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору, измеряя интенсивность излучения линии натрия при длине волны 590 нм и линии калия при 770 нм, используя интерференционные фильтры. Все измерения повторяют не менее двух раз.

По полученным результатам определений строят градуировочные графики в координатах «интенсивность излучения натрия (калия) - концентрация элемента в градуировочных растворах в миллиграммах на кубический дециметр», по которым определяют концентрацию элементов в анализируемом растворе, фотометрирование которого осуществляется одновременно с градуировочными.

Градуировочные графики строят для каждой серии определений.

## Алгоритм передвижения контроля качества

№ п п		Агрегатное состояние	Оцениваемые показатели
1	Приемка сырья	Жидкое/сухое	Определение содержания сухого вещества (%) Определение -рН
2	Разведение водой	Жидкое	Определение плотности раствора (г/см3) Определение содержания сухого вещества (%)
3	Исходящий контроль	Жидкое	Определение -рН Определение плотности раствора (г/см3) Определение содержания хлорид иона (%) Определение щелочей (%)

## **Приложение 1**

Приложение 1							
Дата поступления	Наименование сырья Производитель	Количество, кг	Соответствие упаковки, маркировки	Дата отбора проб	Результаты отбора проб	Подпись лиц производивших отбор, испытания	Примечание

## Приложение 2

Дата изготовления	
Наименование продукции	
Количество, кг	
Соответствие внешнему виду	
Плотность при 20°C, г/см³	
Показатель активности водородных ионов (рН)	
Содержание хлоридов, %	
Содержание щелочей (экв. №20), %	
Отгружен на Предприятие , в количестве	
№ документа о качестве	
Подпись лиц производивших отбор, испытания	
Примечание	

Приложение 3

ДОКУМЕНТ О КАЧЕСТВЕ №\_\_\_\_\_  
ДОБАВКИ БЕТОННЫХ СМЕСЕЙ И РАСТВОРОВ DAO EZCON

« \_\_\_\_\_ » 20 \_\_\_\_ г.

Наименование предприятия изготовителя, товарный знак (при его наличии),  
адрес и телефон \_\_\_\_\_  
Наименование добавки \_\_\_\_\_  
Дата изготовления \_\_\_\_\_  
Номер партии \_\_\_\_\_  
Масса брутто и нетто (кг) \_\_\_\_\_  
Вид тары число упаковочных единиц в партии \_\_\_\_\_  
Обозначение настоящих технических условий \_\_\_\_\_  
Гарантийный срок хранения \_\_\_\_\_

Результаты контроля готовой продукции

№ п/п	Наименование показателей	Показатели качества Норма по ТУ 5745-001-24685511- 2014	Результаты испытаний
1	Внешний вид		По п.4.3 настоящим ТУ
2	Плотность при 20°C, г/см³ не менее		По п.4.5 Настоящим ТУ
3	Показатель активности водородных ионов (рН), не менее		По п.4.6 Настоящим ТУ
4	Содержание хлоридов, %		По п.4. 7 Настоящим ТУ
5	Содержание щелочей (экв. №20), %		По п.4.8 Настоящим ТУ

Лаборант \_\_\_\_\_

**ЗАКЛЮЧЕНИЕ:** соответствует требованиям ТУ 5745-001-24685511-2014

Начальник ОТК \_\_\_\_\_