

Для цитирования

Калинин С.А., Кудимов С.А., Фролов В.А. Применение полуавтоматического и автоматизированного лабораторного оборудования в стандартах выполнения химических анализов / I Научно-практическая конференция, посвященная 100-летию деятельности ФГБУ «Институт стандартизации»: «Стандартизация: траектория науки», Санкт-Петербург, 9 октября 2024 года // Информационно-экономические аспекты стандартизации и технического регулирования. 2024. № 6(81). С. 82–88.

УДК 006.83

**ПРИМЕНЕНИЕ ПОЛУАВТОМАТИЧЕСКОГО И АВТОМАТИЗИРОВАННОГО
ЛАБОРАТОРНОГО ОБОРУДОВАНИЯ В СТАНДАРТАХ ВЫПОЛНЕНИЯ
ХИМИЧЕСКИХ АНАЛИЗОВ**

Калинин С.А., аспирант ФГБУ «Институт стандартизации», г. Москва

Кудимов С.А., специалист, генеральный директор ИП Кудимов Сергей Алексеевич, г. Москва

Фролов В.А., проф., д-р техн. наук, начальник отдела научной деятельности, ФГБУ «Институт стандартизации», г. Москва

В работе поднимается вопрос определения прецизионности результатов химических анализов, выполненных с помощью полуавтоматического и автоматизированного оборудования. В связи с большим разнообразием приборов отсутствует необходимый объем данных межлабораторных испытаний, выполненных с их помощью. Авторами предложены критерий и подход по его расчету, позволяющие определить степень автоматизации конкретной модели и выбрать способ обработки результатов анализа по формулам ручного или автоматического оборудования.

Ключевые слова: автоматизированное лабораторное оборудование, комплекс автоматизации, степень автоматизации, прецизионность, метод анализа.

**THE USE OF SEMI-AUTOMATIC AND AUTOMATED LABORATORY EQUIPMENT IN
CHEMICAL ANALYSIS STANDARDS**

Kalinin S.A., postgraduate student of Russian Standardization Institute, Moscow

Kudimov S.A., specialist, General Director of IP Kudimov S.A., Moscow

Frolov V.A., Professor, doctor of technical sciences, head of the department of scientific activity, Russian Standardization Institute, Moscow

The paper raises the issue of determining the precision of the results of chemical analyses performed using semi-automatic and automated equipment. Due to the wide variety of devices, the required amount of data from interlaboratory tests performed with their help is missing. The authors propose a criterion and an approach for its calculation, which allows to determine the degree of automation of a particular model and choose a method for processing the analysis results using formulas of manual or automatic equipment.

Keywords: automated laboratory equipment, automation complex, degree of automation, precision, analysis method.

Введение

На сегодняшний день химические лаборатории играют важную роль в производственном контроле. Испытательная лаборатория включает в себя подразделения, выполняющие широкий спектр функций: работа с внутренними и внешними заказчиками, снабжение лаборатории, проведение анализов, метрологическое сопровождение. Качество выполнимых анализов является одним из требований стандарта [1], предъявляемых к испытательной лаборатории. Эффективность работы лаборатории сильно зависит от ее технического

оснащения. Так, в работе [2] авторами рассматривается влияние лабораторного оборудования и степени его автоматизации на систему управления качеством химической лаборатории. Помимо оборудования на достоверность результатов анализов влияют используемые методы анализа, определяемые действующими стандартами, и квалификация сотрудников [3]. Методы анализа содержат подробную инструкцию по его выполнению, включая используемые материалы и оборудование, последовательность операций и данные о точности полученных результатов. В большинстве стандартов описано применение ручного оборудования, однако с развитием отечественного и мирового приборостроения выходят обновленные издания существующих методов, допускающие применение и автоматических приборов. Основным отличием ручного и автоматического вариантов проведения анализа являются данные по точности результатов анализов.

Сегодня в лабораторной практике наблюдается увеличение количества проб и определяемых параметров, что ставит перед лабораториями задачи по переоснащению с целью увеличения степени автоматизации рабочих процессов. На рынке лабораторного оборудования представлено четыре сегмента оборудования, различающихся степенью автоматизации: ручное, автоматизированное, полуавтоматическое и автоматическое. Каждое из направлений приборов обладает своими преимуществами и недостатками. Полностью автоматическое оборудование значительно повышает производительность труда, однако требует больших капитальных и эксплуатационных затрат. Для эффективной работы с ним необходимо повышать квалификацию работников лаборатории, организуя соответствующие тренинги и инструктажи. Полуавтоматическое и автоматизированное оборудование обладает меньшим функционалом. Оно уменьшает долю испорченных анализов, облегчая труд лаборанта и помогая ему совершить меньше ошибок при выполнении испытания. Для большинства лабораторий полуавтоматическое и автоматизированное оборудование является экономически доступным способом повысить свою производительность. Существующие стандарты на выполнение химического анализа описывают применение ручного и автоматического оборудования, при этом не внося конкретики, к какому классу отнести полуавтоматические и автоматизированные модели, что приводит к неоднозначной оценке точности полученных с их помощью результатов: повторяемости и воспроизводимости. Согласно стандарту (ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002)¹ воспроизводимость характеризует близость независимых результатов друг к другу, полученных одним методом на идентичных образцах в одной лаборатории одним оператором на одном оборудовании за короткий интервал времени. Близость результатов, полученных на идентичном образце одним методом в разных лабораториях разными операторами на разном оборудовании, характеризует воспроизводимость результатов. Исходя из определений можно сделать вывод, что отклонение результатов от допусков повторяемости говорит о присутствии случайных отклонений, а от допусков воспроизводимости – о систематических.

Модельный ряд полуавтоматических и автоматических приборов для выполнения одного анализа является широким, а функционал – индивидуальным, поэтому наработать необходимый объем статистических данных анализов для каждого элемента автоматизации для определения его метрологических параметров – затруднительный и трудоемкий процесс. Авторами предлагается для более быстрого решения этой проблемы разработать критерии, исходя из которых работа с данными, полученными на полуавтоматических и автоматизированных моделях, будет вестись на основании уже существующей информации о точности ручного и автоматического оборудования.

Формулировка критерия

В стандартах, касающихся выполнения измерений и испытаний, предъявляются требования к ручному и автоматическому оборудованию по точности измерения параметров, воспроизведения условий анализа и конструкторскому оформлению. Общей закономерностью

¹ ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения» (Введ. 2002 – 04 – 23). – М.: Стандартинформ, 2009.

методов является то, что автоматические модели обладают большим разрешением измерительных систем [4]. Данные прецизионности результатов, полученных на оборудовании разных типов, могут сильно отличаться. Так, в методе [5] воспроизводимость при определении кислотного числа составляет 20% и 28% для ручного и автоматического метода соответственно. Причиной таких расхождений является отличие в точности соблюдения условий проведения эксперимента и фиксации измеряемого параметра. Определяемый результат зависит от трех составляющих:

- соблюдение требований стандарта во время проведения анализа;
- характеристики системы измерения;
- принятие решения о фиксировании измеряемого параметра.

Эти составляющие жестко регламентируются методами проведения анализа. Разработчики лабораторного оборудования автоматизируют полностью или частично один или несколько пунктов из приведенных выше. Автоматизация соблюдения требований стандарта позволяет получать более близкие результаты при анализе одной и той же пробы, обеспечивая хорошую повторяемость результатов, так как анализ каждый раз проводится по одинаково настроенному алгоритму. Однако анализ некондиционных и нестандартных проб в таких условиях может быть затруднен, программному обеспечению трудно прогнозировать их поведение во время анализа, вследствие чего могут быть получены недостоверные результаты. Применение электронных средств измерения позволяет получать данные с большим разрешением и сравнивать результаты, полученные, например, с округлением до десятых, а не до целых. Автоматизация стадии принятия решения о фиксации измеряемого параметра является самой сложной в разработке и наладке, так как требует учета возможных случайных отклонений входных сигналов, которые могут сильно отразиться на результатах испытаний. При правильной настройке такой узел может обеспечить значительное улучшение воспроизводимости результатов и их приближение к опорным.

Влияние этих составляющих наглядней всего можно продемонстрировать на примере определения фракционного состава нефтепродуктов по стандартам² [6, 7]. В этих стандартах представлены схожие по своему исполнению методы анализа, заключающиеся в перегонке 100 мл образца, с фиксированием температуры паров на заданных объемах отгона. В методах описаны условия проведения эксперимента, включающие поддерживаемую скорость дистилляции и поправки, вносимые в результаты с учетом величины атмосферного давления. Также в них отражено применение как ручного, так и автоматического оборудования, для которых даны свои данные прецизионности результатов анализов. При детальном рассмотрении установки для перегонки можно выделить 6 основных узлов, каждый из которых может быть автоматизирован. Перечень узлов и область их влияния на результаты приведены в табл. 1.

Таблица 1

Перечень узлов автоматизации

№	Узел автоматизации	Категория узла автоматизации
1	Измерение температуры паров	Характеристики системы измерения
2	Измерение атмосферного давления	Характеристики системы измерения
3	Измерение объема отгона	Характеристики системы измерения, принятие решения о фиксировании измеряемого параметра
4	Регулирование температуры конденсатора	Соблюдение требований стандарта во время проведения анализа
5	Регулирование нагрева образца	Соблюдение требований стандарта во время проведения анализа
6	Регулирование температуры приемной камеры	Соблюдение требований стандарта во время проведения анализа

² ГОСТ ISO 3405–2022 «Нефтепродукты. Определение фракционного состава при атмосферном давлении» (Введ. 2023–07–01). – М.: Российский институт стандартизации, 2022.

На рынке представлен ряд моделей полуавтоматических аппаратов для определения фракционного состава нефтепродуктов, в которых одновременно реализуется автоматизация от 1 до 4 из перечисленных узлов [8]. При выполнении анализа на таком оборудовании возникает проблема выбора формул для обработки полученных результатов. Авторами работы предлагается величина, называемая степенью автоматизации, которая учитывает все автоматизированные узлы прибора с учетом их весовых факторов. При величине автоматизации более 0,5 устройство следует относить к автоматическому, а в расчетах использовать формулы, касающиеся автоматического оборудования. Работу с устройствами со степенью автоматизации менее 0,5 следует вести, ориентируясь на требования, предъявляемые к ручному оборудованию.

Степень автоматизации прибора определяется как сумма факторов всех рабочих узлов с учетом их автоматизации, представленная в выражении (1):

$$CA = \sum_i (\alpha_i * n_i), \quad (1)$$

где CA – степень автоматизации прибора, α_i – весовой фактор узла автоматизации, n_i – наличие автоматизации (1 – узел автоматизирован, 0 – узел не автоматизирован).

По своей сути степень автоматизации показывает приближенность полуавтоматической модели к ручной или автоматической.

Определение весовых факторов

Отсутствие большой базы результатов экспериментов, выполненных на автоматизированных приборах, с разными узлами автоматизации не позволяет сформулировать статистически определенные критерии определения степени автоматизации оборудования. В качестве первого подхода авторами статьи был выбран метод парного сравнения критериев. Этот метод применяется для оценки значимости параметров системы относительно друг друга исходя из субъективных параметров важности, что является хорошим инструментом для разработки первичной модели при отсутствии накопленного объема данных [9].

Для определения весовых коэффициентов необходимо ранжировать узлы автоматизации в порядке уменьшения их влияния на результат анализа. Получен следующий ряд по уменьшению влияния узла автоматизации: измерение объема отгона – измерение температуры паров – регулирование нагрева образца – измерение атмосферного давления – регулирование температуры приемной камеры – регулирование температуры конденсатора.

На основании полученного ряда строится квадратная матрица, где в каждой ячейке по шкале от 1 до 9, где 1 – равная предпочтительности, 9 – абсолютная предпочтительность, характеризуется важность критерия в строке относительно критерия в столбце. Полученная матрица представлена на рисунке. При заполнении матрицы необходимо учитывать, что если критерий 1 важнее критерия 2 в N раз, то критерий 2 важнее критерия 1 в 1/N раз.

Измерение объема отгона	1	3	5	7	8	9
Измерение температуры паров	0,33	1	3	5	6	8
Регулирование нагрева образца	0,20	0,33	1	2	4	7
Измерение атмосферного давления	0,14	0,20	0,50	1	3	5
Регулирование температуры приемной камеры	0,13	0,17	0,25	0,33	1	2
Регулирование температуры конденсатора	0,11	0,13	0,14	0,20	0,50	1

Измерение объема отгона
 Измерение температуры паров
 Регулирование нагрева образца
 Измерение атмосферного давления
 Регулирование температуры приемной камеры
 Регулирование температуры конденсатора

Рисунок. Матрица важности критерия

После составления матрицы необходимо определить собственные вектора критериев (C_i) как среднее геометрическое значение коэффициентов для каждого критерия. Весовое значение каждого критерия (α_i) определяется как отношение его собственного вектора (C_i) к сумме векторов всех критериев ($\sum C_i$) [10]. Результаты расчета приведены в табл. 2.

Таблица 2

Результаты определения весовых факторов

Критерий	Собственный вектор C_i	Весовой фактор α_i
Измерение объема отгона	4,43	0,46
Измерение температуры паров	2,49	0,26
Регулирование нагрева образца	1,25	0,13
Измерение атмосферного давления	0,77	0,08
Регулирование температуры приемной камеры	0,36	0,04
Регулирование температуры конденсатора	0,26	0,03
Сумма	9,56	1,00

Подставив значения весовых факторов в уравнение степени автоматизации (1), можно получить его частный вид для аппарата определения фракционного состава нефтепродуктов:

$$CA_{\text{фс}} = 0,46 * n_1 + 0,26 * n_2 + 0,13 * n_3 + 0,08 * n_4 + 0,04 * n_5 + 0,03 * n_6. \quad (2)$$

Примеры использования критерия

Рассмотрим применение уравнения определения степени автоматизации полуавтоматического и автоматизированного оборудования. Для моделей, оснащенных электронными датчиками измерения температуры паров, атмосферного давления и встроенной регулировкой температуры конденсатора уравнение, (2) принимает следующий вид:

$$CA_{\text{фс}} = 0,46 * 0 + 0,26 * 1 + 0,13 * 0 + 0,08 * 1 + 0,04 * 0 + 0,03 * 1 = 0,37. \quad (3)$$

Из уравнения 3 видно, что такая модель полуавтоматического аппарата имеет степень автоматизации менее 0,5, а значит, результаты, полученные при его использовании, рекомендуется обрабатывать по формулам ручного оборудования.

Модель же полуавтоматического прибора, в котором автоматизированы узлы измерения объема отгона, регулирования нагрева образца и регулирования температуры приемной камеры, имеет степень автоматизации, равную 0,63. Результаты, полученные с его использованием, близки к результатам автоматического прибора при соблюдении всех остальных требований, предъявляемых к соответствующему типу оборудования [6, 7].

Заключение

В работе рассмотрена проблема определения прецизионности результатов химических анализов, выполненных на полуавтоматическом и автоматизированном оборудовании. В качестве оперативного решения авторами разработан критерий, определяющий степень автоматизации лабораторного оборудования. Результаты расчета степени автоматизации позволяют отнести результаты, полученные с использованием конкретной модели, к ручным или автоматическим. Для определения весовых факторов, входящих в критерий, использовался метод попарного сравнения, зарекомендовавший себя в случаях отсутствия большого массива экспериментальных данных.

Список литературы

1. ГОСТ ISO/IEC 17025–2019. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. Введ. 2019–06–28. – М.: Стандартиформ, 2021. – 32 с.
2. Калинин С.А., Кудимов С.А., Фролов В.А. Оценка влияния оборудования на реализацию системы управления качеством испытательной лаборатории // Информационно-экономические аспекты стандартизации и технического регулирования. 2023. № 6 (75). С. 39–45.
3. Терещенко А.Г., Пикула Н.П. Внутривлабораторный контроль качества результатов химического анализа. – Томск: Scientific & Technical Translations, 2017. – 266 с.
4. Калинин С.А. Использование средств автоматизации лабораторного оборудования для улучшения системы контроля качества авиационного топлива // Гагаринские чтения 2024: Сборник тезисов докладов 50 Международной молодежной научной конференции, Москва, 9–12 апреля 2024 года. – М.: ООО "Издательство "Перо", 2024. – С. 664–665.
5. ГОСТ 11362–96. Нефтепродукты и смазочные материалы. Число нейтрализации. Метод потенциометрического титрования. Введ. 1996–05–12. – Минск: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 1997. – 17 с.
6. ГОСТ 2177–99. Нефтепродукты. Методы определения фракционного состава. Введ. 1999–05–28. – Минск: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 2000. – 25 с.
7. ГОСТ 6651–2009. Государственная система обеспечения единства измерений. Термопреобразователи сопротивления из платины, меди и никеля. Общие технические требования и методы испытаний. Введ. 2009–11–10. – М.: Стандартиформ, 2011. – 30 с.
8. Лаврентьева О.А., Покатаева Е.Н., Родченкова В.В. «Аналитика Экспо»: парад инноваций // Аналитика. 2021. №3 (11). С. 180–200. doi.org/10.22184/2227-572X.2021.11.3.180.200
9. Спиридонов С.Б., Булатова И.Г., Постников В.М. Анализ подходов к выбору весовых коэффициентов критериев методом парного сравнения критериев // Науковедение. 2017. №6 (9). С. 1–24.
10. Вотяжова Е.М. Разработка программы вычисления весовых коэффициентов критериев на основе относительных весов попарного сравнения прямым методом анализа иерархии // Современные проблемы гуманитарных и естественных наук. 2016. № 1. С. 26–32.

References

1. GOST ISO/IEC 17025–2019. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. (Introduction 2019-06-28). Moscow: Standartinform, 2021, 32 p.
2. Kalinin S.A., Kudimov S.A., Frolov V.A. Assessment of the influence of equipment on the implementation of the quality management system of the testing laboratory. Information and economic aspects of standardization and technical regulation, 2023, no. 6(75), pp. 39–45.
3. Tereshchenko A.G., Pikula N.P. In-laboratory quality control of chemical analysis results. Tomsk: Scientific & Technical Translations, 2017, 266 p.
4. Kalinin S.A. Ispol'zovanie sredstv avtomatizacii laboratornogo oborudovaniya dlya uluchsheniya sistemy kontrolya kachestva aviacionnogo topliva. Gagarinskie chteniya 2024: Sbornik tezisov dokladov 50-0j Mezhdunarodnoj molodezhnoj nauchnoj konferencii, Moskva, 09–12 aprelya 2024. Moscow: ООО "Izdatel'stvo "Pero", 2024, pp. 664–665.
5. GOST 11362-96. Petroleum products and lubricants. The number of neutralization. The method of potentiometric titration. (Introduction 1996-05-12). Minsk: Interstate Council for Standardization, Metrology and Certification, 1997, 17 p.

6. GOST 2177–99. Petroleum products. Methods for determining the fractional composition. (Introduction 1999-05-28). Minsk: Interstate Council for Standardization, Metrology and Certification, 2000, 25 p.
7. GOST 6651–2009. The state system of ensuring the uniformity of measurements. Thermal resistance converters made of platinum, copper and nickel. General technical requirements and test methods. (Introduction 2009-11-10). Moscow: Standartinform, 2011, 30 p.
8. Lavrentieva O.A., Pokataeva E.N., Rodchenkova V.V. "A8nalytics Expo": parade of innovations. Analytics, 2021, no. 3(11), pp. 180–200. <http://doi.org/10.22184/2227-572X.2021.11.3.180.200>
9. Spiridonov S.B., Bulatova I.G., Postnikov V.M. Analysis of approaches to the selection of weight coefficients of criteria by the method of paired comparison of criteria. Naukovedenie, 2017, no. 6(9), pp. 1–24.
10. Votyakova E.M. Development of a program for calculating the weighting coefficients of criteria based on the relative weights of pairwise comparison by the direct method of hierarchy analysis. Modern problems of humanities and natural sciences, 2016, no. 1, pp. 26–32.