

# КОМПЕТЕНТНОСТЬ

2 113/2014

## Идентификация химической продукции

с.23



**4 /** АККРЕДИТАЦИЯ КАК МЕХАНИЗМ РЕАЛИЗАЦИИ ТЕХНИЧЕСКИХ РЕГЛАМЕНТОВ  
ТАМОЖЕННОГО СОЮЗА **28 /** ХОСИН КАНРИ: ОПЫТ ПРИМЕНЕНИЯ  
**39 /** СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ В СИСТЕМЕ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ПРОДУКЦИИ

ISSN 1993-8780



9 771993 878778

## Стандартные образцы в системе контроля качества угольной продукции

Показано, что существующий ассортимент стандартных образцов состава и свойств углей не удовлетворяет потребностям рынка. Обоснована необходимость разработки нормативного документа, устанавливающего общие требования к методам проведения испытаний угольной продукции, регламентирующего порядок применения стандартных образцов при анализе угля

# В

**М.В. Доброхотова**  
аспирант ФГБОУ ВПО МГГУ  
ФГУП «ВНИЦСМВ»,  
Москва, Россия,  
m.dobrohotova@vnicismv.ru

**С.А. Эйштейн**  
заведующий Научно-учебной  
испытательной лабораторией  
ФГБОУ ВПО МГГУ,  
Москва, Россия,  
apshtein@yandex.ru,  
д-р техн. наук, ст. научный  
сотрудник

**Т.Н. Воропаева**  
заместитель генерального  
директора по лабораторным  
работам ОАО «Западно-  
Сибирский испытательный центр»,  
Кемерово, Россия,  
t\_voropaeva@mail.ru

**К.Д. Скобелев**  
ведущий специалист проведения  
межлабораторных сравнительных  
испытаний ООО  
«Центр сертификации  
материалов и веществ»,  
Москва, Россия,  
k.skobelev@ciscenter.ru

### ключевые слова

стандартный образец, угольная продукция, общие требования, методы испытаний, нормативный документ

последние десятилетия в науке произошли глобальные перемены, которые переводят все виды исследований на принципиально новый уровень. Но при этом нельзя забывать, что отличительной особенностью большинства аналитических методов и приборов является условность (относительность) получаемых результатов измерений, поэтому, используя самый «умный» прибор, можно получить недостоверные результаты. Соответственно многократно возрастают требования к калибровке приборов и стандартизации всех этапов лабораторных работ. Они базируются на Федеральных законах № 184-ФЗ «О техническом регулировании» и № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений», стандартах, документах о правилах аккредитации и деятельности аккредитованных испытательных лабораторий, системах менеджмента качества и т.п.

Для калибровки приборов и обеспечения оперативного контроля качества измерения требуется использование соответствующих эталонных мер — стандартных веществ и материалов с известным составом или достоверно установленными характеристиками. Большая их часть сегодня относится к категории стандартных образцов (СО).

Термин «стандартные образцы» начал применяться специалистами в области метрологии и лабораторных исследований в 70–80 годы XX столетия. До настоящего времени между специалистами различного профиля существуют разногласия в его понимании. Например, ряд специалистов-угольщики считают, что неправомерно вводить в название СО угля его марку, если не аттестованы все марочные показатели. Для специалиста-аналитика

или метролога СО — это в первую очередь контрольная мера, в которой с регламентированной точностью установлена и официально утверждена какая-либо характеристика. Наименование образца дается ему разработчиком и носит характер дополнительной информации, позволяющей оперативно определить область его применения с учетом матрицы вещества.

### Стандартные образцы состава и свойств угольной продукции

В России до недавнего времени существовала многоуровневая система классификации стандартных образцов и эталонных мер, сложившаяся еще в 80–90 годы прошлого столетия. Схематично ее можно представить следующим образом:

- ▶ контрольная проба;
- ▶ стандартный образец предприятия (СОП);
- ▶ отраслевой стандартный образец (ОСО);
- ▶ государственный стандартный образец (ГСО);
- ▶ межгосударственный стандартный образец (МСО).

За рубежом в основном используется более простая двухуровневая иерархия стандартных образцов: стандартные материалы (Reference Materials, RM) и сертифицированные стандартные материалы (Certified Reference Materials, CRM). Но и в этом случае нет единства в терминологии и понимании, так как в одних государствах первичным эталоном является CRM, а RM вторичным, а в других — наоборот.

В настоящее время возросла роль международного сотрудничества, для России актуальным является налаживание взаимодействия с широким

### справка

**Институт стандартных образцов и измерений (IRMM)** — один из семи институтов Объединенного исследовательского центра под управлением Европейской комиссии. Это один из крупнейших производителей CRM/RM в мире. Выпускает продукцию под марками BCR, CRM и IRMM, образцы углей — только BCR. К каждому образцу прилагается сертификат. Институтом представлены образцы углей различных стадий метаморфизма, основной упор сделан на содержание серы (шесть из девяти образцов)

**Национальный институт стандартов и технологий (NIST)** — ведущий производитель CRM/RM практически во всех областях. Образцы маркируются, как SRM, с каждым образцом поставляется сертификат, в котором подробно описаны методы тестирования, а также методы, в которых может применяться данный CRM. В каждом сертификате, помимо сертифицированных значений, также даются значения показателей, по которым возможно использование данного образца в качестве RM, а также информационные значения, полученные в ходе исследований. Отсутствующие в данный момент времени образцы могут вновь быть введены в продажу. В NIST делают упор на создание CRM рассеянных элементов в углях различных стадий метаморфизма (3 CRM), а также в угольной золе (3 CRM)

кругом государств и межгосударственных организаций, остро стоит вопрос взаимного признания результатов проводимых испытаний и исследований в различных областях деятельности.

В разные годы разработка государственных стандартных образцов (ГСО) в России проходила с разной активностью как по количеству ГСО, так и по их номенклатуре. В 1960–1970 годы преимущественно изготавливались стандартные образцы сталей и сплавов, а в последующие тридцать лет начало возрастать количество эталонных растворов, СО руд, концентратов и других полезных ископаемых. Среди стандартных образцов преобладали ГСО состава, аттестация свойства проводилась в редких случаях. В настоящее время Реестр активно пополняется стандартными образцами самой разной номенклатуры, возрастает доля ГСО с аттестованными характеристиками свойств. В значительном количестве разрабатываются и утверждаются СО нефтепродуктов и газовых смесей, изготавливаются ГСО различных высокотехнологичных продуктов (вклю-

чая наноматериалы), а также сложных экологических и биологических объектов.

В конце 2012 года количество типов ГСО, содержащихся в Реестре РФ, превысило десять тысяч наименований, но стандартные образцы угля в этих перечнях занимали незначительное место: в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов были зарегистрированы пять СО углей, два СО антрацита, четыре СО состава золы бурого и каменного углей, один СО состава инертной пыли в угольном порошке, три СО бензойной кислоты (для определения теплоты сгорания), один СО карбоната кальция. Проанализировав существующий ассортимент стандартных образцов состава и свойств углей, авторы считают его не удовлетворяющим потребностям рынка ни по количеству, ни по номенклатуре.

Потребителями ГСО угля являются различные предприятия, они пользуются спросом среди лабораторных организаций геологического, горнодобывающего и энергетического про-

Таблица  
**Перечень государственных и межгосударственных стандартных образцов угля, разработанных ОАО «ЗСИЦентр» с 1998-го по 2013 год**

Наименование ГСО	Перечень аттестованных характеристик	Срок действия
ГСО 7458–98 Антрацит Горловского месторождения (ГСОУ-07)	$A^d$ (зольность), $H^{dal}$ (водород общий), $S^d$ (сера общая)	15 лет
ГСО 7459–98 Уголь каменный Ерунаковского разреза (ГСОУ-03)	$A^d$ (зольность), $V^{dal}$ (выход веществ летучих), $H^{dal}$ (водород общий), $S^d$ (сера общая)	Отменен в 2008 году
ГСО 9026–2008 Уголь каменный Ерунаковского разреза (ГСОУ-03)	$A^d$ (зольность), $S^d$ (сера общая)	Отменен в 2013 году
ГСО 8436–2003 Уголь каменный марки ОС (СО-22) СО КООМЕТ 0036–2005–RU	$A^d$ (зольность), $Q_s^{dal}$ (высшая теплота сгорания), $S^d$ (сера общая), $V^{dal}$ (выход веществ летучих)	Отменен в 2013 году
ГСО 8437–2003 Уголь каменный марки Д (СО-23) СО КООМЕТ 0037–2005–RU	$A^d$ (зольность), $S^d$ (сера общая)	До 2018 года
ГСО 9027–2008 Уголь каменный марки Ж (СО-25)	$A^d$ (зольность), $S^d$ (сера общая)	До 2018 года
ГСО 9524–2010 Уголь каменный марки Т (СО-34) СО КООМЕТ 0101–2011–RU	$A^d$ (зольность), $Q_s^{dal}$ (высшая теплота сгорания), $S^d$ (сера общая), $V^{dal}$ (выход веществ летучих), плотность действительная	До 2015 года

филия. География их распространения охватывает не только Российскую Федерацию, их используют ряд организаций ближнего зарубежья (Украина, Казахстан, Монголия). Такие международные организации, как LECO, SGS Восток-Лимитед, InkoLab, также используют в своей практической деятельности ГСО и МСО угля, изготовленные в Западно-Сибирском испытательном центре основном российском производителе стандартных образцов состава и свойств углей (см. таблицу). В перечень аттестованных характеристик ГСО угля, разработанных этим центром, входят зольность, массовая доля серы, высшая теплота сгорания, выход летучих компонентов, массовая доля водорода, плотность действительная.

Крупнейшими мировыми производителями стандартных образцов состава и свойств углей являются Институт стандартных образцов и измерений Бельгии (IRMM); Национальный институт стандартов и технологий США (NIST); Южноафриканское бюро стандартов ЮАР (SABS). В число основных производителей CRM входят также несколько австралийских организаций, в основном специализирующихся на угле и графитах.

Из-за специфики материала, подверженного изменению, а также ряда организационных и экономических трудностей создать СО углей с широким набором аттестованных показателей пока не удалось.

Недостаточное количество и узкая номенклатура имеющихся ГСО затрудняют работу лабораторий, занимающихся оценкой качества угольной продукции. Оптимальным является контрольный образец, близкий по своим характеристикам к анализируемому материалу. Однако в этом случае небольшой список государственных стандартных образцов, пригодных для использования, еще более сужается, а постоянное использование для контроля одного или двух ГСО делает их узнаваемыми для исполнителя анализа и увеличивает риск получения субъективных результатов. Особен-

но актуальна сегодня разработка СО с аттестованными значениями макро- и микроэлементов в угле и золах.

Таким образом в настоящее время сложилась ситуация, при которой имеющиеся зарегистрированные стандартные образцы состава углей и антрацитов не удовлетворяют потребности потребителей, поскольку их ассортимент не отражает всего разнообразия угольной продукции Российской Федерации и других стран Таможенного союза.

### **СО в системе контроля качества угольной продукции. Трудности применения**

Рассмотрим реальное оснащение и потребности в стандартных образцах предприятий угольной промышленности Российской Федерации и стран Таможенного союза.

В мировой практике добычи и переработки угля большое внимание уделяется качеству товарной продукции, ее соответствию запросам потребителей, требованиям охраны окружающей природной среды и нормативной документации. Сравнительный анализ характеристик и подтверждение соответствия являются основным инструментом установления качественных характеристик продукции.

Основными потребителями стандартных образцов состава и свойств угольной продукции являются организации, участвующие в процессе подтверждения соответствия, испытательные лаборатории и ОТК предприятий-производителей продукции, лаборатории и ОТК обогатительных фабрик, лаборатории предприятий-потребителей, осуществляющих входной контроль поступающего сырья и выходной контроль продукции. Кроме того, потребителями СО являются научные и научно-производственные предприятия и учреждения, организации Росстандарта, производители аналитического и испытательного оборудования.

Работы по определению качественных характеристик угольной продукции проводятся в испытательных ла-

### **справка**

#### **Южноафриканское бюро стандартов (SABS) —**

международно признанный производитель CRM, является членом ISO / РЭМКО. Комитет концентрирует внимание на подготовке CRM минералов, руд, а также промежуточных и конечных продуктов, которые производят и экспортируют из ЮАР. Созданные CRM представляют собой угли с сертифицированными значениями основных параметров технического анализа. Представлены образцы с различным соотношением основных компонентов

**справка**

Производителями СО в Российской Федерации являются Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, Институт химии и химической технологии СО РАН, ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», ОАО «Западно-Сибирский испытательный центр»

Каменный уголь, стандартные образцы угленосные отложения

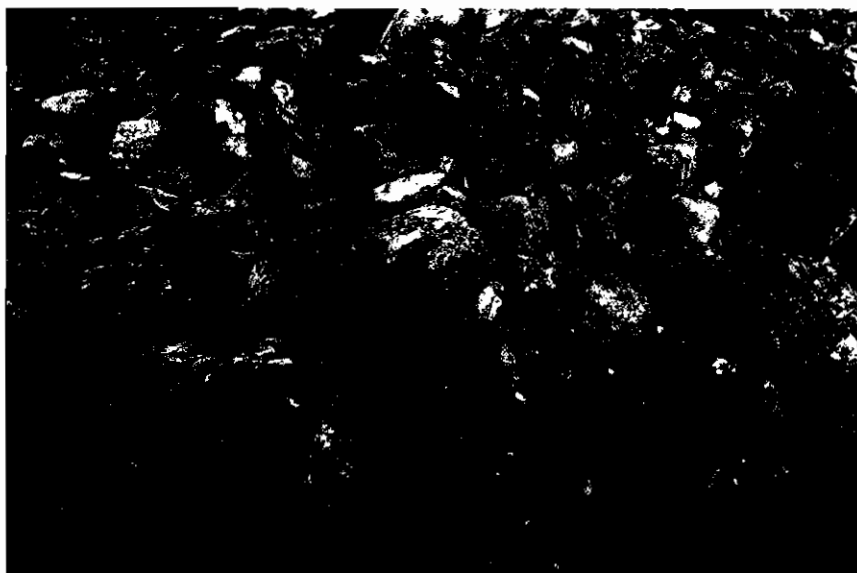
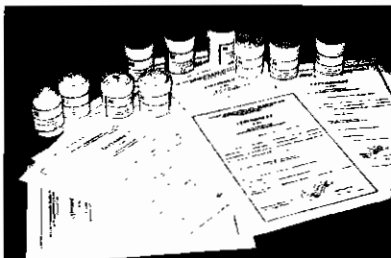
бораториях. Всего в РФ насчитывается около 160 испытательных лабораторий, в область аккредитации которых входит уголь и продукты его переработки.

Аккредитация испытательных лабораторий и проведение инспекционного контроля за их деятельностью осуществляются в соответствии с Постановлением Правительства Российской Федерации № 602 [3]. При аккредитации устанавливается соответствие испытательной лаборатории требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17025 2009 [4]. В соответствии с этим документом стандартные образцы должны использоваться при проведении испытаний и калибровке, а также при контроле достоверности получаемых результатов. Это позволяет полагать, что все аккредитованные испытательные лаборатории, работающие в системе подтверждения соответствия угольной продукции, обеспечены соответствующими СО. Однако данные об ассортименте стандартных образцов, имеющихся в испытательных лабораториях, и о его соответствии выполняемым измерениям отсутствуют. То есть формально лаборатории обеспечены СО, а фактически данные об этом отсутствуют.

Для определения потребности в стандартных образцах необходима

информация о нормативных периодах проверки результатов измерений по СО при внутреннем и внешнем контроле в испытательных лабораториях. Однако существующая нормативная база не описывает порядка определения периодичности проверок в зависимости от типа сырья и его свойств. Некоторые указания на типы измерений, при которых должны (или не должны) применяться стандартные образцы, содержит ГОСТ Р ИСО 5725-6 2002 [5], но без указания периодичности проведения испытаний.

Нормативные документы, регламентирующие общие требования к методам проведения анализов при оценке состава и свойств, разработаны для металлургической продукции, строительных и рудных материалов. Лаборатории, контролирующие химический состав материалов черной металлургии, наиболее полно обеспечены СО. Ведущим производителем СО состава в этой области является Институт стандартных образцов. Систему СО, созданную институтом, можно определить как совокупность взаимосвязанных образцовых мер состава, совместно используемых в аналитических лабораториях для достижения требуемой точности результатов количественного химического анализа



(КХА) материалов черной металлургии.

Одним из направлений деятельности в этой области является разработка и внедрение в практику аналитических лабораторий комплекса методик проведения метрологического контроля на базе применения СО, необходимого и достаточного для обеспечения достоверности результатов измерений.

Нормативные документы, регламентирующие порядок применения стандартных образцов состава и свойств угольной продукции, отсутствуют.

### Заключение

Подводя итоги, необходимо отметить, что широкое практическое внедрение СО в практику работы испытательных лабораторий, работающих в области подтверждения соответствия и управления качеством угольной продукции, в значительной степени ограничивается следующими объективными причинами:

- ▶ отсутствие нормативной базы, регламентирующей общие требования к методам проведения анализов при оценке состава и свойств угольной продукции;
- ▶ отсутствие номенклатуры показателей качества угольной продукции;
- ▶ недостаточный ассортимент СО состава и свойств угольной продукции;
- ▶ отсутствие мониторинга и контроля в области использования зарегистрированных стандартных образцов.

По мнению авторов, необходимо разработать нормативный документ, устанавливающий общие требования к методам проведения анализа состава и свойств угольной продукции. Разработка общих требований к методам анализа угольной продукции должна охватывать весь диапазон методов, используемых для оценки качества и основных потребительских и экологических характеристик, при разработке должны быть учтены рекомендации производителей продукции и испытательных лабораторий. ■

### Список литературы

1. О состоянии работ в области обеспечения единства измерений в РФ. Доклад Правительству РФ по состоянию на 1 06 2012 г.
2. Федеральный закон № 102-ФЗ от 26 06.2008 г. «Об обеспечении единства измерений».
3. Постановление Правительства Российской Федерации от 19 июня 2012 г. № 602 «Об аккредитации органов по сертификации и испытательных лабораторий (центров), выполняющих работы по подтверждению соответствия, аттестации экспертов по аккредитации, а также привлечении и отбору экспертов по аккредитации и технических экспертов для выполнения работ в области аккредитации».
4. ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий
5. ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.
6. ГОСТ Р ИСО 5725-4–2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений.
7. ГОСТ Р ИСО 5725-2–2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений.
8. ГОСТ 27872–88 Метрология. Стандартные образцы. Методика изготовления и аттестации стандартных образцов состава горных пород и минерального сырья.
9. Августевич И.В., Броневец Т.М., Головин Г.С., Сидорук Е.И., Шуляковская Л.В. Стандартные методы испытания углей. Классификация углей — М.: НТК «Трек», 2008
10. Райхцаум А.Г. Химические лаборатории по исследованию углей. — М.: Недра 1971.
11. Кирюков В.В. Методы исследования вещественного состава твердых горючих ископаемых — М.: Недра, 1992.
12. Лончих С.В., Петров Л.Л. Стандартные образцы состава природных средств. — Новосибирск: Наука, 1988.
13. Кузьмин И.М., Плинер Ю.Л. Система стандартных образцов состава материалов черной металлургии // Аналитика и контроль. — 1997. — № 2
14. ISO Guide 30:1992 Terms and definitions used in connection with reference materials.
15. ISO Guide 35:1989. (Under Revision) Certification of reference materials — General and statistical principles.
16. ISO Guide 31:2000 Contents of certificates of reference materials.
17. ISO Guide 34:2000. General requirements for the competence of reference material producers as amended by Technical Corrigendum 1 of 15/11/04.
18. Eurachem Guide: The fitness for Purpose of Analytical Methods — A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics, 1998. Published by LGC UK.
19. Guidelines for the Selection and Use of Reference Materials, ILAC-G9:2005.
20. NIST Publication 260-100 (1993) Standard Reference Materials — Handbook for SRM Users.