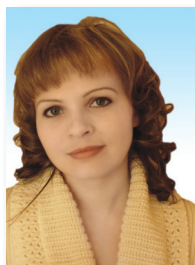


УДК 53.088:531.75:662.62/67



**Л. А. УТКИНА,**  
инж.  
(ГП «Укруглекачество»)



**Е. В. ЕРМАКОВА,**  
инж.,  
(ФГУП «ВНИИМ  
им. Д. И. Менделеева», Россия)



**Е. Н. КОРЧАГИНА,**  
канд. техн. наук  
(ФГУП «ВНИИМ  
им. Д. И. Менделеева», Россия)



**Е. С. ГОВОРОВА,**  
бакалавр  
(ДонНУ)

## Итоги межлабораторных сравнительных испытаний качественных показателей угля\*

Представлена статистическая обработка и оценка результатов межлабораторных сравнительных испытаний качественных показателей угля, проведенных в аналитических лабораториях Украины, России и Казахстана. Приведены фактические данные о различии действующей документации по МСР в Украине и МСИ в России, а также о недостаточном уровне обеспечения системы контроля качества испытаний в лабораториях. Сформулированы предложения по гармонизации национальной документации по МСР и созданию стандартного образца состава и свойств угля.

**Ключевые слова:** компетентность, координатор, межлабораторные сравнения результатов, Программа межлабораторных сравнений, межлабораторная аттестация, z-показатель.

**Контактная информация:** [t.a.motsak@yandex.ru](mailto:t.a.motsak@yandex.ru)

Межлабораторные сравнения результатов испытаний (далее – МСР) и руководящие принципы профессионального тестирования согласно требованиям стандарта [1] – важные инструменты в обеспечении качества результатов испытаний. Около 2000 лабораторий в более чем 80 странах мира в настоящее время принимают участие в МСР. Результаты МСР представляют особый интерес для лабораторий, так как они дают четкую информацию об их профессионализме. Их можно применить для разработки корректирующих мероприятий по повышению стабильности качества испытаний и обеспечению достоверности выполняемых измерений.

Участие в МСР позволяет лабораториям:

- определить способность проводить специальные испытания;
- оценить точность полученных результатов испытаний;
- обеспечить прослеживаемость результатов испытаний по отношению к международным эталонам измерений;
- выявить методические проблемы, определить сильные и слабые стороны деятельности лаборатории;
- сравнить результаты испытаний и статистические параметры с результатами других лабораторий;
- провести обучение, основанное на результатах сравнений;
- продемонстрировать квалифицированные знания конкретного метода испытаний с дальнейшим использованием полученных результатов при

\* В подготовке статьи принимали участие: инженеры А. Н. Чернявский и Т. А. Моцак (ГП «Укруглекачество»), а также доктор техн. наук Ф. В. Недопекин (ДонНУ).

прохождении процедуры аккредитации и инспекционного контроля;

- подтвердить заявленную неопределенность;
- обеспечить дополнительное доверие заказчиков к качеству результатов испытаний, получаемых лабораторией, что особо важно для предприятий, экспортирующих продукцию за рубеж.

Государственное предприятие «Укруглекачество» – координатор проведения МСР измерений по Программе «Уголь. Показатели качества и безопасности» (приказ ГП «Укрметртестстандарт» № 44 от 11 февраля 2005 г., приказ Национального агентства по аккредитации в Украине № 44 от 16 мая 2011 г.). Основная задача – экспериментальная оценка компетентности в соответствии с нормативно-правовым актом [2] и международным стандартом ISO/IEC [3]. Для участия в Программе в течение последних трех лет были приглашены более 100 аттестованных (аккредитованных) лабораторий предприятий, организаций, субъектов предпринимательской деятельности, выполняющих испытания по показателям качества угля. Однако в проведенных восьми раундах по разным причинам приняли участие только 50 лабораторий Украины [4, 5].

Результаты МСР согласно статистическим критериям и сделанным выводам позволяют выявить опасные ситуации, а лабораториям провести предупреждающие действия. Практика показывает, что даже опытные специалисты могут получить результаты, которые отклоняются от нормы. Из мониторинга по проведенным раундам видно, что не все лаборатории стабильно и достоверно проводят измерения. Так, только по итогам семи раундов лаборатории-участницы получили от 10 до 30 % неудовлетворительных результатов измерений (общего количества лабораторий-участниц).

Если результат указывает на необходимость корректирующих действий, лаборатория проводит глубокий анализ полученных отклонений, выявляет причины возникновения несоответствий и принимает корректирующие действия для предупреждения их повторного возникновения. Большая часть таких лабораторий после принятия эффективных корректирующих действий подтверждает компетентность в последующих раундах МСР.

В первом полугодии 2013 г. впервые в Украине по инициативе ГП «Укруглекачество» совместно с ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» (провайдером-координатором проведения межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ) на территории Российской Федерации и в странах СНГ) проведен

международный раунд МСР по определению качественных показателей угля.

Главные цели раунда:

- расширение сегмента лабораторий-участниц в МСР в подтверждении технической компетентности при испытании углей и соответствии критериям аккредитации;
- выявление несоответствий в установленных критериях оценки правильности выполнения измерений в действующих программах МСР;
- установление причин в недостаточном обеспечении системы контроля проведения испытаний в лабораториях.

В международном раунде приняли участие 24 лаборатории, в том числе 20 лабораторий из Украины, одна из Казахстана и три из России.

Результаты измерений лабораторий-участниц статистически обработаны и оценены координатором МСР (Украина) и провайдером МСИ (Россия) по соответствующим национальным документам и представлены в совместном отчете о сравнениях, направленном каждой лаборатории-участнице раунда.

Результаты обработки измерений показателей качества угля, проведенные ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» [6, 7], а также ГП «Укруглекачество» [2], выявили некоторые отличия в критериях оценки правильности выполнения измерений.

Так, в ГП «Укруглекачество» аттестация образца для сравнений проводилась согласно требованиям [2] в соответствии с ДСТУ [8]. Во ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» принятые опорные значения получены на основе ГОСТ [9] как робастные средние значения результатов измерений, представленных участниками межлабораторных сравнительных испытаний.

Согласно принятым нормативным документам Украины независимые результаты измерений зольности  $X_i$ , полученные после предварительного рассмотрения в соответствии с ГОСТ [7, п. 4.9], упорядочивают по возрастанию.

Медиана упорядоченных по возрастанию результатов

$$\bar{X} = \text{med} \{X_i\} = \begin{cases} X_{N/2} + X_{N/2+1}/2 & \text{для четных } N \\ X_{(N+1)/2} & \text{для нечетных } N \end{cases} = 8,91. \quad (1)$$

Медиана упорядоченных по возрастанию и отличных от нуля абсолютных ненулевых отклонений

$$\text{MAD0} = \text{med}\{d0_i\} = 0,09, \quad (2)$$

где  $d0_i = |X_i - \bar{X}|$  – абсолютные отклонения результатов измерений от медианы каждого значения;

Контролируемый показатель	Приписанное значение* и его стандартная неопределенность	
	ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»	ГП «Укруглекачество»
Высшая удельная энергия сгорания, Дж/кг (ккал/кг**)	29421 ± 33 (7027 ± 8)	29370 ± 59 (7015 ± 14)
Зольность, %	8,90 ± 0,03	8,92 ± 0,06
Массовая доля общей серы, %	0,55 ± 0,01	0,53 ± 0,02
Выход летучих веществ, %	35,3 ± 0,1	35,2 ± 0,2

\* Все значения указаны на сухое состояние топлива по ГОСТ 27313. \*\* По требованию заказчика.

$\text{med}\{d0\}$  – вычисляют по формуле, аналогичной уравнению (1).

$$X^* = 8,90, \quad (8)$$

$$S^* = 1,483 \cdot 0,1 \approx 0,15. \quad (9)$$

Критическое отклонение результатов от медианы

$$C_k = 3\text{MAD}0 = 0,27. \quad (3)$$

Учитывая, что все полученные значения абсолютных отклонений меньше  $C_k$ , обработку результатов проводят в соответствии с ГОСТ [7], а в качестве аттестованного значения  $\bar{A}$  принимают среднеарифметическое значение результатов.

Так, аттестованное значение зольности

$$\bar{A} = (1/N) \sum_{i=1}^N X_{(i)} = 8,92, \quad (4)$$

где  $N$  – количество лабораторий-участниц.

Медиана абсолютных ненулевых отклонений

$$\text{MAD}1 = \text{med}\{dl_i\} = 0,088, \quad (5)$$

где  $dl_i = |X_i - \bar{A}|$  – абсолютные отклонения результатов измерений от медианы каждого значения.

Среднеквадратическое отклонение

$$S_{\bar{A}} = 1,48\text{MAD}1 = 0,13. \quad (6)$$

Характеристика погрешности  $\Delta$  межлабораторной аттестации согласно ДСТУ [10] – оценка расширенной неопределенности:

$$U_p = \Delta = t_f S_{\bar{A}} / \sqrt{f+1} = 0,06, \quad (7)$$

где  $t_f$  – квантиль распределения Стьюдента со степенями свободы,  $f = N - 1$ .

Согласно рекомендациям по межгосударственной стандартизации и национальному стандарту Российской Федерации [7] робастное среднее значение, например зольности, полученное по результатам измерений всех лабораторий-участниц, измерявших данный параметр, и робастное стандартное отклонение этих данных обозначено как  $X^*$  и  $S^*$ .

Первоначальное значение для  $X^*$  находят как медиану от  $X_i$ , а  $S^*$  – как медиану от  $|X_i - X^*|$  для данных, расположенных по возрастанию:

Скорректированные значения  $X^*$  и  $S^*$  рассчиты-

вают так:

$$\phi = 1,5 S^* = 0,22. \quad (10)$$

Для каждого  $X_i$  ( $i = 1, 2, \dots, p$ ) вычисляют:

$$X_i^* = \begin{cases} X^* - \phi, & \text{если } X_i < X^* - \phi \\ X^* + \phi, & \text{если } X_i > X^* + \phi \\ X_i & \text{в остальных случаях} \end{cases}. \quad (11)$$

Рассчитывают новые значения  $X^*$  и  $S^*$ :

$$X^* = \sum_{i=1}^p X_i^* / p = 8,9, \quad (12)$$

где  $p$  – количество лабораторий-участниц МСИ,

$$S^* = 1,134 \sqrt{\sum_{i=1}^p (X_i^* - X^*)^2 / (p-1)} = 0,13. \quad (13)$$

Стандартную неопределенность принятых приписанных значений в данном случае оценивают как

$$U_x = 1,25 S^* / \sqrt{p} = 1,25 \cdot 0,13 / \sqrt{24} = 0,03. \quad (14)$$

Аналогично определяют приписанные значения других показателей, за исключением высшей энергии сгорания, которая получена на бомбовом калориметре «ВИМ», входящем в состав Государственного первичного эталона единиц энергии сгорания, удельной энергии сгорания и объемной энергии сгорания (ГЭТ 16–2010). В результате приписанные (опорные или аттестованные) значения образца для контроля точности международного раунда МСР (МСИ), полученные с использованием национальных нормативных документов России и Украины, представлены в табл. 1.

Для оценки качества результатов испытаний в конкретной лаборатории (оценка компетентности лаборатории) в МСР принят  $z$ -показатель

## ОБОГАЩЕНИЕ И КАЧЕСТВО УГЛЯ

Таблица 2

Лаборатории-участницы 8-го раунда МСР	Координатор МСР	Показатели			
		Высшая удельная энергия сгорания	Зольность	Массовая доля общей серы	Выход летучих веществ
<i>Лаборатории, результаты испытаний которых признаны под вопросом (<math>-3 \leq z &lt; -2</math>; <math>2 &lt; z \leq 3</math>)</i>					
Количество лабораторий	ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»	2 (из 21)	0 (из 25)	1 (из 23)	2 (из 24)
	«Укруглекачество»	4 (из 21)	5 (из 24)	3 (из 23)	2 (из 24)
Процент количества ла- бораторий, измерявших данный параметр	ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»	10	0	4	8
	«Укруглекачество»	19	21	13	8
Номера лабораторий	ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»	16, 18	-	01	01, 14
	«Укруглекачество»	04, 16, 18, 19	02, 07, 14, 19, 20	01, 11, 12	08, 14
<i>Лаборатории, результаты испытаний которых признаны неудовлетворительными (<math>3 &lt; z &lt; -3</math>)</i>					
Количество лабораторий	ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»	1 (из 21)	0 (из 25)	0 (из 23)	1 (из 24)
	«Укруглекачество»	1 (из 21)	0 (из 24)	0 (из 23)	1 (из 24)
Процент количества ла- бораторий, измерявших данный параметр	ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»	5	0	0	4
	«Укруглекачество»	5	0	0	4
Номера лабораторий	ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»	14	-	-	08
	«Укруглекачество»	14	-	-	01

$$z = c - C^* / s^* \quad (15)$$

где  $c$  – значение измеряемой величины, полученное в лаборатории;

$C^*$  – приписанное значение измеряемой величины;

$s^*$  – стандартное отклонение оценки компетентности [2].

При этом в Программе МСР Украины  $z$ -показатель характеризует качество измерений данного параметра в соответствии со следующими критерияльными результатами:  $|z| \leq 2$  – удовлетворительный;  $2 < |z| < 3$  – под вопросом;  $|z| \geq 3$  – неудовлетворительный.

В Программе МСР России интерпретацию  $z$ -индексов проводили в соответствии с Рекомендациями [6], согласно которым сомнительные результаты (под вопросом) имеют границы  $2 < |z| \leq 3$ , а неудовлетворительные –  $|z| > 3$ , которые отличаются от критериев Программы МСР Украины.

Применение разных методов статистической обработки результатов для получения опорного

(приписанного) значения контролируемых показателей и отличие в интерпретации  $z$ -показателей приводят к разным выводам о качестве измерений всех параметров.

Провайдер или координатор рассчитывает  $z$ -показатель по каждому показателю, предусмотренному Программой. Графики дают возможность каждой лаборатории-участнице видеть, где расположены результаты своей лаборатории по отношению к результатам других участников. Если  $z$ -показатель характеризует полученные результаты как неудовлетворительные, это указывает на низкое качество проведения испытаний и требует корректирующих мероприятий.

Обобщенные выводы, сделанные по итогам статистической обработки результатов, которые признаны сомнительными (под вопросом) и неудовлетворительными, приведены в табл. 2. Отметим, что лабораторий, результаты испытаний которых признаны сомнительными по украинской Программе



ме больше, чем по российской. Так, при проведении испытаний по показателям высшей удельной энергии сгорания 19 % лабораторий получили оценку под вопросом (отчет ГП «Укруглекачество») против 10 % (отчет ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), зольности – соответственно 21 % против 0 %, массовой доли общей серы – 13 % против 4 %.

Одна из причин получения в лабораториях недостоверных результатов измерений – недостаточный уровень обеспечения системы контроля качества испытаний, в том числе отсутствие стандартных образцов углей или других органических соединений. Использование стандартных образцов состава и свойств угля в испытательных лабораториях проблематично, так как государственных стандартных образцов в Украине нет, а приобрести зарубежные дорого.

Было бы целесообразным ГП «Укруглекачество» совместно с ННЦ «Институт метрологии» рассмотреть вопрос о создании в Украине государственного стандартного образца состава и свойств угля.

**Выводы.** Участие лабораторий, которые проводят измерения показателей качества и безопасности угля в предложенных координаторами национальной и межгосударственной программа МСИ, способствует обеспечению точности измерений.

Чтобы улучшить единство измерений и повысить достоверность результатов МСП требуется гармонизация действующей нормативной документации на межгосударственном уровне, а также создание стандартных образцов состава и свойств угля для совершенной системы контроля качества проведенных измерений в каждой лаборатории.

### ЛИТЕРАТУРА

1. *Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій: ДСТУ ISO/IEC 17025:2006.* – (Чинний від 2007-07-01). – К.: Держспоживстандарт України, 2008. – 26 с. – (Національний стандарт України).
2. *Інструкція про порядок перевірки точності результатів вимірювань у вимірювальних лабораторіях.* – Офіц. вид. – К.: Держспоживстандарт України, 2005. – 13 с.
3. *Conformity assessment – General requirements for proficiency testing: ISO/IEC 17043:2010.* (Prepared by the ISO Committee on conformity assessment (CASCO), approved by both organizations ISO and IEC (cancels and replaces ISO/IEC Guide 43-1:1997 and ISO/IEC Guide 43-2:1997). – 39 p.
4. *Гарковенко Е. Е. Результаты контроля точности лабораторных измерений показателей качества угля / Е. Е. Гарковенко, Т. А. Моцак, Л. Г. Сатановская, Л. А. Уткина // Уголь Украины.* – 2011. – № 10. – С. 52 – 54.
5. *Гарковенко Є. Є. Щодо організації і проведення міжлабораторних порівнянь результатів вимірювань / Є. Є. Гарковенко, Т. О. Моцак, С. А. Ткачик // Метрологія та вимірювальна техніка. Метрологія-2008: матеріали 6-ї міжнарод. наук.-техн. конф., Харків, 14 – 16 жовт. 2008 – Харків, 2008. – 48 с.*
6. *Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Проверка квалификации испытательных (измерительных) лабораторий, осуществляющих испытания веществ, материалов и объектов окружающей среды (по составу и физико-химическим свойствам), посредством межлабораторных сравнительных испытаний: РМГ 103-2010.* Принят Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 ноября 2010 г. № 38), дата введения 2012-01-01. – М.: Стандартинформ, 2011. – 42 с.
7. *Применение при экспериментальной проверке компетентности посредством межлабораторных сравнительных испытаний. Статистические методы: ГОСТ Р ИСО 13528-2010.* – (Введен 2011-12-01). – М.: Федеральное агентство по техн. регулированию и метрологии, 2010. – 54 с.
8. *Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ: ДСТУ ГОСТ 8.532:2003.* – (Введен 2003-07-01). – К.: Госпотребстандарт Украины, 2003. – 16 с. – (Національний стандарт України).
9. *Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювань: ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-2005.* – (Чинний від 2006-07-01). – К.: Держспоживстандарт України, 2006. – 6 ч. – 36 с.
10. *Применение Руководства по выражению неопределенности измерений: ДСТУ-Н РМГ 43-2006.* – (Введен 2007-07-01). – К.: Госпотребстандарт Украины, 2007. – 28 с. – (Національний стандарт України).