

**Е.Е. ГАРКОВЕНКО**, д-р техн. наук  
(Украина, Донецк, Донецкий национальный технический университет),  
**Т.А. МОЦАК**,  
**Л.А. САТАНОВСКАЯ**,  
**Л.А. УТКИНА**  
(Украина, Донецк, ГП "Укруглекачество")

## **РЕЗУЛЬТАТЫ КОНТРОЛЯ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ ЛАБОРАТОРИЯМИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА УГЛЯ**

*Проблема и ее связь с научными и практическими задачами.* Контроль качества продукции является одной из важных и необходимых составляющих формирования рыночных отношений в сфере горнодобывающей и обогатительной отрасли. Между поставщиками и потребителями при взаимных расчетах возникают споры, которые могут быть разрешены путем проведения совместных опробований и анализов. При проведении опробования и выполнении физико-химических анализов угля и продуктов его переработки предприятия пользуются одними и теми же стандартами. Однако, выполнение этих анализов разными углехимическими лабораториями часто приводит к различным результатам. В связи с этим проблема проведения межлабораторных испытаний остается актуальной на данном этапе развития техники и технологии.

*Анализ исследований и публикаций.* Разработанные в последние годы стандарты (ДСТУ) на различные виды работ, связанных с определением качественных показателей рядовых углей и концентратов, являются вполне доступными документами и основываются на таких же подходах, как и разработанные в СССР. На каждом предприятии эти документы имеются в наличии. Но при выполнении регламентированных работ приходится учитывать и так называемый человеческий фактор, т.к. сотрудники лабораторий отличаются по квалификации, работы выполняются на разном оборудовании. В связи с этим участие измерительных лабораторий в программах межлабораторных сравнений результатов измерений (МСР) способствует повышению точности их работы. К сожалению, на Украине этот эффективный инструмент обеспечения достоверности измерений, например, при определении показателей качества угля, не практикуется ни измерительными лабораториями, ни органами их аттестации.

*Постановка задачи.* Целью данной работы является доведение до сведения инженерно-технических работников углеобогатительной отрасли результатов контроля точности измерения показателей качества угля различными лабораториями.

*Изложение материала и результаты.* Результаты метрологического контроля деятельности лабораторий топливно-энергетического комплекса (ТЭК), которые определяют показатели качества топлива, осуществляемого третьей стороной, существенно влияют на взаимоотношения между поставщиками и потребителями продукции.

## **Випробування та контроль**

В соответствии с международными стандартами одним из основных критериев оценки технической компетенции лабораторий является их участие в программах межлабораторных сравнений результатов измерений. Выводы, сделанные на основании анализа результатов проведенных раундов МСР [1], указывают на необходимость усиления контроля над измерением параметров качества топлива всеми участниками рынка. Для этого необходимо обязательно применять такие виды контроля как внутренний лабораторный контроль, использование стандартных образцов, регулярное участие в раундах МСР [1, 2]. Это даст возможность объективно оценивать уровень и стабильность качества измерений (испытаний) и подтвердить техническую компетентность лабораторий независимой организацией.

Государственное предприятие "Укруглекачество" – базовая организация метрологической службы Минуглепрома Украины, является координатором в Украине программ межлабораторных сравнительных результатов измерений (МСР) показателей качества и безопасности угля и продуктов его переработки.

В 2010г. были реализованы первый и второй раунды программы МСР "Уголь. Показатели качества и безопасности" (далее Программа). Для участия в данной программе МСР были приглашены более 30 аттестованных (аккредитованных) лабораторий предприятий, организаций, субъектов предпринимательской деятельности независимо от форм собственности, выполняющих испытания по показателям качества угля. Приняли участие в раундах только 19 лабораторий, перечень которых приведен в табл. 1.

*Таблица 1*

Принадлежность лаборатории	Место расположения
ГП "Донецкая угольная энергетическая компания"	г. Донецк
ГП "Дзержинскуголь"	г. Дзержинск
ГП "Селидовуголь", углехимическая лаборатория №3	г. Селидово
ГП "Селидовуголь", углехимическая лаборатория №4	г. Селидово
ГП "Торезантрацит"	г. Торез
ГП "Артемуголь"	г. Горловка
ГП "Макевуголь"	г. Макеевка
ГП "Волыньуголь"	г. Нововольнск
ООО "Качество Плюс"	г. Донецк
Центральная лаборатория ДРГП "Донецкгеология"	г. Артемовск
ГП "Красноармейскуголь"	г. Димитров
ОАО "Днепроэнерго", 4 лаборатории	г. Запорожье
Старобешевская ТЭС	пгт. Новый Свет
Луганская ТЭС	г. Счастье
Кураховская ТЭС	г. Курахово
ш. Белозерская	г. Белозерск

Остальные предприятия отказались принять участие, мотивируя отказ различными причинами.

В соответствии с Программой лабораториям-участницам предлагалось определить следующие показатели разделенного образца угля: влага аналитической пробы, зольность, общая сера, выход летучих веществ. Согласно

## **Випробування та контроль**

действующим нормативным документам, в соответствии с которыми выполнялись измерения, допускаемые расхождения между результатами двух определений не должны превышать указанных значений. Перечень документов и допустимые расхождения представлены в табл. 2.

*Таблица 2*

Показатель	Нормативный документ	Максимально допустимые расхождения между результатами	
		повторяемость (сходимость), г, %	воспроизводимость, R, %
Зольность	ГОСТ 11022 (ИСО 1171) – "Топливо твердое минеральное. Методы определения зольности"	0,5	0,76
Выход летучих веществ	ГОСТ 6382 (ИСО 562) – "Топливо твердое минеральное. Методы определения выхода летучих веществ"	0,3	0,5
Массовая доля общей серы	ГОСТ 8606 (ИСО 334) – "Топливо твердое минеральное. Определение общей серы. Метод Эшка"	0,5	0,10
Аналитическая влага	ГОСТ 27314 (ИСО 589) – "Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги"	0,2	–

При этом приняты следующие понятия. Повторяемость (сходимость) – это результаты двух параллельных измерений, выполненных в одной лаборатории-участницы МСР. Воспроизводимость – это результаты измерений в двух различных лабораториях, т.е. в данном случае результаты лаборатории-участницы и данные, представленные в тестовом материале координатора Программы.

При переходе от пределов повторяемости  $r$  и воспроизводимости  $R$ , указанным в табл. 2, к соответствующим стандартным отклонениям используются известные соотношения [3;4]:

$$R = 2,77 \sigma_R \approx 2,8 \sigma_R; \quad r = 2,77 \sigma_r \approx 2,8 \sigma_r, \quad (1)$$

$$\sigma_R = S_R, \quad \sigma_r = S_r. \quad (2)$$

Здесь  $S_R$  и  $S_r$  – абсолютные стандартные величины пределов повторяемости и воспроизводимости.

Результаты расчетов стандартных отклонений повторяемости (сходимости) и воспроизводимости приведены в табл. 3.

Для сохранения конфиденциальности информации о результатах измерений, представленных лабораториями-участницами, каждая лаборатория получила свой идентификационный номер. Условные коды (номера) для лабораторий-участниц программы МСР присвоены согласно распоряжению начальника испытательного центра ГП "Укруглекачество" (далее ИЦ). Конфиденциальность соблюдена согласно действующей в ГП "Укруглекачество" процедуре системы управления "Порядок обеспечения конфиденциальной информации".

**Збагачення корисних копалин, 2011. – Вип. 45(86)**

Показатель, %	Стандартное отклонение	
	повторяемости (сходимости) $S_r$	воспроизводимости $S_R$
Зольность	0,18	0,27
Выход летучих веществ	0,11	0,18
Массовая доля общей серы	0,02	0,04

При определении зольности, массовой доли общей серы и выхода летучих веществ в каждой лаборатории получены два результата измерений  $c_1$  и  $c_2$  в условиях повторяемости (сходимости). Проверялась совместимость результатов повторных измерений в условиях повторяемости (сходимости) метода, для чего вычислялись расхождения  $d$  между полученными результатами  $c_1$  и  $c_2$  по формуле:

$$d = |c_1 - c_2|. \quad (3)$$

Абсолютное расхождение между ними сравнивалось с пределом повторяемости  $r$ , регламентированным нормативными документами (табл. 3). Оба результата признавались приемлемыми при выполнении условия  $d \leq r$ .

За окончательный результат измерений зольности, массовой доли общей серы и выхода летучих веществ все лаборатории принимали среднее арифметическое значение результатов двух измерений. Для всех участников расхождение между результатами двух измерений для всех участников не превышало установленных пределов.

В качестве критерия удовлетворенности результатов измерений в лабораториях-участницах программы МСР был принят  $z$ -показатель, который определялся из выражения:

$$Z = (c - C^*) / s^*. \quad (4)$$

Здесь  $c$  – значение показателя, полученное в лаборатории,  $c = d$ ;  $C^*$  – аттестованное значение показателя в тестовом материале;  $s^*$  – стандартное отклонение воспроизводимости,  $s^* = S_R$ .

При этом приняты следующие оценки результатов:  $|Z| \leq 2$  – результат удовлетворительный;  $2 < |Z| < 3$  – результат сомнительный;  $|Z| \geq 3$  – результат неудовлетворительный.

Результаты измерений лабораторий–участниц МСР представлены в табл. 4. Анализ результатов измерений показал, что большинство лабораторий продемонстрировали удовлетворительные результаты измерений на предложенном координатором образце.

Лаборатории	Оценка результатов измерений по показателям		
	удовлетворительные $ Z  \leq 2$	сомнительные $2 <  Z  < 3$	неудовлетворительные $ Z  \geq 3$
	зольность; массовая доля общей серы; выход летучих веществ		
Количество	18 (19*); 9 (18); 6 (19)	1(19); 5(18); 6(19)	0(19); 4(18); 7(19)
%	95; 50; 32	5; 28; 32	0; 22; 37

\* – в скобках показано общее число лабораторий, принимавших участие в испытаниях

Таким образом, установлено, что при измерении зольности результаты всех лабораторий являются удовлетворительными, сомнительный результат получен только в одном случае. При измерении выхода летучих веществ семь лабораторий-участниц МСР (37%), по массовой доле общей серы – четыре лаборатории (22%) продемонстрировали неудовлетворительные результаты. Данным лабораториям необходимо проанализировать условия выполнения измерений, исследовать причины появления неприемлемых результатов и разработать корректирующие мероприятия по их устранению.

### *Выводы*

1. Результаты измерений, выполненные аттестованными лабораториями, принявшими участие в МСР, оценены третьей стороной в части их технической компетентности в межаттестационный период. Лаборатории, получившие сомнительный или неудовлетворительный результат, могут разработать корректирующие мероприятия по улучшению стабильности качества испытаний и обеспечения достоверности выполняемых измерений.

2. В настоящее время не все аттестованные лаборатории подтверждают точность своих измерений путем участия в МСР.

### **Список литературы**

1. Інструкція про порядок перевірки точності результатів вимірювань у вимірювальних лабораторіях" (затв. приказом Держспоживстандарта України №99 від 12.08.99, зареєстрована у Министерстве юстиции Украины № 833/4126 от 02.12.1999).

2. Гарковенко Е.Е., Моцак Т.А., Ткачик С.А. Межлабораторные сравнения результатов измерений – организация и проведение // Метрологія та прилади. – 2008. – №6.-С. 44-47.

3. ISO/TS 21748:2004 "Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation".

4. ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-2005 "Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений" в 6 частях.

5. Корчагина Е.Н., Тарасов С.В., Юшкевич В.Ф. О межлабораторных сравнительных испытаниях различных образцов углей // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2006. – №4, т. 72. – С. 62-69.

6. Кисунько В.З., Моцак Т.А. Валидация методов и межлабораторные сравнения результатов испытаний по ДСТУ ISO/IEC 17025 // Производственная лаборатория. – 2008. – № 1(16), С.22-23, №2(17), С.20-21.

© Гарковенко Е.Е., Моцак Т.А., Сатановская Л.А., Уткина Л.А., 2011

*Надійшла до редколегії 05.04.2011 р.*

*Рекомендовано до публікації д.т.н. О.І. Назимко*