

www.ria-stk.ru/mos

Контроль Качества Продукции



МЕЖДУНАРОДНЫЙ ЖУРНАЛ
ДЛЯ ПРОИЗВОДИТЕЛЕЙ ПРОДУКЦИИ И ЭКСПЕРТОВ ПО КАЧЕСТВУ

03/2023

BAK • PИHЦ • DOI 10.35400

**РОСАККРЕДИТАЦИЯ
СЕГОДНЯ**

Итоги деятельности ФСА
за 2021-2022 гг.

ИНДЕКС КАЧЕСТВА

Качество методик
и контроль качества

ОБРАТНАЯ СВЯЗЬ

Ответы ЕЭК
и Минпромторга России



ОЦЕНКА СООТВЕТСТВИЯ В НЕФТЕГАЗОВОЙ ОТРАСЛИ





ГЛАВНАЯ ТЕМА

ОЦЕНКА СООТВЕТСТВИЯ В НЕФТЕГАЗОВОЙ ОТРАСЛИ

БАК

Журнал «Контроль качества продукции»
включен в перечень рецензируемых
изданий.

Содержание

Contents

Слово главного редактора | 01 | Chief editor says

Новости | 06 | News

Росаккредитация сегодня

Rosaccreditation today

Итоги деятельности Федеральной службы
по аккредитации за 2021–2022 гг. | 08 | Results of the activities of the Federal
Accreditation Service for 2021–2022.

Индекс качества

Quality Index

П.А. Никаноров | 12 | P.A. Nikanorov
Применение инструментов
стандартизации при оценке
соответствия в нефтяной и газовой
промышленности  Applying standardization tools
to conformity assessment in the oil
and gas industry

А.Б. Копыльцова, Б.П. Тарасов,
Ю.А. Копыльцов | 16 | A.B. Kopiltsova, B.P. Tarasov,
Yu.A. Kopiltsov
Качество методик и контроль качества.
Часть 1. Досадные ошибки  Quality of standards and quality control.
Part 1. Annoying mistakes

К.Д. Скобелев, Д.М. Кокурина,
Д.А. Загорская | 21 | K.D. Skobelev, D.M. Kokurina,
D.A. Zagorskaya
Специфика проведения программ
проверки квалификации на газовых
смесях  Specifics of conducting proficiency
testing programs for gas mixtures

Контроль и надзор

Control and supervision

Р.К. Кучаков, Д.А. Скугаревский | 26 | R.K. Kuchakov, D.A. Skugarevsky
Контроль и надзор в 2022 году:
за пределами нормы. Часть 2

Обратная связь

Feedback

Ответы ЕЭК и Минпромторга России
на запрос редакции | 32 | Responses of the EEC and the Ministry
of Industry and Trade of Russia
to the editorial Board's request

Содержание

Contents

Оценка соответствия

Conformity assessment

В.И. Полегонько
Оценка соответствия в области пожарной безопасности. Результаты ошибочных решений и пути их исправления

34

V.I. Polegon'ko
Conformity assessment in fire safety. The results of erroneous decisions and ways to correct them

Н.Г. Оганян, В.И. Добровольский, А.А. Семенова, Т.В. Васильева
Метрологические аспекты при оценке соответствия мясной продукции установленным требованиям

38

N.G. Oganyan, V.I. Dobrovolskiy, A.A. Semenova, T.V. Vasilyeva
Metrological aspects in conformity assessment of meat products with the established requirements

Исследования, измерения, испытания

Research, measurement, testing

В.А. Иванов
Контроль качества ремонтных компози- тов с керамическими наполнителями

44

V.A. Ivanov
Quality control of repair composites with ceramic fillers

А.В. Сорокин
Контроль безопасности растительного сырья при применении глифосата на стадии выращивания

49

A.V. Sorokin
Monitoring the safety of plant raw materials when using glyphosate at the growing stage

Научные изыскания и разработки

Scientific research and development

А.А. Бегунов
Метрологические основы пробоотбора при выборочном контроле качества продукции. Часть 1

55

A.A. Begunov
Metrological bases of sampling during selective production quality control. Part 1

Коллизии качества

Quality collisions

А.В. Попов
Коллизии в сфере законодательной метрологии Беларуси

60

A.V. Popov
Conflicts in the field of legal metrology of Belarus

КаКаПО

KaKaPO

Количество не всегда означает качество

64

Quantity does not always mean quality



УДК 533.27

Читайте и узнаете:

- с какими главными факторами риска связаны межлабораторные сравнительные испытания на газовых смесях;
- почему программа ПК по показателям компонентного состава сжиженного углеводородного газа проводится только по последовательной схеме;
- о пути решения проблемы, возникающей при статистической обработке данных МСИ с небольшим количеством участников.

Ключевые слова:

проверка квалификации, межлабораторные сравнительные испытания, образцы для контроля, государственные стандартные образцы, газовые смеси, статистическая обработка результатов

Специфика проведения программ проверки квалификации на газовых смесях

К.Д. Скобелев, аспирант кафедры метрологии и стандартизации Российского технологического университета МИРЭА

Д.М. Кокурина, магистрант Института экологии Российского университета дружбы народов, специалист по качеству ООО «Авентин»

Д.А. Загорская, ведущий эксперт ООО «Авентин»

В статье рассматриваются основные проблемы организации и проведения программ проверки квалификации в нефтегазовой отрасли. Описаны две схемы межлабораторных сравнительных испытаний и риски, связанные с выбором каждой из них. Сравниваются результаты испытаний газовых смесей, проведенных по обеим схемам.

Согласно ГОСТ ISO/IEC 17043–2013¹ межлабораторные сравнительные испытания (МСИ) — это способ проверки квалификации (ПК) испытательной лаборатории (ИЛ). В его рамках один или более образцов для контроля (ОК) рассылаются в несколько лабораторий-участниц. Полученные результаты подвергаются статистической обработке, по итогам которой качество работы лаборатории оценивается провайдером,

несущим ответственность за разработку и выполнение программы ПК.

Проверки квалификации по различным объектам испытаний и определяемым показателям посредством МСИ организуют в своих дочерних предприятиях как крупные холдинги (Росавтодор, ПАО «НК «Роснефть», ООО «СИБУР Холдинг», ПАО «Газпром нефть» и др.), так и независимые лаборатории/центры и предприятия, часть которых относится к субъектам

малого и среднего бизнеса, в целях оперативного контроля (мониторинга) целевых значений показателей качества.

Каждый объект испытаний придает программе свою специфику. Например, биологические жидкости требуют особых условий транспортировки [1] и оперативности, а для каучуков и резиновых смесей строго регламентированы конкретный день и время проведения испытаний.

При работе над программой провайдер организует подготовку сырья и материалов, используемых в качестве образцов для контроля, проводит их аттестацию и обеспечивает однородность, транспортировку участникам, осуществляет подготовку заключительных документов, предоставляемых участникам программы по результатам статистической обработки полученных результатов испытаний.

Для провайдера одним из ключевых этапов МСИ является орга-

¹ ГОСТ ISO/IEC 17043–2013 «Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации» Приказом Росстандарта от 22.11.2013 г. № 1941-ст введен в действие в качестве национального стандарта с 01.03.2015 г.

низация доставки участникам образцов для контроля. Рассылка образцов и непосредственное проведение испытаний реализуются в соответствии со схемой программы. Наибольшее распространение получили параллельная и последовательная схемы.

деляться участниками программ только последовательно в связи с фактором нестабильности смеси при распределении по разным баллонам. Стоит учитывать сложности и просчитывать риски, с которыми реализация каждой схемы в данном случае будет сопряжена.

Последовательная схема ПК часто используется тогда, когда в качестве ОК выступают газовые смеси в многоразовых баллонах, имеющих установленное давление и объем (баллоны постоянного давления поршневого типа)

- В последовательной схеме ОК отправляются поочередно от одного участника к другому. Такая схема часто используется тогда, когда в качестве ОК выступает газ — газовые смеси, распределенные в многоразовые баллоны, имеющие установленное давление и объем (баллоны постоянного давления поршневого типа).

- В параллельной схеме ОК рассылаются одновременно всем участникам, каждому в отдельности. В нефтегазовой промышленности такая схема применяется в программах, где объектами испытаний являются нефть, различные масла, топлива и прочие продукты переработки нефти, находящиеся в твердом или жидком состоянии.

Следует принять во внимание, что программы МСИ, в ходе которых исследуются показатели компонентного состава горючего природного газа, могут проводиться по обеим схемам, в то время как показатели компонентного состава сжиженного углеводородного газа должны опре-

Последовательная схема МСИ

В последовательной схеме проведения МСИ один баллон с газовой смесью, а также калибровочный баллон, предназначенный для настройки хроматографа перед проведением испытаний, отправляются всем участникам по очереди. В зависимости от объема первого баллона и количества газовой смеси в нем его содержимого хватит для проведения испытаний 2–7 участникам, однако в среднем на практике максимальное их количество — 5–6. Если участие в раунде МСИ принимает большое количество ИЛ, целесообразно использовать несколько пар баллонов, рассылаемых по заранее просчитанным оптимальным маршрутам. Сохранение принципа последовательности (например, три пары баллонов для 15 лабораторий) ограничит срок доставки ОК участникам и в целом затраты времени на проведение программы.

Проведение ПК по последовательной схеме сопряжено с трудностями в логистике и риском неправильного/некорректного обращения с баллонами.

Газовые смеси относятся ко второму классу опасности в соответствии с ГОСТ 19433–88², и для их перевозки установлены специальные правила. В связи с этим их доставка участникам может быть проблематичной и дорогостоящей, поскольку не все логистические организации имеют ресурсы для осуществления безопасной перевозки данных объектов. Кроме того, часто лаборатории-участницы могут находиться в труднодоступных для транспортных компаний местах, например на территории месторождений, что существенно усложняет процесс доставки и увеличивает ее время.

Использование ИЛ слишком большого объема газовой смеси и нарушение инструкции по проведению испытаний может привести к нехватке ОК для следующих участников программы. Подобного рода ошибки бывают связаны с некорректной работой измерительного оборудования или недостаточной квалификацией персонала, однако они накладывают высокую материальную нагрузку на провайдера, вынужденного менять ОК или маршруты их транспортировки.

Немаловажным фактором также является ограниченное время, которое отводится на проведение испытаний, что в некоторых случаях увеличивает риск ошибок, допускаемых участником в процессе испытаний и представления результатов провайдеру.

² ГОСТ 19433–88 «Грузы опасные. Классификация и маркировка» (с Изменением № 1) введен в действие Постановлением Госстандарта СССР от 19.08.1988 г. № 2957.

Кроме того, стоит учитывать, что на этапе статистической обработки данных сравнение результатов внутри групп может быть проблематичным из-за небольшого числа участников (ГОСТ ISO/IEC 17043–2013), использующих один ОК (установленный набор ОК), однако данная проблема решается в случае использования стандартных образцов утвержденного типа (ГСО) с установленными производителем аттестованными значениями характеристик газовой смеси.

Параллельная схема МСИ

В параллельной схеме исключается фактор длительности проведения программы, поскольку участники не зависят друг от друга и проводят испытания примерно в одно и то же время, в связи с чем очевидными преимуществами такой схемы являются более сжатые сроки и повышение стабильности образцов.

Тем не менее проведение МСИ по параллельной схеме также связано с определенными факторами риска, такими как высокие затраты на подготовку газовой смеси и баллонов для участников (в частности, в случае необходимости отправки каждому дополнительного образца для проведения калибровки), а также на доставку баллонов в удаленные регионы РФ.

Для обеих схем существуют также и общие риски:

- ошибки и неточности при представлении результатов (например, неверное указание нормативного документа, методики, неуказание конкретной модели оборудования, на котором проводились испытания, некор-

ректное округление и т. п.), которые создают дополнительные трудности и задержки в статистической обработке результатов;

- использование разных методик для определения метод-зависимых характеристик, что усложняет или даже делает невозможной статистическую обработку результатов;

- в некоторых случаях аттестованные значения характеристик могут кардинально отличаться

Сравнение схем проведения программ проверки квалификации

Для наглядности рассмотрим примеры из практики ООО «Авентин».

В 2022 г. данным провайдером МСИ были проведены два раунда программы по природному горючему газу, в рамках которых в качестве ОК были использованы стандартные образцы утвержденного типа.

Параллельная схема, по которой образцы для контроля рассылаются одновременно всем участникам проверки квалификации, применяется в программах, где испытываются нефть и продукты ее переработки

от результатов лабораторий, и в подобных ситуациях статистическая оценка проводится без опоры на результаты аттестации образцов.

Наиболее экономически значимой для провайдера проблемой при реализации последовательной схемы испытаний на газах является то, что одна или несколько лабораторий в цепочке поставок ОК может допустить ошибки в испытаниях и потратить слишком много газа. При неаккуратной транспортировке баллонов либо нарушении правил их использования конкретным участником программы возможна также утечка газа. В том случае, если лаборатории (лабораториям) не хватит оставшегося газа для проведения испытаний, требуется изготовление и отправка дополнительного баллона, что существенно увеличивает расходы на организацию программы.

Одна из программ проводилась последовательно. Было разработано четыре маршрута доставки образцов 15 ИЛ, объединенным в группы по 3–4. Для каждого маршрута готовилось два баллона с газовой смесью — ОК и образец для калибровки. Планировалось, что все четыре выборки результатов будут приблизительно одинаковыми, однако в процессе доставки образцов и проведения испытаний некоторые маршруты были изменены в связи с возникновением факторов, описанных выше. Таким образом, в данной программе максимальная выборка содержимого одного баллона для испытаний осуществлялась пятью участниками, а минимальная — всего двумя. Срок проведения данного раунда программы с момента отправки образцов до выдачи заключительных документов участникам составил около пяти месяцев, из которых более трех было потрачено на транспортировку образцов.

Индекс качества

Аналогичная программа, но по параллельной схеме, проводилась для восьми участников. ОК доставлялись им в аэрозольных баллонах с количеством газовой смеси, рассчитанным строго на одну лабораторию, а именно — на проведение двух параллельных испытаний в условиях повторяемости и расчет среднего значения. Продолжительность данного раунда программы от отправки образцов до выдачи заключительных документов составила около двух месяцев, из которых на транспортировку образцов пришлось менее месяца.

Рассмотрение разброса рассчитанных значений Z -индекса для обеих программ по показателю компонентного состава «молярная доля этана, C_2H_6 » сделает сравнение более наглядным.

В максимальной выборке участников последовательной программы молярную долю этана определили все пять лабораторий. Результаты продемонстрированы на *рис. 1*.

При использовании параллельной схемы из восьми участников молярную долю этана определили только четыре. Результаты рассчитанных Z -индексов представлены на *рис. 2*.

По данным графикам визуально можно определить, что в последовательной и параллельной схемах разбросы результатов расчета Z -индексов с поправкой на единичные случаи приблизительно одинаковы.

Для сравнения средних значений Z -индексов для одинаковых показателей, полученных по итогам проведения испытаний и статистической обработки результатов, были взяты пять показателей: диоксид углерода;

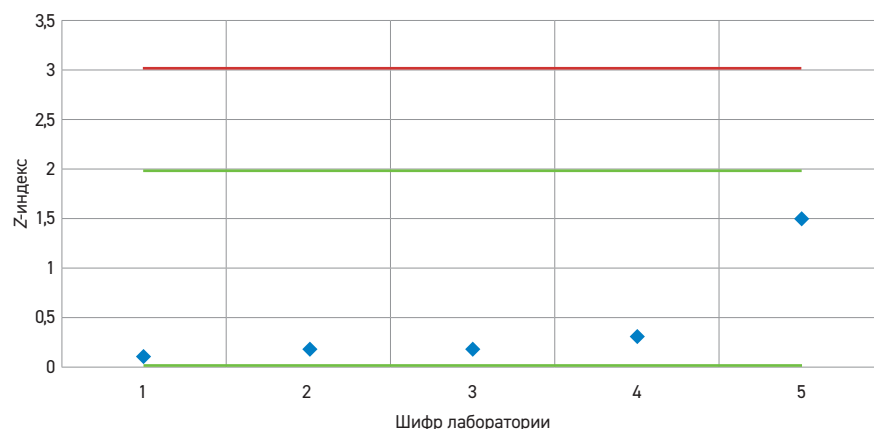


Рис. 1. Нормированное отклонение Z -индексов при определении молярной доли этана в образце природного газа (последовательная программа)

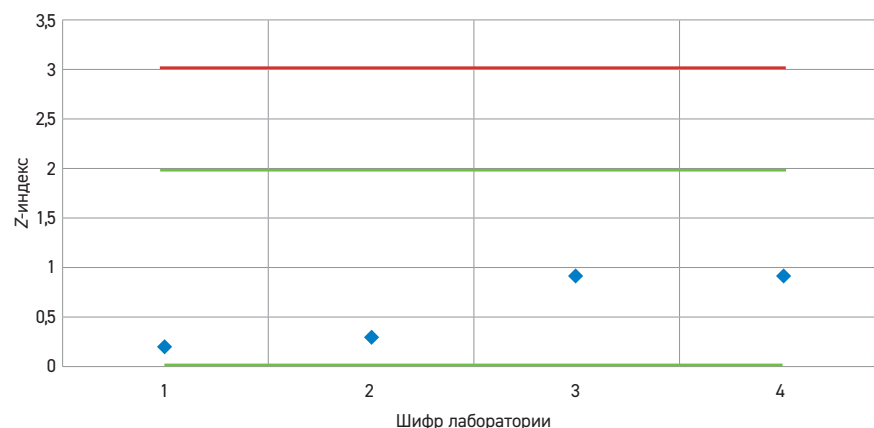


Рис. 2. Нормированное отклонение Z -индексов при определении молярной доли этана в образце природного газа (параллельная программа)

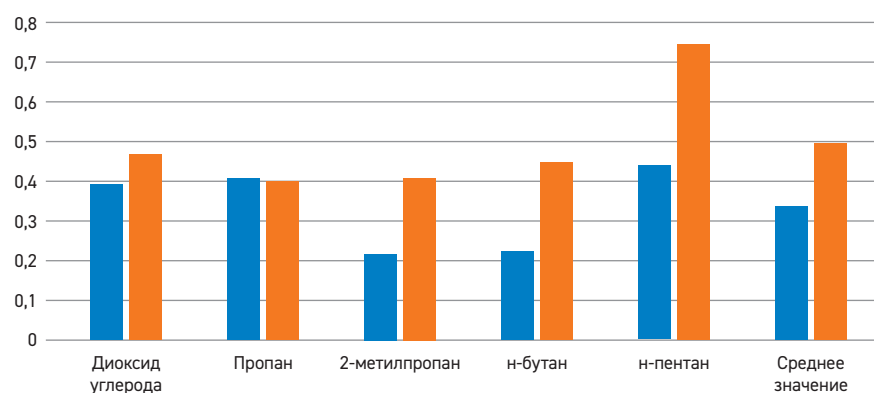


Рис. 3. Сравнение средних Z -индексов по одинаковым показателям: синие столбцы — последовательная программа, оранжевые — параллельная

пропан; 2-метилпропан; н-бутан; н-пентан. Среднее значение Z-индексов для последовательной программы оказалось ниже, чем для параллельной, составив 0,34 против 0,50 (результаты сравнения представлены на рис. 3).

Вместе с тем надо отметить, что для заключения о точности той или иной схемы результатов одного сравнения недостаточно. Целесообразно повторять такие сравнения регулярно с учетом следующих влияющих факторов:

- результаты участников;
- количество и значимость возникающих проблем;
- обратная связь от участников;
- расходы провайдера на организацию раунда программы;
- время, требуемое для организации и проведения раунда программы.

Хотя организация ПК по параллельной схеме оптимальна с точки зрения логистики и для ее проведения при большом количестве участников требуется меньше времени, применение такой схемы возможно не для всех ОК. Когда таковыми являются, например, сжиженные углеводородные газы (СУГ), это затруднительно из-за сложности формирования нескольких ОК с одинаковым составом.

СУГ в баллоне (или любом другом резервуаре) находится в двух фазах: жидкой и парообразной [2]. Следовательно, компонентный состав разлитого по разным баллонам содержимого не будет одинаковым и идентичным составу СУГ в исходной емкости. Связано это с тем, что состав паровой фазы в зависимости от давления в емкости будет варьироваться из-за разных температур испарения отдельных компонентов.

Использованная литература:

1. Петрух А., Сидорко И., Гаврилишин Г. Внешний контроль качества гематологических исследований. Опыт межлабораторных сравнительных результатов // Лабораторная диагностика. Восточная Европа. 2016. Т. 5, № 1. — С. 26–33.
2. Федосов И.А., Шаров А.В. Сжиженные углеводородные газы. Область применения // Международный студенческий научный вестник. 2015, № 3-1. — URL: <https://eduherald.ru/ru/article/view?id=12108> — (Дата обращения: 25.01.2023 г.).

References:

1. Petruk A., Sidorko I., Gavrylyshyn G. External quality control of hematological studies. Experience of interlaboratory comparative results. *Laboratornaya diagnostika. Vostochnaya Evropa* [Laboratory diagnostics. Eastern Europe], 2016, vol. 5, no. 1, pp. 26–33 (in Russian).
2. Fedosov I.A., Sharov A.V. Liquefied hydrocarbon gases. Scope. *Mezhdunarodnyy studenticheskiy nauchnyy vestnik* [International Student Scientific Bulletin], 2015, no. 3-1 (in Russian). Available at: <https://eduherald.ru/ru/article/view?id=12108> (accessed 01/25/2023).



Резюме

Единичный опыт реализации провайдером проверки квалификации параллельной и последовательной схем, объектом контроля в которых выступал природный горючий газ, показал, что разброс результатов находится в пределах допустимых диапазонов, что подтверждает возможность проведения программы по более выгодной для провайдера схеме. Тем не менее для однозначного вывода о том, какая схема оптимальна, целесообразно проводить всеобъемлющий анализ с учетом всех возможных влияющих факторов.

TITLE:

Specifics of conducting proficiency testing programs for gas mixtures

AUTHOR:

K.D. Skobelev, Postgraduate Student, Department of Metrology and Standardization, MIREA — Russian Technological University (RTU MIREA)

D.M. Kokurina, master student of the RUDN University: Peoples' Friendship University of Russia, quality specialist of Aventin LLC

D.A. Zagorskaya, leading expert of Aventin LLC

ABSTRACT

The article discusses the main problems of organizing and conducting qualification testing programs in the oil and gas industry. Two schemes of interlaboratory comparative tests and the risks associated with the choice of each of them are described. The results of tests of gas mixtures carried out according to both schemes are compared.

KEYWORDS:

qualification check, interlaboratory comparative tests, control samples, state reference materials, gas mixtures, statistical processing of results

SUMMARY

A single experience of a proficiency testing provider implementing parallel and sequential schemes, in which the object of control was natural combustible gas, showed that the spread of results is within acceptable ranges, which confirms the possibility of carrying out the program according to a scheme that is more beneficial for the provider. Nevertheless, in order to reach an unambiguous conclusion about which scheme is optimal, it is advisable to conduct a comprehensive analysis, taking into account all possible influencing factors.