ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 8.928— 2016

Государственная система обеспечения единства измерений

ТЕПЛОТА СГОРАНИЯ ТВЕРДОГО МИНЕРАЛЬНОГО ТОПЛИВА

Экспертная оценка результатов измерений, полученных в разных лабораториях

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ВНЕСЕН Управлением метрологии Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии, Техническим комитетом по стандартизации ТК 206 «Эталоны и поверочные схемы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 8 сентября 2016 г. № 1077-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

ТЕПЛОТА СГОРАНИЯ ТВЕРДОГО МИНЕРАЛЬНОГО ТОПЛИВА

Экспертная оценка результатов измерений, полученных в разных лабораториях

State system for ensuring the uniformity of measurements.Calorific value of solid mineral fuels. Expert evaluation of test results obtained from different laboratories.

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на бурые и каменные угли, лигниты, антрациты, горючие сланцы, торф, продукты их обогащения и термической обработки, брикеты, кокс, биотопливо (далее — топливо твердое минеральное), и устанавливает процедуру экспертной оценки результатов измерений теплоты сгорания (высшей или низшей) на различные состояния топлива, полученных в разных лабораториях.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 147 (ISO 1928:2009) Топливо твердое минеральное. Определение высшей теплоты сгорания и расчет низшей теплоты сгорания

ГОСТ 10742 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 27379 Топливо твердое. Методы определения погрешности отбора и подготовки проб

ГОСТ Р 8.667 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений энергии сгорания, удельной энергии сгорания и объемной энергии сгорания (калориметров сжигания)

ГОСТ Р 8.927 Государственная система обеспечения единства измерений. Топливо твердое минеральное. Высшая и низшая теплота сгорания. Показатели точности

ГОСТ Р ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р ИСО 13909-1 Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 1. Общее введение

ГОСТ Р ИСО 18283 Уголь каменный и кокс. Ручной отбор проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с указанием всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **граничное значение:** Значение результата измерений теплоты сгорания, сравнение с которым позволяет с 95 %-ной доверительной вероятностью определить, соответствует ли продукт спецификации.

3.2 **контрольная проба:** Часть усредненной пробы, хранящаяся в лаборатории, проводящей исследования, или у владельца продукции и предназначенная для повторных или арбитражных испытаний при возникновении споров по результатам проведенных испытаний.

3.3 **присвоенное значение результата измерений:** Значение результата измерений теплоты сгорания, которое служит в качестве согласованного заинтересованными сторонами.

3.4 **спецификация:** Требования к продукции, изложенные в технических условиях на уголь, договорах или контрактах на поставку, либо других сопроводительных документах на продукцию, необходимых для подтверждения качества, либо классификации продукта по существующему стандарту или определяющих цену продукта при его поставке.

Примечание — Например, для неокисленного угля марки Д Караканского месторождения значением по спецификации будет «не менее 30,10 МДж/кг», указанное в ГОСТ Р 50904*.

3.5

высшая теплота сгорания при постоянном объеме: Количество теплоты, которое выделяется при полном сгорании единицы массы твердого топлива в калориметрической бомбе в среде сжатого кислорода в установленных стандартом условиях.

Примечание — Остаточными продуктами сгорания являются газы: кислород, азот, диоксид углерода и диоксид серы, а также вода в виде жидкости, которая находится в равновесии с водяным паром и насыщена диоксидом углерода, и твердая зола, причем все продукты сгорания находятся при стандартной температуре.

[ГОСТ 147, подраздел 3.1]

3.6

низшая теплота сгорания при постоянном давлении: Количество теплоты, которое выделяется при полном сгорании единицы массы твердого топлива в среде кислорода при постоянном давлении и при условии, что вся вода, образующаяся при сгорании, остается в виде водяного пара.

Примечание — Кроме воды, находящейся после сжигания топлива в виде водяного пара (при 0,1 МПа), все остальные продукты сгорания — те же, что приведены в определении термина «высшая теплота сгорания при постоянном объеме» (см. примечание 1 к 3.1). При этом все продукты сгорания находятся при стандартной температуре.

[ГОСТ 147, подраздел 3.4]

3.7

прецизионность: Степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных в конкретных регламентированных условиях.

[ГОСТ Р ИСО 5725-1, подраздел 3.12]

3.8

повторяемость (сходимость): Прецизионность в условиях повторяемости (сходимости).

[ГОСТ Р ИСО 5725-1, подраздел 3.13]

3.9

условия повторяемости (сходимости): Условия, при которых независимые результаты измерений (или испытаний) получаются одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования, в пределах короткого промежутка времени.

[ГОСТ Р ИСО 5725-1, подраздел 3.14]

3.10

предел повторяемости (сходимости): Значение, которое с доверительной вероятностью 95 % не превышается абсолютной величиной разности между результатами двух измерений (или испытаний), полученными в условиях повторяемости (сходимости).

[ГОСТ Р ИСО 5725-1, подраздел 3.16]

* Отменен.

3.11

воспроизводимость: Прецизионность в условиях воспроизводимости.
[ГОСТ Р ИСО 5725-1, подраздел 3.17]

3.12

условия воспроизводимости: Условия, при которых результаты измерений (или испытаний) получают одним и тем же методом, на идентичных объектах испытаний, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования.
[ГОСТ Р ИСО 5725-1, подраздел 3.18]

3.13

предел воспроизводимости: Значение, которое с доверительной вероятностью 95 % не превышается абсолютной величиной разности между результатами двух измерений (или испытаний), полученными в условиях воспроизводимости.
[ГОСТ Р ИСО 5725-1, подраздел 3.20]

3.14 **потребитель:** Лицо или организация, которая получает или принимает поставляемый поставщиком продукт.

3.15 **поставщик:** Лицо или организация, которая отвечает за качество продукта вплоть до того момента, когда продукт принят получателем.

3.16 **заявитель:** Потребитель или поставщик продукта, которые подали заявку на проведение экспертной оценки результатов измерений теплоты сгорания, полученных в разных лабораториях.

3.17 **референтная лаборатория:** Лаборатория, предоставляющая прослеживаемое к соответствующему эталону опорное значение величины в определенной области измерений или полученное на основе применения первичной референтной методики измерений.

Примечание — Референтная лаборатория должна обеспечить получение опорного значения теплоты сгорания, что достигается в России применением эталонного оборудования, входящего в состав ГЭТ 16—2010 «Государственный первичный эталон единиц энергии сгорания, удельной энергии сгорания и объемной энергии сгорания» (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», Санкт-Петербург). Прослеживаемость значений теплоты (энергии) сгорания в России к эталону ГЭТ 16 отражена в государственной поверочной схеме для средств измерений энергии сгорания (калориметров сжигания) (ГОСТ Р 8.667).

4 Сокращения и обозначения

В настоящем стандарте применены следующие сокращения и обозначения:

ВО — вспомогательное оборудование;
ГСО — государственный стандартный образец;
МИ — методика измерений;
МСИ — межлабораторные сравнительные испытания;
НД — нормативный документ;
СИ — средство измерений.

5 Общие положения

5.1 В спецификации конкретного угля, как правило, указана фиксированная граница или интервал значений низшей теплоты сгорания на рабочее состояние, на которые ориентируется потребитель при покупке угля и далее при проведении измерений с целью контроля качества. Результаты, полученные в лаборатории с применением стандартного метода, как правило, демонстрируют некоторое рассеяние, отображаемое в виде повторяемости (сходимости) и воспроизводимости метода. В этой связи в отношении истинного значения определяемого свойства всегда существует некоторая неопределенность.

5.2 Помимо самого процесса измерения, на результат существенно влияет методика пробоотбора, влияние которой не учитывается в показателях точности метода определения высшей и низшей теплоты сгорания по ГОСТ 147. Даже при правильном выполнении методик пробоотбора и пробоподготовки или применения автоматизированного оборудования, различия при отборе проб неизбежны, что из-за большой неоднородности угля как материала может вносить большую погрешность в итоговый результат. Более того, погрешность опробования в большинстве случаев значительно превышает погрешность самого измерения.

5.3 Чаще всего каждая из лабораторий проводит отбор и подготовку проб самостоятельно. В этом случае измерения нельзя классифицировать, как проведенные в условиях воспроизводимости, так как идентичность материала проб неочевидна. Кроме того, сравнение полученных результатов часто проводят не для высшей теплоты сгорания на сухое состояние, а, например, для низшей теплоты сгорания на рабочее состояние. В таких условиях трудно оценить даже приемлемость результатов двух лабораторий, так как применять значение воспроизводимости, указанной в ГОСТ 147 (300 кДж/кг), некорректно, поскольку в данных случаях оценка приемлемости результатов должна учитывать как сам процесс испытания, так и методики пробоотбора и пробоподготовки.

5.4 В любом случае оценка приемлемости полученных лабораториями результатов необходима, так как она позволяет определить, являются ли расхождения признаком недостоверности измерений лабораторий или расхождения вызваны специфическими особенностями анализируемого материала. В случае, когда результаты приемлемы, расхождения являются следствием случайных эффектов, устранить которые полностью невозможно, но имеется возможность согласовать результаты. Если же результаты неприемлемы, можно предполагать наличие грубой ошибки, либо наличие существенной систематической погрешности лаборатории, которую можно уменьшить, проведя анализ качества ее измерений и устранив выявленные недостатки.

Примечание — Финансовый конфликт между сторонами возможен даже при приемлемости результатов, например, если расхождения между значениями теплоты сгорания, полученными одной и другой лабораторией, приводят к существенной разнице в цене продукции. В этой ситуации для определения согласованного значения результата измерений стороны могут воспользоваться одной из процедур, предложенных в разделе 7, а для определения соответствия продукции спецификации — рекомендациями, изложенными в приложении А. Текущий стандарт не рассматривает вопросы приемки и отклонения продукции, которые могут регулироваться условиями контракта или нормативными документами, такими, как «Инструкция о порядке приемки продукции производственно-технического назначения и товаров народного потребления по качеству», поэтому вне зависимости от полученного результата подобные решения остаются на усмотрение сторон [2].

5.5 Экспертная оценка направлена на проверку соответствия полученных сторонами значений теплоты сгорания угля значениям, указанным в спецификации, проверку приемлемости результатов между собой, а также на получение значения результата испытаний, согласованного обеими сторонами.

5.6 В блок-схеме проверки приемлемости результатов измерений (см. рисунок 1) показан алгоритм действий по выяснению причин расхождений результатов измерений теплоты сгорания.

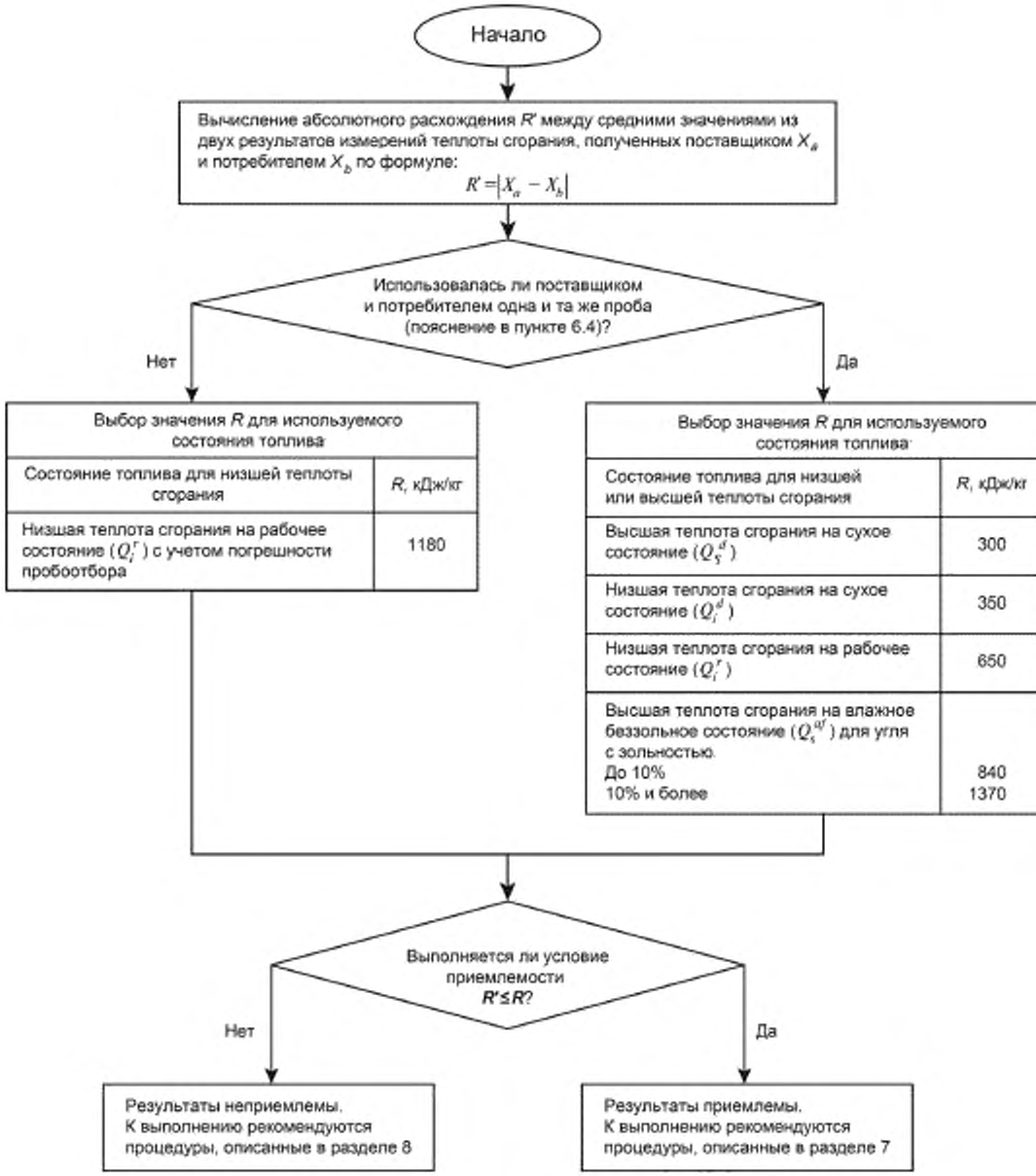

Рисунок 1 — Блок-схема проверки приемлемости результатов измерений

6 Проверка приемлемости результатов измерений

6.1 Для проверки приемлемости результатов измерений вычисляют среднее значение из двух результатов измерений, полученных в лаборатории поставщика (X_a) и потребителя (X_b) по формуле

$$X_i = \frac{x_{i1} + x_{i2}}{2}, \quad (1)$$

где x_{i1}, x_{i2} — результаты двух параллельных измерений, выполненные каждой из сторон, $i = a$ или b.

6.2 Вычисляют абсолютное расхождение R' между полученными результатами X_a и X_b по формуле

$$R' = |X_a - X_b|. \quad (2)$$

6.3 Полученное абсолютное расхождение сравнивают с соответствующим значением воспроизводимости, приведенной в таблице 1, учитывая состояние топлива и необходимость внесения погрешности пробоотбора.

Таблица 1 – Показатели прецизионности на разные состояния топлива

Измеряемая величина	НД	Предел сходимости r	Предел воспроизводимости R
Высшая теплота сгорания на сухое состояние(Q_s^d), кДж/кг	по ГОСТ 147	120	300
Низшая теплота сгорания на сухое состояние (Q_i^d), кДж/кг	по ГОСТ Р 8.927	130	350
Низшая теплота сгорания на рабочее состояние (Q_i^r), кДж/кг	по ГОСТ Р 8.927	230	650
Высшая теплота сгорания на влажное беззольное состояние (Q_s^{af}), кДж/кг для угля с зольностью: До 10 % 10 % и более	по ГОСТ Р 8.927	 270 640	 840 1370
Низшая теплота сгорания на рабочее состояние (Q_i^r) с учетом погрешности пробоотбора, кДж/кг	по 5.6	Не оценена	1180

6.4 Необходимость внесения погрешности пробоотбора возникает в том случае, когда каждая лаборатория отбирает пробу самостоятельно. Если же между потребителем и поставщиком распределяют одну пробу на последней стадии ее приготовления, достаточно использовать предел воспроизводимости, указанный в ГОСТ 147 или в таблице 1 в зависимости от состояния топлива, на которое ведутся расчеты (без погрешности пробоотбора). При этом последней стадией приготовления для определения высшей теплоты сгорания на сухое состояние, низшей теплоты сгорания на сухое состояние и высшей теплоты сгорания на влажное беззольное состояние будет аналитическая проба, а для низшей теплоты сгорания на рабочее состояние — лабораторная.

6.5 Если для используемого состояния топлива (например, для высшей теплоты сгорания на сухое беззольное состояние) в таблице 1 не указаны значения воспроизводимости, возможен их расчет в соответствии с алгоритмом, приведенном в приложении В. Такой расчет может быть выполнен самостоятельно или по заявке осуществлен экспертной организацией.

6.6 В настоящем стандарте погрешность пробоотбора учитывается в соответствии с показателями ГОСТ 10742. В реальных условиях она может быть существенно меньше (например, при применении автоматизированных пробоотборников или усреднения большого количества отобранных проб). При необходимости возможно определение погрешности пробоотбора, присущей конкретной лаборатории при постоянных прочих условиях, и пересчет значения предела воспроизводимости для теплоты сгорания с учетом этой погрешности. Такая процедура для одной или обеих сторон может быть проведена лабораториями самостоятельно по ГОСТ 27379, либо с помощью математического моделирования по документу [3], либо под контролем экспертной организации в случае ее привлечения.

6.7 Если результаты приемлемы, т. е. реализуется условие $R' \le R$, то рекомендуется использование одной из процедур, описанных в разделе 7.

6.8 Если результаты неприемлемы, т. е. реализуется условие $R' > R$, то рекомендуется использование одной из процедур, описанных в разделе 8.

6.9 Процедуры, приведенные в разделах 7 и 8, направлены только на получение присвоенного значения результата измерений. Для оценки соответствия продукта спецификации и принятия решения о приемке либо отбраковке продукции рекомендуется использовать метод, описанный в приложении А.

6.10 На этапе проверки приемлемости результатов измерений стороны могут самостоятельно оценить возможность нахождения присвоенного значения без привлечения экспертной организации. Если такое согласование невозможно, используют процедуры, изложенные в разделе 9, где описан алгоритм привлечения экспертной организации к работе по установлению достоверного значения теплоты сгорания.

7 Процедуры, рекомендуемые в случае приемлемости результатов измерений

7.1 Примирение сторон

7.1.1 Если результаты приемлемы, стороны могут самостоятельно прийти к разрешению конфликтной ситуации, при этом за присвоенное значение результата измерений рекомендуется брать среднее из значений поставщика и потребителя

$$A_1 = \frac{X_a + X_b}{2}. \quad (3)$$

7.1.2 Если имеется техническая возможность заново отобрать пробы продукта, вызвавшего разногласия, можно достичь этим уточнения присвоенного значения результата измерений теплоты сгорания. Для этого необходимо отобрать несколько новых проб продукции, провести для каждой из них пробоподготовку и анализ, после чего усреднить полученные результаты. Данный способ позволяет снизить погрешность, вносимую пробоотбором и неоднородностью угля.

7.2 Привлечение независимой аккредитованной лаборатории

7.2.1 Конфликтующие стороны могут привлечь для получения третьего результата независимую аккредитованную лабораторию.

7.2.2 При обращении к независимой аккредитованной лаборатории, для сравнения результатов и расчета среднего значения поставщик и потребитель могут использовать полученные ранее результаты или заново провести анализ одновременно с независимой аккредитованной лабораторией и использовать новые результаты.

7.2.3 Если каждая из лабораторий поставщика и потребителя отбирала пробу самостоятельно, желательно, чтобы при получении результата независимой аккредитованной лабораторией погрешность пробоотбора также была учтена, поэтому ей рекомендуется самостоятельно вновь отобрать, подготовить и проанализировать пробу, если уголь, являющийся предметом спора, еще имеется в наличии и не был использован. Если это невозможно, или если лаборатории поставщика и потребителя анализируют одну пробу на последней стадии ее приготовления, рекомендуется использовать для анализа контрольную пробу поставщика и/или потребителя.

7.2.4 При этом результат теплоты сгорания, полученный независимой аккредитованной лабораторией (X_R), также должен быть проверен на приемлемость по отношению к результатам поставщика и потребителя методом, описанным в разделе 6.

7.2.5 Если результаты трех лабораторий приемлемы, присвоенное значение результата измерений рекомендуется рассчитывать как среднее из полученных значений

$$A_2 = \frac{X_a + X_b + X_R}{3}. \quad (4)$$

7.2.6 Для уточнения присвоенного значения результата измерений можно увеличить количество полученных независимой аккредитованной лабораторией результатов измерений аналогично 7.1.2.

7.2.7 Если результаты измерений независимой аккредитованной лаборатории неприемлемы по отношению к результатам поставщика и потребителя, независимой аккредитованной лаборатории рекомендуется провести еще одно измерение, либо участникам спора привлечь другую независимую аккредитованную лабораторию.

7.2.8 Если после выполнения вышеуказанных действий стороны не могут прийти к разрешению конфликта, в качестве досудебного решения вопроса возможно привлечение экспертной организации для получения опорного значения теплоты сгорания материала, вызвавшего разногласия.

7.3 Привлечение экспертной организации

7.3.1 Лаборатории могут обратиться в экспертную организацию либо сразу при возникновении расхождений (по согласованию сторон), либо после привлечения независимой аккредитованной лаборатории (см. 7.2). Экспертная организация должна обладать более высоким измерительным рейтингом и возможностью предоставить опорное значение с прослеживаемостью к национальному эталону единиц энергии сгорания.

7.3.2 Привлечение экспертной организации осуществляется по алгоритму, описанному в разделе 9.

7.3.3 В этом случае отбор и подготовка пробы должны быть проведены под контролем представителя экспертной организации.

7.3.4 Экспертная организация должна обладать возможностью получения опорного значения теплоты сгорания. Полученное опорное значение принимается как присвоенное значение результата измерений.

7.3.5 При необходимости экспертная организация может выполнить серию измерений аналогично 7.1.2.

8 Процедуры, рекомендуемые в случае неприемлемости результатов измерений

8.1 Привлечение экспертной организации

8.1.1 Если результаты неприемлемы и стороны не могут найти иной способ решения конфликта, рекомендуется привлекать экспертную организацию для установления опорного значения теплоты сгорания (для соответствующего состояния топлива) и/или для проверки качества измерений лабораторий.

8.1.2 В целом, для определения присвоенного значения результата измерений, достаточно определения опорного значения аналогично 7.2.7, 7.2.8. Поскольку неприемлемость результатов может свидетельствовать о нарушениях в применении методик пробоотбора, пробоподготовки или измерений (наличие значимой систематической погрешности лаборатории), рекомендуется проверить качество измерений лабораторий и, возможно, устранить недостатки для уменьшения вероятности повторения подобной конфликтной ситуации в дальнейшем.

8.1.3 Проверка качества измерений включает в себя оценку прецизионности и правильности измерений лабораторий и/или полный анализ всех измерительных процедур в совокупности с экспертизой документации, состояния СИ и условий выполнения измерений.

8.1.4 Оценка прецизионности и правильности измерений может быть проведена как для неаккредитованных, так и для аккредитованных лабораторий по желанию сторон, и ее проводят по ГОСТ Р ИСО 5725-6 с использованием опорного значения.

8.1.5 Если проведена оценка прецизионности, помимо опорного значения в качестве присвоенного значения результата измерений, допускается также использовать т. н. средневзвешенное значение, вычисленное по формуле

$$A_3 = \frac{\left(\frac{X_a}{\sigma_a^2} + \frac{X_b}{\sigma_b^2}\right)}{\left(\frac{1}{\sigma_a^2} + \frac{1}{\sigma_b^2}\right)}, \quad (5)$$

где σ_a, σ_b — стандартные отклонения первой и второй лаборатории, определенные в ходе оценки прецизионности лабораторий.

Примечание — Оценка прецизионности и правильности может быть проведена и для приемлемых результатов, однако в большинстве случаев это является нецелесообразным, так как для приемлемых результатов стандартные отклонения лабораторий, и, соответственно, результаты, полученные по формулам (3) и (5) отличаются незначительно.

8.1.6 Полная проверка качества измерений проводится экспертной организацией для неаккредитованных лабораторий по желанию сторон и может включать в себя:

- сбор и анализ информации о применяемых СИ и их метрологическом обеспечении;

- проверку наличия необходимых НД и технической документации, свидетельств о поверке, протоколов градуировки СИ, рабочих журналов с информацией о профилактических работах, ремонтах, проведенных поверках и градуировках СИ;

- анализ результатов внутрилабораторного контроля качества, использования ГСО, участия в МСИ за последние три года (при наличии);

- статистический анализ результатов измерений теплоты сгорания и значимости расхождений, полученных за период, предшествующий началу экспертизы, но не менее трех месяцев;

- проверку соответствия условий пробоотбора и (или) пробоподготовки ГОСТ 10742, ГОСТ Р ИСО 13909-1, ГОСТ Р ИСО 18283 и другим действующим нормам и требованиям;

- правильности установки, размещения и эксплуатации СИ;

- проверку выполнения требований к методам измерений теплоты сгорания, оценку выявления возможных влияющих факторов на результаты измерений теплоты сгорания, а также, при испытаниях некоторых марок углей, соблюдение особых условий при проведении испытаний;

- проверку правильности оформления результатов испытаний, архивирования результатов и передачи в качестве коммерческих данных.

8.1.7 Для проведения экспертной оценки необязательно выполнять все вышеперечисленные действия. При согласовании процедуры экспертной оценки поставщик, потребитель и эксперт совместно определяют, что необходимо включить в план работ.

8.1.8 После обработки материалов, полученных в ходе экспертной оценки качества измерений лаборатории, экспертная организация подготавливает и утверждает экспертное заключение и представляет его лабораториям-участникам.

8.1.9 В экспертном заключении приводят:

- выводы о соответствии заявленных показателей качества продукта, полученных в ходе экспертной оценки результатам измерений;

- выводы о правильности измерений, выполняемых лабораториями, основанные на результатах оценки правильности (если проводилась);

- рекомендации по устранению замеченных в ходе экспертизы нарушений и предложения по совершенствованию процедуры измерений с целью достижения более высокого качества измерений.

8.1.10 Если была проведена только оценка правильности измерений лаборатории, экспертная организация по заявке сторон может выдать сокращенное экспертное заключение только по этому пункту.

Примечание — Экспертное заключение может быть предъявлено к рассмотрению в случае судебного разбирательства.

9 Привлечение экспертной организации

9.1 Выбор экспертной организации

9.1.1 Выбор экспертной организации осуществляется по согласованию сторон с учетом следующих требований:

- экспертная организация должна обладать квалифицированным персоналом, обладающим профессиональными знаниями и опытом работы в области обеспечения единства измерений теплоты сгорания твердого топлива;

- референтная лаборатория экспертной организации должна обладать оборудованием, необходимым для проведения экспертной оценки и получения опорного значения на эталонной аппаратуре ГЭТ 16—2010 (см. 3.17), если оно используется как присвоенное значение результата испытаний или необходимо для оценки правильности.

9.2 Процедура привлечения экспертной организации

9.2.1 Необходимость в проведении работ по экспертной оценке результатов, полученных как минимум в двух лабораториях, формулирует одна из заинтересованных сторон конфликта и оформляет в виде заявки, содержащей необходимую информацию по существу проблемы, в адрес экспертной организации, специализирующейся на измерениях теплоты сгорания твердого топлива. Необходимым моментом является информирование второй стороны конфликта о привлечении экспертной организации, в связи с чем желательно, чтобы заявка была согласована обеими заинтересованными сторонами.

9.2.2 Для проведения экспертной оценки создается комиссия, состоящая из представителей от каждой из заинтересованных сторон и представителя от экспертной организации (эксперта).

9.2.3 Организация экспертной работы возлагается на представителя экспертной организации, и может быть выполнена либо с выездом его на объект или без выезда с дистанционным проведением процедур с последующей выдачей экспертного заключения. По согласованию экспертной комиссии могут быть привлечены другие организации для выполнения работ, не связанных с получением опорного значения.

9.2.4 С целью конкретизации плана работ и составления календарного плана экспертом проводится предварительный анализ предоставленной заявителем информации с целью установления содержания экспертных работ, который включает:

- рассмотрение претензий сторон по существу вопроса;
- анализ результатов измерений для составления рекомендаций по выбору проводимых процедур.

9.2.5 Экспертная комиссия с учетом рекомендаций эксперта согласует процедуру экспертной оценки в зависимости от предмета спора, возможных временных и экономических затрат и других обстоятельств данного конкретного случая.

9.2.6 По результатам согласования процедуры может быть составлен план-график работ, в котором должны быть отражены:

- цель экспертной оценки;
- период и этапы проведения экспертной оценки;
- необходимость привлечения к измерениям референтной лаборатории, обеспечивающей опорное значение низшей (высшей) теплоты сгорания с прослеживаемостью к национальному эталону единиц энергии сгорания;
- необходимость осуществления оценки правильности измерений лаборатории;
- необходимость проведения полной оценки качества измерений лаборатории и выбор осуществляемых действий (проверка СИ, условий пробоотбора и т. д.)

9.2.7 После выполнения процедуры экспертной оценки выдается экспертное заключение, отражающее результат выполненных работ (по 8.1.8—8.1.10).

Приложение А
(обязательное)

Рекомендации по принятию и отклонению результатов в спорных ситуациях

А.1 Границы допускаемых значений теплоты сгорания твердого топлива обычно устанавливают с помощью спецификаций. Чтобы исключить неопределенность, такие границы, как правило, выражают в соответствующей форме, а именно, «не менее...» или «не более...». Границы бывают двух типов:

- двусторонние границы, с верхним значением по спецификации (S_B) и нижним (S_H), например «высшая теплота сгорания на сухое состояние не менее 15000 кДж/кг и не более 25000 кДж/кг»;
- односторонняя граница, с верхним значением по спецификации или нижним, например «высшая теплота сгорания на сухое состояние не менее 20000 кДж/кг».

А.2 Поставщик, не имеющий другой информации об истинном значении определяемой характеристики, кроме присвоенного значения результата измерений, с 95 %-ной доверительной вероятностью может быть уверен, что продукт соответствует спецификации, если присвоенное значение результата измерений X такое, что в случае:

односторонней нижней границы

$$A_1 \geq L_H; \tag{А.1}$$

односторонней верхней границы

$$A_1 \leq L_B, \tag{А.2}$$

где A_1 — присвоенное значение результата испытаний;

L_H и L_B — нижнее и верхнее граничное значение.

В случае двусторонней границы требуется выполнение обоих указанных условий.

А.3 При определении, соответствует ли присвоенное значение результата измерений заявленным спецификациям, для определения граничных значений в большинстве случаев можно пользоваться формулами:

$$L_H = S_H + 0{,}419 \cdot R \tag{А.3}$$

и

$$L_B = S_B - 0{,}419 \cdot R, \tag{А.4}$$

где S_H и S_B — нижнее и верхнее значение по спецификации;

R — значение воспроизводимости в условиях, в которых определялось присвоенное значение результата измерений (например, для аналитической пробы воспроизводимость низшей теплоты сгорания на сухое состояние не более 350 кДж/кг (см. таблицу 1).

А.4 В общем случае, граничное значение L рассчитывают по формуле

$$L = S + \frac{\sigma \cdot D}{\sqrt{N}}, \tag{А.5}$$

где S — значение по спецификации;

σ — стандартное отклонение метода испытаний в условиях воспроизводимости;

D — значение ординаты нормированного нормального распределения, соответствующее выбранной доверительной вероятности P (из таблиц А.1 и А.2);

N — число лабораторий, результаты которых используются для расчета присвоенного значения результата измерений.

А.5 Из определения воспроизводимости,

$$R = \sigma \cdot t_{95} \cdot \sqrt{2}, \tag{А.6}$$

где t_{95} — критерий Стьюдента для доверительной вероятности 95 %, равный 1,96, следовательно:

$$R = \sigma \cdot 1{,}96 \cdot \sqrt{2} = 2{,}77 \cdot \sigma, \tag{А.7}$$

или

$$\sigma = \frac{R}{2{,}77} = 0{,}361 \cdot R. \tag{А.8}$$

А.6 Подставив значение σ для двух лабораторий из уравнения А.8 в уравнение А.5, получим

$$L = S + \frac{0{,}361 \cdot R \cdot D}{\sqrt{N}} = S + 0{,}255 \cdot R \cdot D. \tag{А.9}$$

А.7 Далее для выбранной доверительной вероятности из нижеприведенных таблиц А.1 и А.2 берут значение D.

А.8 В тех случаях, когда потребителю необходима высокая степень уверенности в том, что качество продукта подтверждено, например, когда теплота сгорания определяет цену поставки, граничное значение *L* называют критическим, а значение *D* определяют из таблицы А.1.

А.9 В противном случае (низкая степень доверия), граничное значение называют некритическим, а значение *D* определяют из таблицы А.2.

Таблица А.1 — Отклонение критического граничного значения от спецификации при выбранной доверительной вероятности *P*

P	0,500	0,700	0,800	0,850	0,900	0,950	0,975	0,990	0,995	0,999
D для верхней границы	0,000	–0,524	–0,842	–1,036	–1,282	–1,645	–1,960	–2,326	–2,576	–3,090
D для нижней границы	0,000	0,524	0,842	1,036	1,282	1,645	1,960	2,326	2,576	3,090

Таблица А.2 — Отклонение некритического граничного значения от спецификации при выбранной доверительной вероятности *P*

P	0,500	0,700	0,800	0,850	0,900	0,950	0,975	0,990	0,995	0,999
D для верхней границы	0,000	0,524	0,842	1,036	1,282	1,645	1,960	2,326	2,576	3,090
D для нижней границы	0,000	–0,524	–0,842	–1,036	–1,282	–1,645	–1,960	–2,326	–2,576	–3,090

А.10 Тогда для двух лабораторий при доверительной вероятности 95 % при условии того, что граничное значение считается критическим, получено:

для верхней границы;

$$L_B = S + 0{,}255 \cdot (-1{,}645) \cdot R = S - 0{,}419 \cdot R \qquad (A.10)$$

для нижней границы.

$$L_H = S + 0{,}255 \cdot 1{,}645 \cdot R = S + 0{,}419 \cdot R \qquad (A.11)$$

А.11 Для трех лабораторий, соответственно:

для верхней границы;

$$L_B = S - 0{,}342 \cdot R \qquad (A.12)$$

для нижней границы.

$$L_H = S + 0{,}342 \cdot R \qquad (A.13)$$

А.12 После определения верхнего и/или нижнего граничного значения проверяется выполнение условий (А.1) и/или (А.2) для нижней и верхней границ соответственно. Для двусторонних границ должны выполняться оба условия. Если условия выполняются, то качество продукции считается соответствующим спецификации, а значение теплоты сгорания равным присвоенному значению результата измерений. Итог — продукт допускается принимать. Если условия не выполняются, продукцию бракуют.

Библиография

[1]	ASTM D3244 –12	Standard Practice for Utilization of Test Data to Determine Conformance with Specifications
[2]	Инструкция № П-7	Инструкция о порядке приемки продукции производственно-технического назначения и товаров народного потребления по качеству (утверждена постановлением Госарбитража СССР от 25 апреля 1966 г.)
[3]	EURACHEM/CITAC Guide	Measurement uncertainty arising from sampling. A guide to methods and approaches

УДК 536.6:006.354 ОКС 17.200.10

Ключевые слова: уголь, высшая и низшая теплота сгорания, точность, экспертная оценка

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 11.03.2019. Подписано в печать 20.03.2019 Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва. Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru