МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33654— 2022

УГЛИ БУРЫЕ, КАМЕННЫЕ И АНТРАЦИТ

Общие требования к методам анализа

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным автономным образовательным учреждением высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 июля 2022 г. № 61)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 августа 2022 г. № 752-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33654—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 декабря 2022 г. с правом досрочного применения

5 ВЗАМЕН ГОСТ 33654—2015

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022



В Российской Федерации 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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Общие положения 2
5 Требования к подготовке проб 2
6 Требования к соблюдению значений точности в методиках анализа 2
7 Требования к средствам измерения, оборудованию, реактивам и условиям окружающей среды . . . 3
8 Требования к обработке и представлению результатов анализа 4
9 Контроль качества результатов анализа 4
Приложение А (рекомендуемое) Показатели качества методики анализа и показатели качества результатов анализа (при реализации методики анализа в конкретной лаборатории) . 5
Приложение Б (справочное) Рекомендуемые значения количества контрольных процедур в зависимости от общего числа проводимых анализов 7
Приложение В (рекомендуемое) Методы проверки приемлемости результатов, полученных в условиях повторяемости и воспроизводимости 8
Приложение Г (рекомендуемое) Контроль качества результатов анализа в лаборатории 10
Приложение Д (рекомендуемое) Контроль стабильности результатов анализа 11
Библиография 12

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УГЛИ БУРЫЕ, КАМЕННЫЕ И АНТРАЦИТ

Общие требования к методам анализа

Brown coals, hard coals and anthracites. General requirements for methods of analysis

Дата введения — 2022—12—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам анализа лигнитов, бурых и каменных углей, антрацитов, в т. ч. рядовых, рассортированных, обогащенных (концентратов), промежуточных продуктов, шламов, а также агломерированного топлива на их основе в части соблюдения точности (правильности и прецизионности) результатов определения показателей идентификации, качества и безопасности.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.010 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения

ГОСТ 8.315 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

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

ГОСТ 1817[1)] Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и брикеты. Метод приготовления сборных проб

ГОСТ 10742[2)] Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 17070 Угли. Термины и определения

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

ГОСТ ИСО 5725-1[3)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-6[4)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ ISO 13909-4 Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 4. Уголь. Подготовка проб для испытаний

[1)] В Российской Федерации также действует ГОСТ Р 59257—2020.

[2)] В Российской Федерации также действует ГОСТ Р 59248—2020.

[3)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

[4)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

Издание официальное

ГОСТ ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 17070.

4 Общие положения

Методики анализа, применяемые при контроле показателей качества и безопасности углей, а также при их идентификации, должны соответствовать ГОСТ 8.010, ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ ISO/IEC 17025 и настоящему стандарту.

Методики, разрабатываемые для экспрессных (инструментальных) методов анализа, должны быть оформлены и аттестованы в соответствии с ГОСТ 8.010.

При внедрении методик в практику лаборатории должна быть проведена их валидация и верификация в соответствии с положениями ГОСТ ISO/IEC 17025.

Показатели качества методики анализа и показатели качества результатов анализа (при реализации методики анализа в конкретной лаборатории) в соответствии с [1] приведены в приложении А.

При проведении испытаний должны быть соблюдены требования ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-6 в части оценки точности (правильности и прецизионности) полученных результатов.

При наличии нескольких методов испытаний для определения одного показателя нормы погрешности должны быть оценены для каждого метода отдельно в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6, [1] и [2].

5 Требования к подготовке проб

Подготовка проб должна соответствовать ГОСТ 10742 и ГОСТ ISO 13909-4. Необходимо также определять систематические погрешности отбора и подготовки проб, учитывать результаты этих определений, а также принимать меры по уменьшению погрешностей в соответствии с ГОСТ 27379.

6 Требования к соблюдению значений точности в методиках анализа

6.1 Для контроля точности при проведении измерений предпочтительно использовать стандартные образцы утвержденного типа, а также референтные методики или методики повышенной точности. Стандартный образец подбирают таким образом, чтобы содержание компонента (или значение показателя) в нем было сопоставимо с ожидаемым значением в анализируемой пробе. Таким образом при работе с углями различных марок, месторождений, а также с продуктами переработки углей должны быть в наличии несколько стандартных образцов для контроля точности.

6.2 Процедуры контроля значений точности и их периодичность указывают в соответствующем руководстве по качеству или в контракте на поставку продукции. Если периодичность не указана, то руководствуются рекомендациями [1] по выбору числа контрольных процедур в зависимости от объема анализируемых проб. Таблица с рекомендуемыми значениями количества контрольных процедур в зависимости от общего числа проводимых анализов приведена в приложении Б.

6.3 В случае большого количества проводимых испытаний, когда частое использование стандартного образца затруднительно, необходимо разработать порядок изготовления, хранения и

использования стандартного образца предприятия (СОП), а также периодичность его поверки по стандартному образцу утвержденного типа (ГСО).

6.4 В случае проверки применения нестандартизованного метода разработку и аттестацию методик измерений содержания компонентов (показателей) углей проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 8.010, ГОСТ ИСО 5725-6 и настоящего стандарта; установление характеристик точности (правильности и прецизионности) разрабатываемых методик проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-6, а также с учетом [2].

6.5 При наличии нескольких методов определения одного показателя выбор метода обусловлен наличием в лаборатории средств измерений, испытательного оборудования, материалов, а также задачами испытаний.

6.6 При расчете производителем низшей теплоты сгорания по ГОСТ 147 конкретной партии продукции допускается использовать данные о содержании водорода, полученные при анализе сборных проб (см. ГОСТ 1817) этого вида продукции. Потребитель может использовать значение содержания водорода в продукции, предоставленное производителем, или определять его самостоятельно в порядке, установленном на предприятии.

7 Требования к средствам измерения, оборудованию, реактивам и условиям окружающей среды

Для соблюдения норм прецизионности (повторяемости и воспроизводимости) при проведении измерений необходимо обеспечивать выполнение следующих требований к средствам измерения, оборудованию, реактивам и условиям окружающей среды.

7.1 Все средства измерений и мерная посуда должны соответствовать классам точности, указанным в соответствующих стандартах на методы, а также иметь соответствующее метрологическое подтверждение.

7.2 Для измерения промежутков времени менее 10 мин используют секундомеры, более 10 мин — секундомеры или таймеры.

Примечание — При большом количестве испытаний допускается также использование песочных часов при условии их периодической проверки по поверенным секундомерам.

7.3 В методиках на тепловые испытания углей следует строго соблюдать конструктивные особенности используемых сушильных шкафов и муфельных печей, указанных в соответствующих стандартах на методы. Характеристики неравномерности и стабильности температурного поля в сушильной камере по объему и по времени должны соответствовать указанным в соответствующих стандартах на методы тепловых испытаний углей.

Если для определения выхода летучих веществ, зольности, определения массовой доли общей серы используют одну и ту же высокотемпературную электропечь (муфельная печь), ее конструкция должна быть такой, чтобы работа с ней была возможна при открытом и закрытом отверстии передней стенки, а также при прикрытом и открытом дымовом канале в задней стенке.

7.4 Используемые реактивы должны соответствовать квалификации, указанной в стандарте. При отсутствии такого указания применяют реактив квалификации «чистый для анализа».

Допускается применять реактивы более низкой квалификации при условии экспериментального подтверждения обеспечения метрологических характеристик результатов анализов, нормированных в стандарте на метод анализа.

Применять реактивы можно только из потребительской упаковки с этикеткой фирмы-производителя с указанием товарного и химического названия вещества, химической формулы, даты изготовления и срока годности, а также при соблюдении условий его хранения.

Проверку пригодности к применению в лаборатории реактивов с истекшим сроком хранения следует проводить в соответствии с [3] и порядком, установленным в лаборатории.

7.5 Условия окружающей среды должны обеспечивать правильность выполнения анализа и соответствовать требованиям, указанным в методиках анализа либо в инструкциях по эксплуатации оборудования.

8 Требования к обработке и представлению результатов анализа

8.1 За результат анализа принимают среднее значение (среднеарифметическое значение или медиану) результатов параллельных определений. Число параллельных определений указывают в методике анализа.

Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение показателя точности, указанное в методике анализа.

8.2 Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать предела повторяемости, значение которого указывают в стандарте на метод анализа. Если расхождение между результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, анализ повторяют.

Примечание — В стандартах, разработанных и утвержденных до 1996 г., установлен показатель сходимости, численно равный пределу повторяемости.

Допускается использовать также методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6, а также методы, приведенные в приложении В.

8.3 Результат анализа представляют в виде

$$\overline{X} \pm \Delta,$$

где $\overline{X}$ — результат анализа;

Δ — значение абсолютной погрешности.

9 Контроль качества результатов анализа

Контроль качества результатов анализа в лаборатории организуют и проводят согласно ГОСТ ИСО 5725-6, [1] и приложению Г. Периодичность проведения контрольных процедур и формы их регистрации приводят в документах лаборатории, устанавливающих порядок и содержание работ по организации контроля стабильности результатов анализа.

Контроль стабильности проводят в соответствии с положениями ГОСТ ИСО 5725-6, [1], [4] и приложения Д.

Приложение А
(рекомендуемое)

Показатели качества методики анализа и показатели качества результатов анализа (при реализации методики анализа в конкретной лаборатории)

Таблица А.1 — Показатели качества методики анализа в соответствии с [2]

Показатель качества (количественная характеристика) методики анализа	Формы представления показателей качества методики анализа	
	Приписанная характеристика погрешности, характеристики составляющих погрешности	Расширенная неопределенность, составляющие расширенной неопределенности
Показатель точности методики анализа — значение неопределенности (приписанной характеристики погрешности) методики анализа	Границы ($\Delta_н$, $\Delta_в$), в которых погрешность любого из совокупности результатов анализа, получаемых по данной методике, находится с принятой вероятностью P, или $\pm\Delta$ при $\Delta = \lvert\Delta_н\rvert = \Delta_в = Z\sigma(\Delta)$, где Z — квантиль распределения, зависящий от типа распределения и принятой вероятности P; $\sigma(\Delta)$ — среднее квадратическое отклонение погрешности результатов анализа, полученных во всех лабораториях, применяющих данную методику анализа	Расширенная неопределенность U, принятая для любого из совокупности результатов анализа, получаемых по данной методике, $U = k_{(p)} \cdot u_c$, где $k_{(p)}$ — коэффициент охвата; u_c — суммарная стандартная неопределенность, принятая для любого из совокупности результатов анализа, получаемых по данной методике
Показатель правильности методики анализа — значение неопределенности смещения (приписанной характеристики систематической погрешности) методики анализа	Границы ($\Delta_{с.н}$, $\Delta_{с.в}$), в которых систематическая погрешность методики анализа находится с принятой вероятностью P, или $\pm\Delta_с$ при $\Delta_с = \Delta_{с.в} = \lvert\Delta_{с.н}\rvert = Z\sigma(\Delta_с)$, где $\sigma(\Delta_с)$ — среднее квадратическое отклонение неисключенной систематической погрешности методики анализа	Расширенная неопределенность значения смещения $U(\hat{\theta})$, принятая для любого из совокупности результатов анализа, получаемых по данной методике $U(\hat{\theta}) = k_{(p)} \cdot u(\hat{\theta})$, где $u(\hat{\theta})$ — стандартная неопределенность значения смещения, принятая для любого из совокупности результатов анализа, получаемых по данной методике
Показатель повторяемости методики анализа — значение неопределенности (приписанной характеристики случайной погрешности) результатов единичных анализов, полученных в условиях повторяемости	Предел повторяемости r_n для n результатов параллельных определений, регламентируемых методикой анализа	
	Среднее квадратическое отклонение результатов единичных анализов σ_r, полученных по методике в условиях повторяемости	Стандартная неопределенность u_r, характеризующая разброс результатов единичных анализов, полученных по методике в условиях повторяемости
Показатель воспроизводимости методики анализа — значение неопределенности (приписанной характеристики случайной погрешности) результатов анализа, полученных в условиях воспроизводимости	Предел воспроизводимости R для двух результатов анализа	
	Среднее квадратическое отклонение всех результатов анализа, полученных по методике в условиях воспроизводимости σ_R	Стандартная неопределенность u_R, характеризующая разброс всех результатов анализа, полученных по методике в условиях воспроизводимости

Окончание таблицы А.1

Показатель качества (количественная характеристика) методики анализа	Формы представления показателей качества методики анализа	
	Приписанная характеристика погрешности, характеристики составляющих погрешности	Расширенная неопределенность, составляющие расширенной неопределенности
Показатель промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности — значение неопределенности (приписанной характеристики случайной погрешности) результатов анализа, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности	Предел внутрилабораторной прецизионности $R_л$ для двух результатов анализа	
	Среднее квадратическое отклонение всех результатов анализа, полученных по методике в условиях внутрилабораторной прецизионности $\sigma_{Rл}$	Стандартная неопределенность $u_{Rл}$, характеризующая разброс всех результатов анализа, полученных по методике в условиях внутрилабораторной прецизионности

Приложение Б
(справочное)

Рекомендуемые значения количества контрольных процедур в зависимости от общего числа проводимых анализов

Таблица Б.1 — Рекомендуемое число контрольных процедур за месяц в соответствии с [1]

Число анализируемых рабочих проб за месяц	Число контрольных процедур, не менее
Не более 10	2
От 11 до 20 включ.	3
От 21 до 50 включ.	4
От 51 до 100 включ.	7
От 101 до 200 включ.	10
От 201 до 500 включ.	12
Св. 500	15

Приложение В
(рекомендуемое)

Методы проверки приемлемости результатов, полученных в условиях повторяемости и воспроизводимости

В.1 Проверку приемлемости результатов параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, осуществляют при получении каждого результата анализа испытуемых проб.

В.2 Процедура проверки приемлемости результатов предусматривает сравнение абсолютного расхождения r_k между наибольшим $X_{max,n}$ и наименьшим $X_{min,n}$ результатами единичных анализов, выполненных в соответствии с методикой анализа, с пределом повторяемости r.

Если выполнено условие

$$r_k = X_{max,n} - X_{min,n} \le r, \quad (В.1)$$

то за окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение n результатов единичных анализов X_i (i = 1, …, n).

Если в методике анализа показатель повторяемости задан в виде среднего квадратического отклонения (СКО) повторяемости σ_r, то предел повторяемости вычисляют по формуле

$$r = Q(P, n) \cdot \sigma_r, \quad (В.2)$$

где $Q(P, n)$ — коэффициент, зависящий от числа результатов единичных анализов n, полученных в условиях повторяемости при доверительной вероятности P;

σ_r — СКО повторяемости, регламентированное в методике анализа.

Значения коэффициента Q при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице В.1.

Таблица В.1 — Значения коэффициента $Q(P, n)$ или $Q(P, n + m)$

n или $(n + m)$	$Q(P, n)$ или $Q(P, n + m)$	n или $(n + m)$	$Q(P, n)$ или $Q(P, n + m)$
2	2,8	7	4,2
3	3,3	8	4,3
4	3,6	9	4,4
5	3,9	10	4,5
6	4,0		

Если условие (В.1) не выполняется, проводят процедуру, описанную в В.3.

В.3 Проводят еще m параллельных определений, при этом $m = n$, если анализ не является дорогостоящим, и m = 1, если анализ дорогостоящий.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение $(n + m)$ результатов единичных анализов при выполнении условия

$$r_k = X_{max,n+m} - X_{min,n+m} \le CD_{0,95}(n + m), \quad (В.3)$$

где $X_{max,n+m}$ — максимальный из $(n + m)$ результатов единичных анализов;

$X_{min,n+m}$ — минимальный из $(n + m)$ результатов единичных анализов;

$CD_{0,95}(n + m)$ — значение критической разницы для числа результатов единичных анализов $(n + m)$.

Значение критической разницы $CD_{0,95}(n + m)$ вычисляют по формуле

$$CD_{0,95}(n + m) = Q(P, n + m) \cdot \sigma_r, \quad (В.4)$$

где $Q(P, n + m)$ — коэффициент, зависящий от числа результатов единичных анализов ($n + m$), полученных в условиях повторяемости при доверительной вероятности P;

σ_r — СКО повторяемости, регламентированное в методике анализа.

Значения коэффициента $Q(P, n + m)$ при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице В.1.

В.4 Если условие (В.3) не выполняется, необходимо выяснить причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа, и принять меры к их устранению или за окончательный результат анализа можно принять медиану X_{med} ($n + m$) результатов единичных анализов.

В.5 Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости R. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднее значение.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно ГОСТ ИСО 5725-6.

В.6 При оценке приемлемости двух результатов анализа, полученных по одной методике, но имеющих разные значения показателей прецизионности (когда показатели прецизионности различны для разных диапазонов значений определяемого показателя), предел повторяемости r, промежуточную прецизионность $R_{I(TO)}$ и предел воспроизводимости R вычисляют по формулам

$$r = 0,71\sqrt{r_1^2 + r_2^2}, \tag{В.5}$$

где r_1 и r_2 — пределы повторяемости для значений определяемого показателя пробы;

$$R_{I(TO)} = 0,71\sqrt{R_{I(TO)1}^2 + Rr_{I(TO)2}^2}, \tag{В.6}$$

где $R_{I(TO)1}$ и $R_{I(TO)2}$ — показатели промежуточной прецизионности для значений определяемого показателя пробы;

$$R = 0,71\sqrt{R_1^2 + R_2^2}, \tag{В.7}$$

где R_1 и R_2 — пределы воспроизводимости для значений определяемого показателя пробы.

Приложение Г
(рекомендуемое)

Контроль качества результатов анализа в лаборатории

Г.1 Контроль качества результатов анализа в пределах лаборатории осуществляют для методик анализа с установленными показателями точности (правильности и прецизионности) и введенных в действие в установленном порядке в соответствии с [1], [2] и ГОСТ ИСО 5725-6.

Г.2 При реализации методик анализа в лаборатории обеспечивают оперативный контроль качества результатов анализа. Алгоритм оперативного контроля качества результатов анализа должен быть приведен в документе на методику анализа.

Г.3 В качестве средств контроля могут быть использованы:

- образцы для контроля (ОК): стандартные образцы (СО) по ГОСТ 8.315 или аттестованные смеси (АС) по [4];
- рабочие пробы с известной добавкой определяемого компонента;
- рабочие пробы стабильного состава;
- рабочие пробы, разбавленные в определенном соотношении;
- другие методики анализа с установленными показателями точности (контрольные методики).

Г.4 Контроль процедуры анализа с применением ОК состоит в сравнении результата контрольного определения аттестованной характеристики образца для контроля $\overline{X}$ с аттестованным значением этой характеристики [1]. При этом применяемые ОК должны быть адекватны анализируемым пробам (возможные различия в составах анализируемых проб не должны вносить в результаты анализа статистически значимую погрешность). Желательно, чтобы погрешность аттестованного значения ОК составляла не более одной трети от характеристики погрешности, указанной в методике анализа.

Если при проведении контроля применяют ОК, которые не использовали при установлении показателя точности методики анализа, в случае превышения погрешности ОК одной трети погрешности, указанной в методике анализа, допускается норматив контроля K вычислять по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{ат}^2 + \Delta_{\overline{X}}^2}, \qquad (Г.1)$$

где $\Delta_{ат}$ — погрешность аттестованного значения ОК;

$\Delta_{\overline{X}}$ — значение показателя точности результатов определения соответствующей характеристики (характеристики, аттестованной в ОК) по методике анализа.

Г.5 Оперативный контроль процедуры анализа с применением метода добавок, контрольной методики анализа, метода разбавления пробы или метода варьирования навески реализуют в соответствии с алгоритмами, приведенными в [1].

Допускается использовать другие способы оперативного контроля процедуры анализа.

Г.6 Для проверки стабильности результатов анализа в пределах лаборатории используют процедуры контроля согласно ГОСТ ИСО 5725-6 и [1].

Г.7 Выбор способа контроля зависит от анализируемых объектов и показателей, методов анализа, стоимости и длительности проведения анализа и т. п.

Приложение Д
(рекомендуемое)

Контроль стабильности результатов анализа

Д.1 Результаты измерений, полученные при контроле погрешности результатов измерений, могут быть применены при реализации контроля стабильности.

Д.2 Контроль стабильности результатов измерений содержания компонентов рекомендуется проводить в соответствии с положениями ГОСТ ИСО 5725-6 и [1]. Процедуры контроля и их периодичность указывают в соответствующем руководстве по качеству или в контракте на поставку продукции. Если периодичность не указана, то при выборе числа контрольных процедур в зависимости от числа анализируемых проб руководствуются приложением Б.

Д.3 Параметры контрольных карт Шухарта для контроля стабильности повторяемости и погрешности рассчитывают в соответствии с [1].

Д.4 При построении контрольных карт Шухарта по оси ординат откладывают результат контрольной процедуры (r_k — при реализации контроля стабильности повторяемости, K — при реализации контроля стабильности погрешности), по оси абсцисс откладывают дату проведения анализа.

Признаком возможного нарушения стабильности процесса измерений служит появление на контрольной карте следующих особенностей: одна точка вышла за предел действия, все точки находятся по одну сторону от средней линии, шесть возрастающих (убывающих) точек подряд и др. [1].

Если появляется хотя бы один из вышеперечисленных признаков, необходимо проверить соблюдение условий хранения подготовленных проб для анализа, проведения пробоподготовки и выполнения измерений, а также условий эксплуатации применяемого оборудования.

Библиография

[1] РМГ 76—2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

[2] РМГ 61—2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

[3] РМГ 59—2019 Государственная система обеспечения единства измерений. Проверка пригодности к применению в лаборатории реактивов с истекшим сроком хранения способом внутрилабораторного контроля точности измерений

[4] РМГ 60—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

УДК 662.7:006.354 МКС 75.160.10

Ключевые слова: угли бурые, каменные и антрацит, общие требования к методам анализа

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.08.2022. Подписано в печать 24.08.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ» 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