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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ 33654— 2015**

# УГЛИ БУРЫЕ, КАМЕННЫЕ И АНТРАЦИТ

## Общие требования к методам анализа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

**Сведения о стандарте**

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 179 «Твердое минеральное топливо»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 10 декабря 2015 г. № 48)

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 |
|---|---|---|
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 февраля 2016 г. № 97-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33654—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2017 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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*

© Стандартинформ, 2016

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 . . . . . 3
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 . . . . . 6
Приложение В (рекомендуемое) Методы проверки приемлемости результатов, получаемых в условиях повторяемости и воспроизводимости . . . . . 7
Приложение Г (рекомендуемое) Контроль качества результатов анализа в лаборатории . . . . . 9
Приложение Д (рекомендуемое) Контроль стабильности результатов анализа . . . . . 10
Библиография . . . . . 11

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# УГЛИ БУРЫЕ, КАМЕННЫЕ И АНТРАЦИТ

## Общие требования к методам анализа

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

**Дата введения — 2017—04—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам анализа лигнитов, бурых и каменных углей, антрацитов, в том числе 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 стандарты:

ГОСТ 8.010—2013[1)] Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ ISO 562—2012[2)] Уголь каменный и кокс. Определение выхода летучих веществ

ГОСТ ISO 1171—2012[3)] Топливо твердое минеральное. Определение зольности

ГОСТ 2059—95 (ИСО 351—96) Топливо твердое минеральное. Метод определения общей серы сжиганием при высокой температуре

ГОСТ ИСО 5725-1—2003[4)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-6—2003[5)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 7303—90 Антрацит. Метод определения объемного выхода летучих веществ

ГОСТ 8606—93 (ИСО 334—92) Топливо твердое минеральное. Определение общей серы. Метод Эшка

ГОСТ 10742—71 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

---

[1)] На территории Российской Федерации также действует ГОСТ Р 8.563—2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений».

[2)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55660—2013 «Топливо твердое минеральное. Определение выхода летучих веществ».

[3)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55661—2013 «Топливо твердое минеральное. Определение зольности».

[4)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения».

[5)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

**Издание официальное**

ГОСТ 17070—2014 Угли. Термины и определения
ГОСТ ISO 17246—2012[1)] Уголь. Технический анализ
ГОСТ 27379—87 Топливо твердое. Методы определения погрешности отбора и подготовки проб
ГОСТ 33130—2014 Угли бурые, каменные и антрацит. Номенклатура показателей качества

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 ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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 ИСО/МЭК 17025 и настоящему стандарту.

Методики анализа, 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 ее валидация в соответствии с положениями ГОСТ ИСО/МЭК 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 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.

## 5 Требования к подготовке проб

Подготовка проб должна соответствовать ГОСТ 10742. 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 правильности при проведении измерений предпочтительно использование стандартных образцов утвержденного типа, а также референтных методик или методик 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 правильности.

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.

---

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53357—2009 «Топливо твердое минеральное. Технический анализ».

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 (ГСО) утвержденного типа.

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 и настоящего стандарта; установление характеристик точности (правильности и прецизионности) разрабатываемых методик проводят в соответствии со стандартами серии ГОСТ ИСО 5725, а также с учетом рекомендаций [2].

6.5 При наличии нескольких методов определения одного показателя выбор метода обусловлен наличием в лаборатории средств измерений, испытательного оборудования, материалов, а также целями и задачами испытаний (входной контроль или подтверждение соответствия, технология обогащения, геологоразведка, технология коксования, научные исследования и т. д.).

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

Для соблюдения норм прецизионности (повторяемости и воспроизводимости) при проведении измерений необходимо соблюдать следующие требования 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 — 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 должны строго соблюдаться 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 используется один и тот же муфель, его конструкция должна быть такой, чтобы работа на нем 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 применение реактивов более низкой квалификации при условии экспериментального подтверждения обеспечения метрологических характеристик результатов анализов, нормированных в методике анализа.

Применять реактивы можно только из потребительской тары с этикеткой фирмы-производителя с указанием товарного и химического названия вещества, химической формулы, даты изготовления, срока его хранения и, при наличии, особых условий хранения реактива.

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 приводится в методике анализа. Если расхождение между результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, процедуру анализа повторяют.

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

Могут быть использованы 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;

$\Delta$ — 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, рекомендаций [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 методик 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 |
| 1 | 2 | 3 |
| Показатель точности методики анализа — значения приписанной характеристики погрешности методики анализа | Среднее квадратическое отклонение — σ (Δ) погрешности результатов анализа, полученных во всех лабораториях, применяющих данную методику анализа | $u_c$ — суммарная стандартная неопределенность, принятая для любого из совокупности результатов анализа, получаемых по данной методике |
| | Границы ($\Delta_н$, $\Delta_в$) или ±Δ, в которых находится погрешность любого из совокупности результатов анализа, получаемых по данной методике<br>$\Delta = \lvert\Delta_н\rvert = \Delta_в = Z\sigma(\Delta)$,<br>где $Z$ — квантиль распределения, зависящий от типа распределения и принятой вероятности $P$ | Расширенная неопределенность $U$, принятая для любого из совокупности результатов анализа, получаемых по данной методике,<br>$U = k_{(p)}\, u_c$,<br>где $k_{(p)}$ — коэффициент охвата |
| Показатель правильности методики анализа — значения характеристики систематической погрешности методики анализа | Среднее квадратическое отклонение неисключенной систематической погрешности методики анализа — $\sigma(\Delta_c)$ | Стандартная неопределенность значения величины смещения $u(\hat{\theta})$, принятая для любого из совокупности результатов анализа, получаемых по данной методике |
| | Границы ($\Delta_{с.н}$, $\Delta_{с.в}$) или $\pm\Delta_c$, в которых систематическая погрешность методики анализа находится с принятой вероятностью $P$<br>$\Delta_{с.в} = \lvert\Delta_{с.н}\rvert = \Delta_c = Z\sigma_c$,<br>где $Z$ — квантиль распределения, зависящий от типа распределения и принятой вероятности $P$ | Расширенная неопределенность значения величины смещения $U(\hat{\theta})$, принятая для любого из совокупности результатов анализа, получаемых по данной методике $U(\hat{\theta}) = k_{(p)}u(\hat{\theta})$ |
| Показатель повторяемости методики анализа — характеристика случайной погрешности результатов единичного анализа, полученных в условиях повторяемости | Предел повторяемости — $r_n$ для $n$ результатов параллельных определений, регламентируемых методикой анализа | |
| | Среднее квадратическое отклонение результатов единичного анализа, полученных по методике в условиях повторяемости $\sigma_r$ | Стандартная неопределенность — $u_r$, характеризующая разброс результатов единичного анализа, полученных по методике в условиях повторяемости |
| Показатель воспроизводимости методики анализа — характеристика случайной погрешности результатов единичного анализа, полученных в условиях повторяемости | Предел воспроизводимости — $R_n$ для $n$ результатов параллельных определений, регламентируемых методикой анализа | |
| | Среднее квадратическое отклонение результатов единичного анализа, полученных по методике в условиях воспроизводимости $\sigma_R$ | Стандартная неопределенность — $u_R$, характеризующая разброс результатов единичного анализа, полученных по методике в условиях воспроизводимости |
| Показатель промежуточной прецизионности — характеристика случайной погрешности результатов анализа, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности | Предел промежуточной прецизионности — $R_П$ для двух результатов параллельных определений, регламентируемых методикой анализа | |
| | Среднее квадратическое отклонение результатов единичного анализа, полученных по методике в условиях промежуточной прецизионности $\sigma_{RTO}$ | Стандартная неопределенность — $u_{RTO}$, характеризующая разброс результатов единичного анализа, полученных по методике в условиях промежуточной 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 | 3 |
| От 21 до 50 | 4 |
| От 51 до 100 | 7 |
| От 101 до 200 | 10 |
| От 201 до 500 | 12 |
| Св. 500 | 15 |

**Приложение В**
**(рекомендуемое)**

## Методы проверки приемлемости результатов, получаемых в условиях повторяемости и воспроизводимости

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

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

Если выполнено условие

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

то за результат анализа принимают среднеарифметическое значение $n$ результатов единичного анализа $X_i (i = 1,..., n)$.

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

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

где Q(P, n) — коэффициент, зависящий от числа $n$ результатов единичного анализа, полученных в условиях повторяемости и доверительной вероятности $P$. Значения коэффициента Q для принятой вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице В.1;

$\sigma_r$ — СКО повторяемости, регламентированное в методике анализа.

Таблица В.1 — Значения коэффициента Q(P, n)

| $n$ или $(n + m)$ | Q(P, n) | $n$ или $(n + m)$ | Q(P, n) |
|---|---|---|---|
| 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 Получают еще $m$ параллельных определений, при этом $m = n$, если анализ не является дорогостоящим, и $m = 1$, если анализ дорогостоящий.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение $n + m$ результатов единичного анализа при выполнении условия

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

где $X_{max,\,n+m}$ — максимальный из $n + m$ результатов единичного анализа;

$X_{min,n+m}$ — минимальный из $n + m$ результатов единичного анализа;

$CR_{0,95}(n + m)$ — значение критического диапазона для числа результатов единичного анализа $n + m$.

Значение критического диапазона $CR_{0,95}(n + m)$ рассчитывают по формуле

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

где Q(P, n + m) — коэффициент, зависящий от числа $n + m$ результатов единичного анализа, полученных в условиях повторяемости и доверительной вероятности $P$. Значения коэффициента Q(P, n + m) для принятой вероятности P = 0,95 приведены в таблице В.1;

$\sigma_r$ — СКО повторяемости, установленное в методике анализа.

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 может быть принята медиана $X_{med(n+m)}$ $(n + m)$ результатов единичного анализа.

В.5 Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их общее 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 анализа с различными значениями показателей прецизионности (при их интервальном представлении), пределы повторяемости $r$, промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$ и воспроизводимости $R$ рассчитывают по формулам:

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

где $r_1$ и $r_2$ — показатели повторяемости для значения определяемого компонента в пробе;

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

где $R_{I(TO)1}$ и $R_{I(TO)2}$ — показатели промежуточной прецизионности;

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

где $R_1$ и $R_2$ — показатели воспроизводимости.

**Приложение Г**
**(рекомендуемое)**

## Контроль качества результатов анализа в лаборатории

Г.1 Контроль точности результатов анализа в пределах лаборатории осуществляют для методик анализа с установленными показателями точности (правильности и прецизионности) и допущенными к применению в установленном порядке в соответствии с рекомендациями [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 образцов для контроля (ОК) состоит в сравнении результата контрольного определения аттестованной характеристики образца для контроля $\overline{X}$ с аттестованным значением С по [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). Погрешность аттестованного значения ОК должна быть не более одной трети от характеристики погрешности результатов анализа.

Если при проведении контроля применяют образцы для контроля, которые не использовались при установлении показателя точности результатов анализа, в случае превышения погрешности ОК одной трети погрешности методики анализа допускается норматив контроля $K$ рассчитывать по формуле

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

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

$\Delta_{\overline{X}}$ — значение показателя точности результатов анализа, соответствующее аттестованному значению ОК.

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 и 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, [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 объема 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 пределы действия; все точки подряд находятся по одну сторону от средней линии; шесть возрастающих (убывающих) точек подряд.

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—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

[2] РМГ 61—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

[3] РМГ 59—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Проверка к 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: топливо твердое минеральное, методы анализа, общие требования

Редактор *И.В. Кириленко*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 16.05.2016. Подписано в печать 20.05.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,40. Тираж 37 экз. Зак. 1314.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru