

# МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИСПЫТАНИЙ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ЦЕЛЯХ ОЦЕНКИ СООТВЕТСТВИЯ

**К.В. Шаталов**

*ФАУ 25 Государственный научно-исследовательский институт химмотологии Министерства обороны Российской Федерации, г. Москва*

С использованием методов системного анализа обоснована системная цель метрологического обеспечения испытаний нефтепродуктов – получение точной, полной и достоверной измерительной информации о составе и свойствах нефтепродуктов, которая достигается через решение двух частных целей:

- а) создание условий для получения результатов испытаний с требуемой точностью;
- б) достижение такого состояния процесса испытаний, которое обеспечивало бы получение точной и достоверной измерительной информации о составе и свойствах нефтепродуктов.

Раскрытие первой и второй частных целей образует структуру системы метрологического обеспечения испытаний нефтепродуктов, представляющую собой совокупность традиционных элементов и процессов метрологического обеспечения и процедур управления процессом испытаний нефтепродуктов. В разработанной структуре системы метрологического обеспечения испытаний нефтепродуктов используются как известные общепризнанные элементы и процессы метрологического обеспечения, так и новые элементы и процессы, отражающие специфику процесса испытаний как объекта метрологического обеспечения. В частности, для подтверждения метрологической пригодности методик испытаний нефтепродуктов предложено использовать процедуры валидации и верификации, показана необходимость верификации операторов, проводящих испытания.

В целях снижения погрешности испытаний нефтепродуктов обоснована необходимость включения в систему метрологического обеспечения мероприятий по управлению процессом испытаний нефтепродуктов в лаборатории. Показана такая последовательность действий по метрологическому обеспечению испытаний нефтепродуктов, которая позволяет добиться такого состояния процесса испытаний, в котором погрешность получаемых результатов находится в определенных статистически обоснованных границах, а достоверность результатов испытания подтверждается стабильностью значений погрешности.

*Ключевые слова: нефтепродукты, испытания, измерения состава и свойств, метрологическое обеспечение, управление процессом.*

## ВВЕДЕНИЕ

В целях предотвращения реализации неконтролируемых процессов в Российской Федерации функционирует многоступенчатая система контроля качества, предусматривающая лабораторные испытания на всех этапах движения нефтепродуктов от производителя к потребителю [1]. Каждая партия нефтепродуктов, выпускаемых в обращение и находящихся в обращении на рынке Таможенного союза, сопровождается паспортом качества, содержащим сведения о нормативных и фактических значениях показателей качества.

Точность и достоверность информации о качестве нефтепродуктов прямо связана с уровнем метрологического обеспечения лаборатории, проводящей их испытания. Справедлива следующая логическая цепочка:

совершенствование метрологического обеспечения испытаний → повышение точности и достоверности результатов испытаний → повышение достоверности оценки качества нефтепродуктов → повышение качества и конкурентоспособности продукции.

В настоящее время практическая работа по метрологическому обеспечению испытаний нефтепродуктов проводится в соответствии с ГОСТ Р 51672 «Метрологическое обеспечение испытаний продукции для целей подтверждения соответствия. Основные положения». При этом основной задачей метрологического обеспечения испытаний считается создание необходимых условий для получения достоверной информации о значениях показателей качества продукции. Под созданием необходимых условий понимается:

- разработка методик испытаний, обеспечивающих получение результатов испытаний с погрешностью и воспроизводимостью, не выходящих за пределы установленных норм;
- разработка программ испытаний, обеспечивающих получение достоверной информации о значениях показателей качества продукции;
- проведение метрологической экспертизы программ и методик испытаний;
- поверка или калибровка средств измерений;
- аттестация испытательного оборудования;
- аттестация методик выполнения измерений и методик испытаний;

- подготовка персонала испытательных подразделений к выполнению измерений и испытаний, техническому обслуживанию и аттестации испытательного оборудования [2].

Однако практика показывает, что полное выполнение требований ГОСТ Р 51672 не гарантирует получение в испытательной лаборатории точных и достоверных результатов о составе и свойствах нефтепродуктов. Зачастую нарушения в процессе проведения испытаний нефтепродуктов, ошибки операторов, их недостаточная квалификация приводят к получению искаженных результатов. Это обуславливает необходимость формирования нового подхода к организации метрологического обеспечения испытаний нефтепродуктов.

Целью данной работы является обоснование такой структуры системы метрологического обеспечения в лабораториях организаций нефтепродуктообеспечения, которая гарантирует получение точной и достоверной информации о составе и свойствах нефтепродуктов.

### ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ

Известно, что комплексный системный подход, реализующий весь возможный арсенал средств и методов, позволяет успешно решать различные научно-технические проблемы. Поэтому для достижения поставленной цели использовали известные приемы системного анализа [3, 4].

Из теоретических положений системного анализа известно, что системная цель является главным системообразующим фактором, она сама по себе продуцирует систему как целое, обуславливает структуру системы. Системная цель является внешним фактором – она формируется в надсистеме, системе верхнего уровня [3, 4].

Для системы метрологического обеспечения измерений состава и свойств нефтепродуктов системная цель формируется надсистемой подтверждения соответствия (контроля качества) нефтепродуктов. Из структурной схемы оценки соответствия нефтепродуктов (рис. 1) следует, что измерения показателей, характеризующих состав и свойства нефтепродуктов, являясь подсистемой в общей системе подтверждения соответствия, должны быть ориентированы на получение измерительной информации о составе и свойствах нефтепродуктов, обладающей качествами необходимыми для выдачи заключения о соответствии нефтепродукта установленным требованиям (заключения о возможности применения нефтепродукта по назначению). Многолетняя практика показала, что информация о составе и свойствах нефтепродуктов должна обладать следующими свойствами – точностью, полнотой и достоверностью.

Таким образом, системной целью метрологического обеспечения подтверждения

соответствия нефтепродуктов является получение полной, точной и достоверной информации о составе и свойствах нефтепродуктов.

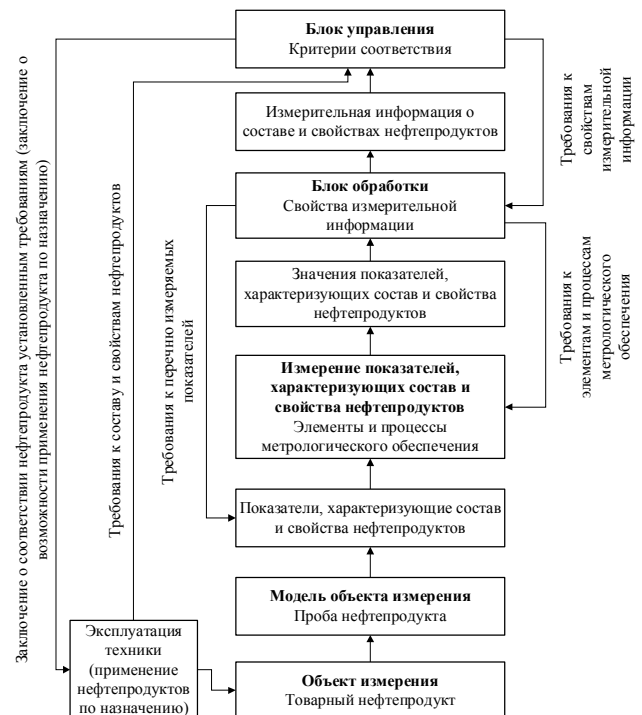


Рис.1. Структурная схема подтверждения соответствия нефтепродуктов

Рассматривая полноту как свойство измерительной информации, определяющее её достаточность для понимания состояния наблюдаемого объекта и принятия необходимого управляющего решения [7], уточним это понятие для случая измерений состава и свойств нефтепродуктов – количество измерительной информации должно быть достаточно для всесторонней оценки всего комплекса физико-химических и эксплуатационных свойств нефтепродуктов. Перечень измеряемых показателей формируется специалистами-химмотологами, исходя из принципа разумной достаточности.

Точность является естественным требованием к любой измерительной информации. Получение результата измерения максимально приближенного к действительному значению измеряемой величины, является главной задачей любой испытательной лаборатории [5,6].

Используя определение из ГОСТ Р 8.820 «достоверность измерительной информации: свойство измерительной информации быть правильно воспринятой и однозначно интерпретированной для принятия управляющих решений» [7, п.3.3], уточним требования к достоверности измерительной информации о составе и свойствах нефтепродуктов. В данном случае под достоверностью информации будем понимать ее обоснованность, доказательность и беспорность. Соответственно под достоверностью

измерительной информации о составе и свойствах нефтепродуктов (результатов испытаний нефтепродуктов) понимается свойство измерительной информации, отражающее ее обоснованность, доказательность и бесспорность. Вопрос о том, насколько обоснованы, доказательны и бесспорны результаты испытаний всегда актуален, особенно в случаях принятия решения о несоответствии установленным требованиям той или иной партии нефтепродуктов, возникновения спорной ситуации в оценке качества нефтепродуктов. В Руководстве СИТАС/EURANEM прямо указано, что «ценность результата химического анализа зависит от степени достоверности, которую можно от него ожидать» [8]. Достоверность измерительной информации о составе и свойствах нефтепродуктов должна обеспечиваться как со стороны химмотологии, так и со стороны метрологии. Химмотологи должны гарантировать то, что измеряемый показатель однозначно и полно характеризует рассматриваемое свойство. Метрологи должны гарантировать то, что наблюдаемое значение результата измерения однозначно характеризует действительное значение измеряемой величины и находится в пределах заданной неопределенности измерения.

Обозначив системную цель метрологического обеспечения измерений состава и свойств нефтепродуктов, определим её структуру. Под структурой системной цели принято понимать совокупность взаимоувязанных частных целей, достижение которых необходимо и достаточно для реализации системной цели [4].

Общеизвестно, что получение точного результата измерения невозможно без создания соответствующих условий. Поэтому первой частной целью системы метрологического обеспечения измерений состава и свойств нефтепродуктов является создание условий для получения результатов измерений показателей, характеризующих эксплуатационные свойства с требуемой точностью.

Исходя из поставленной системной цели, логично было бы предложить в качестве второй частной цели оценку уровня точности и достоверности наблюдаемого результата измерения. Однако следует учитывать, что оценить уровень точности и достоверности результата испытания отдельной рабочей (рутинной) пробы нефтепродукта невозможно. Количественной мерой точности является погрешность результата испытания  $\Delta$ , которая представляет собой разность между измеренным  $X_{изм}$  и действительным  $X_d$  измеренной величины:

$$\Delta = X_{изм} - X_d$$

Нахождение действительного значения измеряемой величины является сложной метрологической задачей, на практике она

реализуется со значительными допущениями только в ходе проведения специальных исследований (межлабораторных сравнительных испытаний) и при установлении аттестованных значений стандартных образцов. Как правило, в лаборатории ежедневно испытывается большое число разнообразных проб нефтепродуктов, отличающихся по своему способу производства, составу и свойствам. Испытательная лаборатория не имеет и не может иметь информации о действительном значении измеряемой величины  $X_d$  каждой рабочей (рутинной) пробы нефтепродукта, ежедневно поступающих на испытания. Поэтому невозможным становится и определение погрешности каждого отдельного результата, получаемого в испытательной лаборатории.

На практике возможно оценить качество *процесса испытаний* в лаборатории, как по каждому реализованному методу испытаний в отдельности, так и за лабораторию в целом. Следовательно, рассматривая задачу оценки точности того или иного результата испытаний мы фактически говорим об оценке качества процесса испытаний в конкретной лаборатории, получивший этот результат [9, 10]. Оценка состояния того или иного процесса является первым шагом для управления этим процессом, придания ему необходимого направления. И логичным является не только оценивать состояние процесса испытания лаборатории, но и управлять им. Целью управления должно стать такое состояние процесса испытаний, которое гарантировало бы получение точных и достоверных результатов испытаний нефтепродуктов. Следовательно, второй частной целью системы метрологического обеспечения испытаний нефтепродуктов должно стать достижение такого состояния процесса испытаний (измерений состава и свойств), которое гарантировало бы получение точной и достоверной измерительной информации о составе и свойствах нефтепродуктов.

Таким образом, на основе анализа структурной схемы подтверждения соответствия нефтепродуктов была определена системная цель метрологического обеспечения испытаний нефтепродуктов – получение точной, полной и достоверной измерительной информации об эксплуатационных свойствах нефтепродуктов, которая достигается через решение двух частных целей:

- а) создание условий для получения результатов испытаний с требуемой точностью;
- б) достижение такого состояния процесса испытаний, которое обеспечивало бы получение точной и достоверной измерительной информации о составе и свойствах нефтепродуктов.

Первой частной цели соответствует существующая структура системы метрологического обеспечения предусмотренная ГОСТ Р 51672 [2]. Вторая частная цель требует развития системы

метрологического обеспечения испытаний нефтепродуктов за счет внедрения новых компонентов, обеспечивающих получение точной и достоверной измерительной информации об эксплуатационных свойствах нефтепродуктов. Раскрытие первой и второй частных целей образует структуру системы метрологического обеспечения

испытаний нефтепродуктов (табл. 1), представляющую собой совокупность традиционных элементов и процессов метрологического обеспечения и процедур управления процессом испытаний нефтепродуктов.

**Табл.1. Структура системы метрологического обеспечения подтверждения соответствия нефтепродуктов**

1	Метрологическое подтверждение пригодности элементов и процессов системы метрологического обеспечения подтверждения соответствия нефтепродуктов		
1.1	Методика измерения показателя, характеризующего состав (свойства) нефтепродуктов		
	1.1.1	Правила аттестации методик измерения	
		1.1.1.1	Аккредитация юридических лиц на право аттестации методик измерений в национальной системе аккредитации
	1.1.2	Методы определения показателей точности, правильности и прецизионности методик измерения показателей, характеризующих состав (свойства) нефтепродуктов	
1.2	Методики испытаний нефтепродуктов		
	1.2.1	Валидация методики испытаний нефтепродуктов	
		1.2.1.1	Процедуры валидации методик испытаний нефтепродуктов
	1.2.2	Верификация методики испытаний нефтепродуктов	
		1.2.2.1	Процедуры верификации методик испытаний нефтепродуктов
	1.2.3	Аккредитация испытательной лаборатории на компетентность в национальной системе аккредитации	
1.3	Испытательное оборудование (моторные и лабораторные стенды)		
	1.3.1	Техническое задание на проектирование испытательного оборудования	
		1.3.1.1	Метрологическая экспертиза технического задания на проектирование испытательного оборудования
	1.3.2	Рабочая конструкторская документация на изготовление испытательного оборудования	
		1.3.2.1	Метрологическая экспертиза рабочей конструкторской документации на изготовление испытательного оборудования
	1.3.3	Аттестация испытательного оборудования	
		1.3.3.1	Программа аттестации и методика аттестации испытательного оборудования
			1.3.3.1.1 Метрологическая экспертиза программы аттестации и методики аттестации испытательного оборудования
	1.3.3.2	Подтверждение компетентности в области аттестации испытательного оборудования	
1.4	Средства измерений		
	1.4.1	Испытание средства измерения в целях утверждения типа	
		1.4.1.1	Программа испытаний средства измерения в целях утверждения типа
		1.4.1.2	Акт испытаний средства измерений
		1.4.1.3	Описание типа средства измерения
	1.4.2	Схема передачи размера единицы	
		1.4.2.1	Эталоны единиц величин
		1.4.2.2	Методика поверки средства измерения
		1.4.2.3	Калибровочные лаборатории
			1.4.2.3.1 Аккредитация калибровочной лаборатории на право проведения поверки в национальной системе аккредитации
1.5	Химические реактивы и материалы		
	1.5.1	Подтверждение пригодности химических реактивов и материалов	
1.6	Оператор		
	1.6.1	Обучение	
	1.6.2	Экспериментальное подтверждение способности оператора проводить испытания с требуемой точностью (верификация оператора)	
1.7	Стандартные образцы состава и свойств нефтепродуктов		
	1.7.1	Определение метрологических характеристик стандартных образцов состава и свойств нефтепродуктов	
		1.7.1.1	Методы определения метрологических характеристик стандартных образцов состава и свойств нефтепродуктов
	1.7.2	Утверждение и регистрация стандартного образца	
		1.7.2.1	Метрологическая экспертиза технической документации и отчета о разработке стандартного образца эксплуатационных свойств нефтепродуктов
2	Мероприятия по снижению погрешности испытания		
2.1	Контроль точности результатов испытаний отдельного оператора		
	2.1.1	Оценка приемлемости результатов параллельных испытаний	
		2.1.1.1	Метод оценки приемлемости результатов параллельных испытаний
	2.1.2	Оперативный контроль точности результата испытания с использованием стандартного образца состава и свойств нефтепродуктов	
		2.1.2.1	Метод оперативного контроля точности результата испытания с использованием стандартного образца состава и свойств нефтепродуктов
2.2	Статистический контроль процедуры выполнения испытаний нефтепродуктов		
	2.2.1	Периодическая проверка подконтрольности процедуры выполнения испытаний нефтепродуктов	
		2.2.1.1	Методы периодической проверки подконтрольности процедуры выполнения испытаний нефтепродуктов с

			использованием стандартного образца состава и свойств нефтепродуктов
	2.3	Статистическое управление процессом испытаний нефтепродуктов	
		2.3.1	Способы управления процессом испытаний нефтепродуктов
		2.3.1.1	Алгоритмы построения контрольных карт Шухарта для контроля стабильности процесса испытаний нефтепродуктов
		2.3.1.2	Алгоритмы построения контрольных карт кумулятивных сумм для контроля стабильности процесса испытаний нефтепродуктов
3	Научно-технические основы испытаний нефтепродуктов		
	3.1	Научные основы обработки результатов многократных измерений показателей, характеризующих состав и свойств нефтепродуктов	
		3.1.1	Закон распределения результатов измерений показателей, характеризующих состав и свойств нефтепродуктов
		3.1.1.1	Обобщенная вероятностная модель результатов испытаний нефтепродуктов
		3.1.1.2	Алгоритмы обработки результатов многократных измерений показателей, характеризующих состав и свойств нефтепродуктов
	3.2	Нормативно-техническая база испытаний нефтепродуктов	
		3.2.1	Нормативно-технические документы, регламентирующие порядок проведения испытаний нефтепродуктов
		3.2.2	Документы по стандартизации, содержащие методики испытаний нефтепродуктов
		3.2.2.1	Нормативно-технические документы, регламентирующие требования к методикам испытаний нефтепродуктов
	3.3	Нормативно-технические основы метрологического обеспечения испытаний нефтепродуктов	
		3.3.1	Нормативно-технические документы, регламентирующие порядок метрологического обеспечения испытаний нефтепродуктов
		3.3.1.1	Нормативно-технические документы, регламентирующие отдельные процессы метрологического обеспечения испытаний нефтепродуктов
		3.3.1.2	Нормативно-технические документы, устанавливающие требования к отдельным элементам метрологического обеспечения испытаний нефтепродуктов
		3.3.1.3	Нормативно-технические документы, содержащие методы обработки экспериментальной информации, необходимой для реализации различных процессов метрологического обеспечения испытаний нефтепродуктов

В представленной структуре системы метрологического обеспечения испытаний нефтепродуктов используются как известные общепризнанные элементы и процессы метрологического обеспечения, так и новые элементы и процессы, отражающие специфику процесса испытаний как объекта метрологического обеспечения.

Остановимся на ключевых моментах предлагаемых элементов и процессов метрологического обеспечения испытаний нефтепродуктов. Методику испытаний нефтепродуктов следует рассматривать как совокупность методики измерений показателей, характеризующих состав (свойства) нефтепродуктов и правил отбора проб нефтепродуктов, которые позволяют распространить результаты измерений свойств пробы нефтепродукта на весь объем нефтепродукта, находящегося в том или ином средстве хранения [11]. Как элемент метрологического обеспечения методики испытаний следует рассматривать с двух точек зрения – химотологической и метрологической. Процессом, подтверждающим пригодность методики испытаний нефтепродуктов как с позиции химотологии, так и с позиции метрологии является валидация, которая представляет собой документированную процедуру подтверждения пригодности методики испытаний для достижения поставленных целей, включающая исследование и предоставление объективных доказательств того, что методика позволяет получать достоверную информацию о заданном свойстве испытуемого нефтепродукта [12].

Валидация методик испытаний нефтепродуктов проводится в два этапа:

- определение валидационных характеристик, проводится самостоятельно в организации-разработчике методики испытаний нефтепродуктов;
- определение показателей точности методики испытаний нефтепродуктов, проводится в форме аттестации методики измерения показателей, характеризующих состав (свойства) нефтепродуктов.

Экспериментальные исследования по оценке показателей точности методики испытаний нефтепродуктов проводит организация-разработчик. Аттестацию методики измерения проводят организации, аккредитованные в области обеспечения единства измерений, согласно требований приказа Минпромторга РФ от 15 декабря 2015 г. № 4091 [13].

В ходе проведения валидации методики испытаний нефтепродуктов оцениваются следующие валидационные характеристики:

- пригодность испытательного оборудования;
- диапазон определяемых величин;
- чувствительность;
- устойчивость (робастность);
- сравнение вновь разработанной методики с уже известными методиками, имеющими сходное функциональное назначение.

Перечень контролируемых в ходе валидации характеристик и объем работ, необходимых для установления этих характеристик (далее – степень валидации) зависит от уровня новизны методики. Для вновь разработанной методики необходимо проводить валидацию в полном объеме. Для пересматриваемых или модернизированных методик

требуемая степень валидации зависит от характера изменений, внесенных в методику – чем существеннее внесенные изменения, тем шире перечень характеристик и объем валидационных работ.

Из-за комплексного воздействия большого числа факторов (например, различия в применяемом испытательном оборудовании, средствах измерения, ошибок оператора и т.д.) метрологические характеристики одной и той же методики испытания при ее внедрении в разных лабораториях могут быть совершенно различными. Поэтому при внедрении в практику своей деятельности стандартизированной или аттестованной методики испытаний необходимо проводить ее верификацию (подтверждение ее реализуемости в условиях данной лаборатории с установленными показателями точности). Порядок верификации методик количественного химического анализа (подтверждения соответствия установленным требованиям) изложен в рекомендациях по метрологии Р 50.2.060-2008 [14].

Особым элементом метрологического обеспечения является оператор, проводящий испытания нефтепродуктов, так как качество подавляющего большинства проводимых операций зависит от уровня его квалификации. К квалификации сотрудников испытательной лаборатории предъявляются следующие требования – они должны иметь высшее, среднее профессиональное или дополнительное профессиональное образования по профилю, соответствующему области деятельности лаборатории и стаж работы по подтверждению соответствия в области деятельности лаборатории не менее двух лет [15]. Однако практика показывает, что наличие образования и опыта работы не гарантирует способность оператора правильно проводить испытания, получать точные результаты, проводить техническое обслуживание испытательного оборудования. Метрологическую пригодность оператора следует подтверждать в ходе верификации. Верификация оператора представляет собой документированную процедуру доказательства того, что данный сотрудник лаборатории способен проводить испытания в соответствии с требованиями методики испытаний и получать результаты с установленной в методике повторяемостью (сходимостью).

Процедуру верификации оператора осуществляют путем:

- проверки соответствия операций и приемов, осуществляемых оператором, требованиям методики испытаний;
- экспериментальное определение характеристик случайной погрешности при реализации методики испытаний данным оператором.

Эксперимент заключается в многократном повторении (не менее 20 раз) испытаний одной и той

же пробы товарного нефтепродукта. Значение стандартного отклонения экспериментальных данных  $\hat{S}$  сравнивают с нормативным значением стандартного отклонения повторяемости  $\sigma_r$ , указанным в методике испытания нефтепродукта. Если  $\hat{S} < \sigma_r$ , работа оператора признается удовлетворительной и он допускается к самостоятельному проведению испытаний. Если  $\hat{S} \geq \sigma_r$ , работа оператора признается неудовлетворительной, проводится дополнительное обучение.

В представленной структуре системы метрологического обеспечения (табл. 1) следует выделить следующие подсистемы: организационно-техническую (п.3.2 табл. 1), метрологическую (п.1 табл.1), управляющую (п.2 табл. 1) и измерительную. Подсистема измерений представляет собой совокупность элементарных измерительных звеньев: измерение  $i$ -ого показателя, характеризующего  $j$ -ое эксплуатационное свойство  $k$ -го нефтепродукта по  $n$ -ой методике измерения с использованием  $l$ -ного испытательного оборудования,  $q$ -ных средств измерения,  $g$ -ых химических реактивов  $m$ -ным оператором. Будем считать, что два элементарных измерительных звена различны, если отличаются хотя бы одной составляющей (показатель, свойство и т.д.). Совокупность элементарных измерительных звеньев по  $k$ -ому нефтепродукту образует подсистему измерений по какой-либо группе нефтепродуктов, например, подсистему измерения эксплуатационных свойств дизельного топлива.

Покажем взаимосвязь и взаимодействие всех указанных подсистем. Проведение измерительных процедур невозможно без базовых элементов – методик измерений и испытаний, испытательного оборудования, средств измерений, химических реактивов, операторов. Успешное функционирование измерительной подсистемы невозможно без подтверждения метрологической пригодности вышеуказанных базовых элементов:

- аттестации методики измерения с использованием соответствующего стандартного образца на основе применения методов экспериментального определения показателей прецизионности, правильности и точности;
- аттестации испытательного оборудования с использованием соответствующего стандартного образца;
- проверки средств измерения на основе государственных поверочных схем;
- документальной или экспериментальной проверки пригодности химических реактивов;
- экспериментального подтверждения возможности оператора проводить измерения с установленным уровнем точности.

Точность и достоверность рабочего (ежедневно получаемого) результата испытаний может быть

подтверждена только в ходе статистического управления процессом испытаний нефтепродуктов [16, 17]. Под статистическим управлением процессом испытаний нефтепродуктов понимается метод мониторинга процесса испытаний нефтепродуктов в лаборатории с использованием статистических инструментов с целью управления качеством результатов испытаний [10].

В соответствии с обозначенной системной целью рассмотрим функционирование системы метрологического обеспечения испытаний как временную последовательность условных этапов деятельности.

Первым этапом метрологического обеспечения (условно обозначим его «предупреждающие действия») является формирование условий для получения результатов с требуемой точностью, при этом задействуются элементы и процессы, указанные в п.1 и п. 3 табл.1. В этой деятельности участвует как собственно испытательная лаборатория, так и внешние метрологические организации. Испытательная лаборатория верифицирует методику испытаний нефтепродуктов, приобретает испытательное оборудование, разрабатывает программу и методику его аттестации, выбирает и приобретает необходимые средства измерений, представляет их на поверку, проводит обучение и верификацию оператора. Внешние организации, аккредитованные в области обеспечения единства измерений, проводят метрологическую экспертизу, аттестацию методик измерений показателей, характеризующих состав (свойства) нефтепродуктов, проводят поверку средств измерений, принимают участие в аттестации испытательного оборудования.

После создания необходимых условий для испытаний нефтепродуктов, переходят ко второму этапу метрологического обеспечения (условно обозначим его «контролирующие действия») - контролю процесса испытаний нефтепродуктов, при этом задействуются элементы и процессы, указанные в п.2 табл.1. Эту деятельность осуществляет испытательная лаборатория собственными силами. Процесс испытаний нефтепродуктов, как и любой другой процесс, имеет некую изменчивость (вариацию). В случае нормального, устойчивого протекания процесса такая вариация естественна, находится в определенных пределах и может контролироваться. При отклонении от нормального, устойчивого состояния процесс показывает неконтролируемые изменения, которые не типичны и не постоянны для него. Поэтому весь комплекс причин приводящих к выводу процесса испытаний нефтепродуктов из нормального, устойчивого состояния можно условно разделить на две группы [18].

Первая группа - случайные или обычные причины внутренне присущие процессу испытаний,

обусловленные бесчисленным набором разнообразных факторов, присутствующих постоянно, которые нелегко или невозможно выявить. Каждая из таких причин составляет очень малую долю общей изменчивости, и ни одна из них не значима сама по себе. Тем не менее, сумма всех этих причин измерима и предполагается, что она внутренне присуща процессу испытаний нефтепродуктов. Полное исключение влияния случайных (обычных) причин на процесс испытаний нефтепродуктов невозможно, даже теоретически. Возможно только уменьшение их влияния на результат испытания. При воздействии только случайных (обычных) причин процесс испытаний нефтепродуктов находится в устойчивом состоянии и возможно предполагать, что и в дальнейшем испытания будут проходить нормально и устойчиво, а погрешность получаемых результатов будет находиться в определенных статистически обоснованных границах [10, 18].

Вторая группа - неслучайные или особые причины изменения. Они могут быть следствием некоторых внешних факторов, не присущих процессу испытаний внутренне. Эти особые причины приводят к появлению реальных, неконтролируемых перемен в процессе испытаний нефтепродуктов. Примером особых причин могут быть неисправность узлов и деталей испытательного оборудования, недостаточная квалификация персонала, невыполнение предписанных процедур испытания и т.д. Особые причины могут быть выявлены и устранены. Процесс измерений свойств нефтепродуктов будет проходить нормально и устойчиво и, следовательно, можно предсказывать его ход до тех пор, пока особые причины не станут воздействовать на него. При воздействии «особых» причин погрешность получаемых результатов будет превышать статистически обоснованные границы, а результат испытаний не может быть предсказан, из-за отсутствия информации о результатах этих воздействий [10, 18].

Основной задачей второго этапа метрологического обеспечения («контролирующих действий») является выявление момента времени, когда на процесс испытаний начинает воздействовать какая-либо особая причина. Контроль заключается в систематическом проведении специальных контрольных процедур и определении статистической оценки той или иной характеристики погрешности измерений [19].

Информация о наличии особой причины изменчивости является исходной для реализации третьего этапа метрологического обеспечения (условно назовем его «корректирующие действия»). На этом этапе процесс испытаний останавливается и проводится выявление и устранение «дефектных» элементов путем проверки метрологической

пригодности элементов, указанных в п.1 табл.1. Реализация процедур проверки метрологической пригодности позволяет выявить «дефектные» элементы, например, нестабильно функционирующее испытательное оборудование или оператора, нарушающего процедуру испытаний. Надлежащее воздействие на «дефектные» элементы, например, ремонт испытательного оборудования или обучение оператора, позволяет устранить воздействие особых (неслучайных) причин на процесс испытаний.

Комплекс взаимосвязанной деятельности «предупреждающие действия» - «контролирующие действия» - «корректирующие действия» позволяют добиться такого состояния процесса испытаний нефтепродуктов, из которого удалены все особые причины изменчивости, а наблюдаемая изменчивость объясняется постоянной системой случайной причин, внутренне присущих процессу. Такое состояние процесса принято называть статистически управляемым [10, 18]. Оно является наиболее желательным для лаборатории, так как при этом процесс имеет предсказуемые параметры – погрешность получаемых результатов находится в определенных статистически обоснованных границах, достоверность результатов испытания подтверждается стабильностью значений погрешности.

Включение в систему метрологического обеспечения лаборатории блоков контролирующих и корректирующих действий позволяет говорить о системе управления (менеджмента) измерениями состава и свойств нефтепродуктов в лаборатории, которая должна рассматриваться как составная часть общей системы управления (менеджмента) качеством в лаборатории по ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [20].

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Таким образом, система метрологического обеспечения испытаний нефтепродуктов в лаборатории должна представлять собой комплекс организационных форм, методических приемов и материальных объектов, охватывающих весь процесс испытаний нефтепродуктов и обеспечивающих получение в лаборатории измерительной информации о составе и свойствах нефтепродуктов обладающей необходимым уровнем полноты, точности и достоверности.

2. Показано, что для гарантированного получения точной и достоверной измерительной информации о составе и свойствах нефтепродуктов система метрологического обеспечения должна быть дополнена процедурами управления процессом испытаний нефтепродуктов.

3. Представленная структура системы метрологического обеспечения может рассматриваться как система управления (менеджмента) измерениями состава и свойств

нефтепродуктов в лаборатории, входящая в надсистему управления (менеджмента) качеством в лаборатории по ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

### СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Приказ Минэнерго РФ от 19 июня 2003 г. № 231 «Об утверждении Инструкции по контролю и обеспечению сохранения качества нефтепродуктов в организациях нефтепродуктообеспечения».
2. ГОСТ Р 51672-2000 Метрологическое обеспечение испытаний продукции для целей подтверждения соответствия. Основные положения [Текст] – Введ. 2001-07-01. – М.: ИПК Изд-во стандартов, 2004 – 19 с.
3. Качала, В.В. Основы теории систем и системного анализа. Учебное пособие для вузов [Текст] / В.В. Качала. – 2-е изд., испр. – М.: Горячая линия – Телеком, 2012. – 210 с.
4. Грановский, В.А. Системная метрология: метрологические системы и метрология систем [Текст] / В.А. Грановский. – СПб.; ГНЦ РФ ЦНИИ «Электроприбор», 1999. – 360 с.
5. Brown, R.J.C. How should metrology bodies treat method-defined measurands? [Электронный ресурс] / R.J.C. Brown, H. Andres // Accreditation and Quality Assurance. – 2020. – vol. 25. – issue 2. – p.161-166. – Режим доступа: <http://doi.org/10.1007/s00769-020-01424-w>
6. Vardeman, S. An Introduction to Statistical Issues and Methods in Metrology for Physical Science and Engineering [Электронный ресурс] / S. Vardeman, M. Hamada, T. Burr, M. Morris, J. Wendelberger, J. Marcus Jobe // Journal of Quality Technology. – 2014. – vol. 46. – issue 1. – p.33-62. – Режим доступа: <http://doi.org/10.1080/00224065.2014.11917953>
7. ГОСТ Р 8.820-2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрологическое обеспечение. Основные положения [Текст]. – Введ. 2015-01-01. – М.: Стандартинформ, 2014. – 18 с.
8. EURACHEM / CITAC Guide CG4 Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement [Электронный ресурс] – Third edition. - 2012. – Режим доступа: <http://eurachem.org>.
9. Шаталов, К.В. Новый подход к организации метрологического обеспечения испытаний нефтепродуктов [Текст] / К.В. Шаталов // Химия и технология топлив и масел. – 2020. – № 6. – С. 31-38.
10. Шаталов, К.В. Статистическое управление процессом анализа в испытательной лаборатории [Текст] / К.В. Шаталов // Контроль качества продукции. – 2020. – № 6. – С. 21–25.
11. Шаталов, К.В. Применение терминов «метод» и «методика» в химмотологии [Текст] / К.В. Шаталов, Е.П. Серегин // Мир нефтепродуктов. Вестник нефтяных компаний. – 2019. – № 6. – С. 14-18.
12. Barwick, V. Method validation in analytical sciences: discussions on current practice and future challenges [Электронный ресурс] / V. Barwick, S.R.L. Ellison, E. Gjengedal et al. // Accreditation and Quality Assurance. – 2017. – vol. 22. – issue 5. – p.253-263. – Режим доступа: <http://doi.org/10.1007/s00769-017-1286-4>
13. Приказ Министерства промышленности и торговли Российской Федерации России от 15 декабря 2015 г. № 4091 «Об утверждении Порядка аттестации первичных референтных методик (методов) измерений, референтных методик (методов) измерений и методик (методов) измерений и их применения».
14. Р 50.2.060-2008 Государственная система обеспечения единства измерений. Внедрение стандартизированных методик количественного химического анализа в лаборатории. Подтверждение соответствия установленным требованиям [Текст] – Введ. 2009–07–01. – М.: Стандартинформ, 2009 – 15 с.
15. Приказ Министерства экономического развития РФ от 26 октября 2020 г. № 707 «Об утверждении критериев аккредитации и перечня документов, подтверждающих соответствие заявителя, аккредитованного лица критериям аккредитации».
16. Grochau, I.H. A process approach to ISO/IEC 17025 in the implementation of a quality management in testing laboratories



[Электронный ресурс] / I.H. Grochau, C.S. ten Caten // Accreditation and Quality Assurance. – 2012. – vol. 17. – issue 5. – p.519-527. – Режим доступа: <http://doi.org/10.1007/s00769-012-0905-3>

17. Valcárcel, M. Quality assurance in analytical laboratories in research and development activities [Электронный ресурс] / M. Valcárcel, A. Ríos // Accreditation and Quality Assurance. – 2003. – vol. 8. – issue 1. – p.78-81. – Режим доступа: <http://doi.org/10.1007/s00769-002-0570-z>

18. Уилер, Д.Д. Статистическое управление процессами: Оптимизация бизнеса с использованием контрольных карт Шухарта [Текст] / Д.Д. Уилер., Д.С. Чамберс; пер. с англ. – 2-е изд. – М.: Альпина Паблишер., 2016. – 409 с.

19. Schoonhoven, M. Design and Analysis of Control Charts for Standard Deviation with Estimated Parameters [Электронный ресурс] / M. Schoonhoven, M. Riaz, R.J.M.M. Does // Journal of Quality

Technology. – 2011. – vol. 43. – issue 4. – p.307-333. – Режим доступа: <http://doi.org/10.1080/00224065.2011.11917867>

20. ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий [Текст] – Введ. 2009-09-01. – М.: Стандартинформ, 2019.

*Шаталов Константин Васильевич – к.т.н., доцент, начальник отдела квалификационных испытаний топлив и масел ФАУ «25 ГосНИИ химмотологии Минобороны России», тел. (499)149-90-90, e-mail: 1499090@mail.ru.*

# METROLOGICAL SUPPORT OF PETROLEUM PRODUCT TESTING FOR PURPOSES OF CONFORMITY ASSESSMENT

**K.V. Shatalov**

*Federal Autonomous Enterprise "The 25-th State Research Institute of Chemmotology, Ministry of Defence of Russian Federation», Moscow*

Applying the methods of system analysis, the system goal of metrological support for petroleum product testing is justified; the goal is to obtain accurate, complete, reliable measurement information about the composition and properties of petroleum products, which is achieved via solving two subgoals:

- a) creating conditions for obtaining the testing results having the required accuracy;
- b) achieving such a state of the testing progress that would ensure the receipt of accurate and reliable measurement information about the petroleum product composition and properties.

The disclosure of the first and second subgoals forms the structure of the metrological support system intended for testing of petroleum products, which is a complex of conventional elements and processes of metrological support and procedures for controlling the process of petroleum product testing. In the structure of the metrological support system under development purposed for petroleum product testing, both well-known and generally recognized elements and processes of metrological support, as well as new elements and processes that capture the specific features of the testing process as a subject of metrological support. In particular, it is proposed to use validation and verification procedures to confirm the metrological applicability of testing methods intended for petroleum products, and the need for verification of operators, who carry out the tests, is given. In order to reduce the petroleum testing inaccuracy, the need to include measures to control the process of petroleum product testing in a lab by way of the metrological support system is justified. The following sequence of actions for metrological support of petroleum products testing is shown; it allows achieving such a state of the testing process, in which the tolerance of the obtained results is within certain statistically adjusted limits and the reliability of the test results is confirmed by the stability of the tolerance values.

*Key words: petroleum products, testing, measurement of composition and properties, metrological support, process control.*

## REFERENCES

1. Order of the Ministry of Energy Supply, dd. 19<sup>th</sup> June, 2003, No 231. "On approval of instruction on control and support of keeping petroleum product quality during petroleum product supply".
2. GOST R 51672-2000 Metrological assurance of product testing for the assurance of conformity. General principles. – Moscow: Standartinform, 2004. – 19 p.
3. V.V. Kachala, Theory foundations for a system and a system analysis. Manual for graduate students [Text] / V.V. Kachala. - The 2<sup>nd</sup> ed., corr. – Moscow: Goryachaya Liniya – Telecom, 2012. – 210 p.
4. Granovskiy V.A. System Metrology: metrological systems and metrology of systems [Text] / V.A. Granovskiy. – St.Petersburg; SRC of Russian Federation, Central Science and Research Institute «Electropribor», 1999. – 360 p.
5. Brown, R.J.C. How should metrology bodies treat method-defined measurands? [Электронный ресурс] / R.J.C. Brown, H. Andres // Accreditation and Quality Assurance. – 2020. – vol. 25. – issue 2. – p.161-166. – The access mode: [hpt://doi.org/10.1007/s00769-020-01424-w](http://doi.org/10.1007/s00769-020-01424-w)
6. Vardeman, S. An Introduction to Statistical Issues and Methods in Metrology for Physical Science and Engineering / S. Vardeman, M. Hamada, T. Burr, M. Morris, J. Wendelberger, J. Marcus Jobe // Journal of Quality Technology. – 2014. – vol. 46. – issue 1. – p.33-62. – The access mode: [hpt://doi.org/10.1080/00224065.2014.11917953](http://doi.org/10.1080/00224065.2014.11917953)
7. GOST R 8.820-2013 State system for ensuring the uniformity of measurements. Metrological assurance. General. - M.: Standartinform, 2014. – 18 p.
8. EURACHEM / CITAC Guide CG4 Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement – 3<sup>d</sup> ed. - 2012. – 141 p. – The access mode: [hpt://eurachem.org](http://eurachem.org).
9. Shatalov, K.V. New Approach to Organization of Metrological Support for Petroleum Products Testing / K.V. Shatalov // Chemistry and Technology of Fuels and Oils. – 2020. – No. 6. – P. 31-38.
10. Shatalov, K.V. Statistical control of analysis process in testing laboratory / K.V. Shatalov // Production Quality Control. – 2020. – No. 6. – P. 21–25.
11. Shatalov K.V. Application of terms "method" and "procedure" in chemmotology / K.V. Shatalov, E.P. Seryogin // World of oil products: Bulletin of oil companies. – 2019. – No. 6. – P. 14-18.
12. Barwick, V. Method validation in analytical sciences: discussions on current practice and future challenges / V. Barwick, S.R.L. Ellison, E. Gjengedal et al. // Accreditation and Quality Assurance. – 2017. – vol. 22. – issue 5. – p.253-263. – The access mode: [hpt://doi.org/10.1007/s00769-017-1286-4](http://doi.org/10.1007/s00769-017-1286-4)
13. Order of the Ministry of Industry and Trade of Russian Federation, dd. 15<sup>th</sup> December, 2015, No. 4091 "On approval of the certification procedure of primary reference measurement methods (approaches), reference measurement methods (approaches) and measurement methods (approaches) and their application".
14. P 50.2.060-2008 National Measurement Assurance System. Deployment of standardized methods of quantitative chemical analysis in the laboratory. Confirmation of compliance with the established requirements. [Text] – Intr. 2009–07–01. – Moscow: Standartinform, 2009 – 15 p.
15. Order of the Ministry of Economic Development of Russian Federation, dd. 26<sup>th</sup> October, 2020, No. 707 "On Approval of the accreditation criteria and the list of documents confirming the compliance of the applicant, the accredited person with the accreditation criteria".
16. Grochau, I.H. A process approach to ISO/IEC 17025in the implementation of a quality management in testing laboratories / I.H. Grochau, C.S. ten Caten // Accreditation and Quality Assurance. – 2012. – vol. 17. – issue 5. – p.519-527. – The access mode: [hpt://doi.org/10.1007/s00769-012-0905-3](http://doi.org/10.1007/s00769-012-0905-3)

17. Valcárcel, M. Quality assurance in analytical laboratories in research and development activities / M. Valcárcel, A. Ríos // Accreditation and Quality Assurance. – 2003. – vol. 8. – issue 1. – p.78-81. – The access mode: [hptt://doi.org/10.1007/s00769-002-0570-z](http://doi.org/10.1007/s00769-002-0570-z)
18. Wheeler, D.J. Understanding Statistical Process Control. D.J. Wheeler, D.S. Chambers. – 2nd ed. – SPC Press, 1992. – 409 p.
19. Schoonhoven, M. Design and Analysis of Control Charts for Standard Deviation with Estimated Parameters / M. Schoonhoven, M. Riaz, R.J.M.M. Does // Journal of Quality Technology. – 2011. – vol. 43. – issue 4. – p.307-333. – Режим доступа: [hptt://doi.org/10.1080/00224065.2011.11917867](http://doi.org/10.1080/00224065.2011.11917867)
20. ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.

*Shatalov Konstantin Vasilievich – Candidate of Engineering Sciences, Associate Professor, Head of the Department of Qualification Assessment of Fuel and Oils Federal Autonomous Enterprise «The 25-th State Research Institute of Himmotology, Ministry of Defence of Russian Federation», tel. (499)149-90-90, e-mail: 1499090@mail.ru.*