

На правах рукописи



Косоруков Иван Андреевич

**ИДЕНТИФИКАЦИЯ ПРОДУКЦИИ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ
КАЧЕСТВА НА ПРИМЕРЕ МАТЕРИАЛОВ И ХИМИЧЕСКИХ
ВЕЩЕСТВ, ПРИМЕНЯЕМЫХ В АВИАЦИОННОЙ
ПРОМЫШЛЕННОСТИ**

05.02.23 – Стандартизация и управление качеством продукции

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Москва – 2019

Работа выполнена на кафедре 104 «Технологическое проектирование и управление качеством» Федерального государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)

Научный руководитель: Рахманов Михаил Львович — доктор технических наук, доцент, главный специалист научно-консультационного отдела Федерального Государственного Автономного Учреждения «Научно-Исследовательский Институт «Центр экологической промышленной политики»

Официальные оппоненты: Гродзенский Сергей Яковлевич — доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Технологических основ радиоэлектроники» Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «МИРЭА - Российский технологический университет»
Тимко Виктор Яковлевич — кандидат технических наук, заместитель руководителя ОС» Русский сертификационный центр»

Ведущая организация Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева»

Защита состоится «26» декабря 2019 г. в 10 часов 00 мин. на заседании диссертационного совета Д 212.125.10 в зале Музея истории МАИ Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет) по адресу: г. Москва, А-80, ГСП-3, Волоколамское шоссе, д.4.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет): <http://www.mai.ru/events/defence>

Автореферат разослан «___» _____ 2019 года.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 212.125.10,
кандидат технических наук, доцент



Денискина
Антонина Робертовна

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

В авиационной промышленности применяют большое количество разнообразных материалов и химических веществ как при конструировании составных частей изделий, так и для различных процессов, связанных с эксплуатацией авиационной техники, в том числе полимерные материалы и композитные материалы, клеевые материалы, лакокрасочные материалы, герметизирующие, прокладочные и уплотнительные материалы, топлива и различные присадки к ним, противообледенительные и противоводокристаллизационные жидкости и другие. От их качества во многом зависит безопасность эксплуатации летательных аппаратов.

Химическая продукция, материалы и химические вещества, так или иначе используемая в авиационной промышленности, играют важную роль при обеспечении безопасности летательных средств. Помимо этого, используемые химические вещества часто представляют определённую опасность для здоровья человека и окружающей среды, например, соединения хрома и кадмия, используемые для антикоррозийной обработки деталей. Во многих случаях отказаться от применения опасных химических веществ и продукции не представляется возможным.

Необходимо обеспечить, чтобы разработка, производство, транспортирование, хранение, применение, утилизация используемых в авиационной промышленности химической продукции имели необходимый уровень качества и безопасности для человека и окружающей среды.

Актуальность темы диссертации обусловлена тем фактом, что при работе с химической продукцией, в том числе используемой для авиационной промышленности, для определения её качественных характеристик, первым этапом, как правило, является её идентификация. Идентификация химической продукции является важным элементом для построения и обеспечения надежных логистических цепочек поставок. Информация, полученная при идентификации, играет важную роль при последующих этапах обращения с продукцией и также

является ключевой при формировании и ведении баз данных по свойствам. В случае, если объект идентифицирован некорректно, невозможно говорить об обеспечении должного качества продукции и безопасности её использования.

Помимо прочего одной из специфических особенностей авиационной промышленности является сложность существующих цепочек поставок и отсутствие их гибкости. Особенно это касается случаев, когда закупки необходимых материалов и веществ включают большое количество элементов и проходят на международном уровне, что диктует требования по предоставлению корректной идентификационной информации и гармонизации подходов к идентификации с международно-признанными. В то же время изменение цепочек поставок, замена используемых материалов и химических веществ на другие затрудняется тем, что любое изменение в процессе изготовления требует доказательства надежности нового материала и вещества, и зачастую ведет к необходимости дополнительных процедур. Так например, ГОСТ Р ЕН 9120-2011 «Системы менеджмента качества организаций авиационной, космической и оборонных отраслей промышленности. Требования к дистрибьюторам продукции» содержит требования по ведению реестра поставщиков, включающих статус утверждения и область утверждения. Стандартизация методических основ идентификации химической продукции предоставляет новые инструменты для решения данной задачи.

Идентификация продукции, в том числе химической продукции, применяемой для авиационной промышленности, необходима при решении следующих задач:

- выбор материала или химического вещества при конструировании летательного аппарата;
- выбор материала или химического вещества идентичного применяемому для замены;
- материально-техническое снабжение химической продукции (контроль соответствия по истечению срока годности, контроль соответствия маркировки);

- защита окружающей среды и здоровья человека от опасных свойств химической продукции.

Получение достоверной идентификационной информации требует проведения лабораторных испытаний. Однако, большое разнообразие испытаний, требуемое для корректной идентификации продукции, часто вызывает серьезные затруднения. Во многих случаях из-за возможной сложности проведения испытаний (часто испытания невозможно провести в одной лаборатории из-за их разносторонности), а также из-за высокой стоимости, проведением испытаний с целью идентификации пренебрегают, в связи с чем возникает необходимость разработки более эффективных и оптимальных способов их организации.

Так как идентификация продукции является первоочередной процедурой в независимости от аспекта решаемой задачи, важно осуществлять ее на основе единых подходов. Такие подходы необходимо рассматривать в рамках национальной системы стандартизации. Следует отметить, что в области стандартизации химической продукции требования к проведению идентификации продукции в целом не систематизированы. Существуют отдельные разрозненные положения, затрагивающие данную проблему, приведённые в некоторых стандартах и методических документах, но для целей систематизации информации и полного их отражения необходима разработка новых научных и методических подходов, в том числе и к понятийному аппарату, которые в дальнейшем могут найти отражение в дополнительных правовых, нормативных и методических документах. В настоящее время идентификации принято уделять должное внимание только в случае, когда есть вероятность фальсификации конечной продукции, в то время как применение общих подходов для идентификации позволит создать необходимые механизмы обеспечения качества и безопасности применительно ко всему диапазону производимой химической продукции. Так, например, в настоящее время не существует требований, правил проведения лабораторных испытаний, целью которых является подтверждение идентификационных данных

(идентификационные испытания). Помимо этого, как показала практика проведения работ по идентификации отечественной химической продукции, предназначенной для экспорта в страны Европейского Союза, имеющиеся подходы к идентификационным испытаниям не вполне соответствуют международным требованиям. В тоже время существует проблема признания результатов испытаний, проведенных в российских лабораториях (центрах), на международном уровне.

В результате проведенного анализа выявлены **следующие нерешенные вопросы** в области идентификации химической продукции, в том числе применяемой в авиационной промышленности, необходимые для обеспечения безопасности и качества:

- отсутствуют общепризнанные принципы и подходы к идентификации;
- отсутствует научно обоснованный подход к проведению испытаний для целей идентификации;
- отсутствует механизм обеспечения признания результатов испытаний для целей идентификации;
- отсутствует научно обоснованный подход к терминологии, применяемой для идентификации.

Это определило цель диссертационной работы - разработка методических основ идентификации продукции на примере материалов и химических веществ, применяемых в авиационной промышленности.

Для достижения поставленной цели в работе **решались следующие задачи:**

1. Анализ состояния и проблем идентификации химической продукции.
2. Исследование и разработка научно-обоснованных подходов к проведению испытаний с целью идентификации в том числе обоснование терминологии, требуемой для проведения идентификации химической продукции.

3. Разработка модели испытательного центра, позволяющего существенно упростить организацию идентификации и сократить затраты на идентификацию.
4. Разработка методики идентификации химической продукции, позволяющей существенно повысить надежность информации о качестве применяемых материалов и веществ и значительно снизить затраты на испытание продукции.
5. Разработка механизма признания результатов испытаний для целей идентификации, исключающего проведение дублирующих испытаний при применении материалов и веществ.
6. Практическая реализация и внедрение результатов в промышленность.

Объектом исследования являлась химическая продукция, в том числе применяемая в авиационной промышленности.

Предметом исследования являлся процесс идентификации химической продукции как элемент обеспечения качества и безопасности.

Теоретическая и методическая основа исследования. В качестве методической основы для реализации намеченных целей и решения поставленных задач, в диссертационной работе использованы методы теоретического уровня (изучение и обобщение, формализация, анализ и синтез) и экспериментально-теоретического уровня (эксперимент, лабораторный опыт, анализ, моделирование).

Научная новизна исследования.

1. Разработаны методические основы идентификации, ориентированные на обеспечение качества химической продукции, применяемой в авиационной промышленности.
2. Разработана методика идентификации, применимая к широкому диапазону химической продукции, позволяющая обеспечить требуемый уровень достоверности результатов.

3. Разработана и апробирована модель центра распределенных испытаний для целей идентификации, что позволяет обеспечить получение достоверных результатов и оптимизировать затраты.

На защиту выносятся следующие научные результаты:

1. Терминология, решающая задачу установления однозначно понимаемой и непротиворечивой терминологической базы во всех видах документации в части идентификации химических веществ и продукции с учетом национальной и международной практики.
2. Методика идентификации химической продукции.
3. Модель центра распределенных испытаний, использующего ресурсы национальной испытательной базы, и алгоритм его функционирования.
4. Программная надстройка «LIMS-Идентификация» с пользовательскими руководствами, автоматизирующая процедуру организации, проведения испытаний, анализа результатов, оформления заключений, повышающая вероятность признания результатов испытаний, в том числе на международном уровне.

Практическая значимость работы заключается в том, что:

1. Предложенная модель и алгоритм функционирования центра распределенных испытаний применены при проведении идентификации химической продукции, неорганических и органических веществ с использованием ресурсов ряда лабораторий, в том числе испытательного центра ОАО «Институт пластмасс», лаборатории ЗАО «СЖС Восток Лимитед», испытательной лаборатории нефти и нефтепродуктов ООО «ЮРД-центра», заводских лабораторий и т. д. Предложенная модель позволяет наиболее эффективно и оптимально использовать имеющиеся лабораторные ресурсы и обеспечить надлежащее проведение идентификации.
2. Предложенная методика идентификации химической продукции была использована в деятельности центра распределенных испытаний при

прохождении процедуры регистрации химической продукции, поставляемой крупными промышленными холдингами, такими как АО «МХК «ЕвроХим», на рынок Евросоюза.

3. Разработанная программная надстройка «LIMS-Идентификация» позволила автоматизировать организацию процесса идентификации, формализовать и стандартизировать формы отчетности по результатам испытаний для обеспечения признания результатов идентификации химической продукции. Возможно использование для обработки результатов испытаний широкого круга лабораторий, принимающих участие в идентификации химической продукции. Программная настройка позволяет обеспечить контроль проведения испытаний и их результатов, а также гарантировать качество итоговых результатов.

4. Разработанный глоссарий терминов в части идентификации химических веществ и продукции получил одобрение в рамках Химического диалога АТЭС. Материалы разработки глоссария были использованы при разработке национального стандарта ГОСТ Р «Идентификация химической продукции. Общие положения».

Личный вклад автора.

Автором разработаны: методика идентификации, необходимая для обеспечения безопасности и качества химической продукции применяемой в авиационной промышленности; требования по автоматизации процессов центра распределенных испытаний а также термины в области идентификации химической продукции, включенные в глоссарий Химического диалога АТЭС.

Автор принимал непосредственное участие в создании и работе центра распределенных испытаний.

По завершению разработки программной надстройки «LIMS-идентификация» автор провел её тестирование в различных ролях сотрудников центра, а также совместно с сотрудниками испытательных лабораторий — ролях испытательных лабораторий.

Реализация и внедрение результатов работы.

Проведена практическая реализация предлагаемой методики и апробирован алгоритм работы центра распределенных испытаний при проведении работ по идентификации химических веществ 9 крупных отечественных предприятий.

На основе результатов работы разработаны документы по стандартизации: ГОСТ Р 57443-2017 «Идентификация химической продукции. Общие положения»;

ГОСТ Р 57444-2017 «Идентификация химической продукции. Правила проведения лабораторных испытаний»;

СТО СМК 003-2016 «Методика идентификации химической продукции».

Глоссарий, включающий предложенные термины по идентификации принят рабочей группой Химического диалога АТЭС для дальнейшего использования.

Апробация работы. Результаты работы были представлены на следующих конференциях и совещаниях: 6-я ежегодная конференция стран СНГ «Регулирование обращения химической продукции» (г. Минск, Беларусь, 2013); Международная конференция «Наука и современность: вызовы XXI века» (г. Киев, 2013 год); 7-я международная конференция «Применение международных регламентов регулирования безопасности химической продукции для компаний в России и СНГ (г. Барселона, 23-25 апреля, 2014); 2-я Российская конференция «Актуальные научные и научно-технические проблемы обеспечения химической безопасности России» (г. Москва, 3-4 июня 2014), 7-я ежегодная Конференция по регулированию обращения химической продукции в СНГ (г. Москва, 22-23 октября 2014).

Публикации результатов работы.

Основные теоретические положения и выводы диссертации изложены в 13 публикациях, которые представлены в изданиях, рекомендованных ВАК Минобрнауки РФ.

Структура диссертации. Работа состоит из введения, пяти глав, заключения и библиографического списка. Работа изложена на 122 стр, содержит 11 таблиц, 28 рисунков, и списка литературы из 46 наименования.

Краткое содержание диссертации

Во введении дается обоснование актуальности темы диссертации. Обозначены предмет и объект исследования. Приведены сведения по научной новизне работы, практической значимости, ее апробации и внедрению, личному вкладу автора. Сформулированы положения, выносимые на защиту.

В первой главе рассмотрены существующие практики идентификации химической продукции в том числе продукции для авиационной промышленности в России и в других развитых странах, проанализирована правовая, нормативная и методическая документальная база на предмет требований к идентификации химической продукции. Целью рассмотрения является поиск подходов к организации процесса идентификации и обеспечения должного качества самого процесса и его результатов. В рамках данного анализа проведена оценка принципов и подходов к идентификации химической продукции в России и в международном опыте, а также оценка степени проработанности данной области.

Анализ существующего опыта идентификации химической продукции в Российской Федерации показал, что химическая продукция – сложный объект для идентификации, для которого необходимо учитывать множество различных факторов:

- принадлежность к классификационной группировке;

- соотнесение продукции с соответствующей партией, маркой, типом, назначением;
- химический состав и структуру.

Как правило, при идентификации рассматриваются только некоторые факторы, хотя для достоверной идентификации должны быть рассмотрены все факторы комплексно.

В настоящее время только немногие стандарты на продукцию химической промышленности содержат положения, используемые при идентификации. К этим стандартам можно отнести ГОСТ Р 51691—2008 на общие технические требования для эмалей, применяемый также при конструировании летательных аппаратов и ГОСТ Р ИСО 15859-8-210 «Системы космические. Характеристики, отбор проб и методы анализа текучих сред. Часть 8. Ракетное топливо на основе керосина», который помимо требований к химическому составу устанавливает требования к химическим и физическим свойствам, которые могут быть использованы для идентификации вещества, так как непосредственно дают информацию о количественном или качественном содержании компонента. Данный подход нашел применения почти во всех стандартах данной серии.

Анализ международных подходов к идентификации химической продукции, в первую очередь, регламента Европейского союза REACH, а также документов по обращению химической продукции в развитых странах, показал тенденции изменения регулирования химических веществ и продукции. Особенностью идентификации химической продукции в соответствии с положениями регламента Европейского союза REACH является то, что объектом идентификации является не сама химическая продукция, а химическое вещество. Определенному наименованию химической продукции соответствует или одно химическое вещество или смесь нескольких химических веществ. Такой подход к идентификации химической продукции уделяет основное внимание в первую очередь химическому составу рассматриваемого химического вещества. Однако

в особо сложных случаях, когда установление химического состава вещества затруднено или является невозможным, для идентификации необходимы дополнительные параметры, такие как назначение химического вещества или его происхождение. Знание полного химического состава продукции позволяет соотносить химические вещества различных производителей химической продукции, консолидировать имеющиеся данные и на основе этих данных осуществлять дополнительные действия, например, проводить расчет рисков, классификацию опасности и др.

Для анализа сложившейся ситуации в области идентификации продукции была рассмотрена система идентификации продукции и проведена сравнительная оценка системы идентификации в различных отраслях промышленности. Была рассмотрена целевая функция идентификации $F_{ид}$, демонстрирующая обеспеченность процесса идентификации и зависящая от совокупности параметров, объединенных в три основные группы $P_{идi}$, каждая из которых представляет функцию от данных параметров. Группы параметров включают лабораторные ресурсы $P_{ид1}$, информационные ресурсы $P_{ид2}$ и ресурсы нормативной и методической базы $P_{ид3}$. Для каждой из предложенных группы параметров предложен весовой коэффициент ω_i , характеризующий важность вклада рассматриваемой группы в целевую функцию.

Таким образом можно представить целевую функцию в виде

$$F_{ид} = f(\omega_1 F_{ид1}, \omega_2 F_{ид2}, \omega_3 F_{ид3}); \quad (1)$$

$$F_{ид1} = f(x_{1,1}, x_{1,2} \dots x_{1,i}); \quad (2)$$

$$F_{ид2} = f(x_{2,1}, x_{2,2} \dots x_{2,i}); \quad (3)$$

$$F_{ид3} = f(x_{3,1}, x_{3,2} \dots x_{3,i}). \quad (4)$$

Таким образом система идентификации продукции может быть оценена комплексным показателем путем проведения экспертной оценки каждой из предложенных группы параметров.

Целевую функцию идентификации $F_{ид}$ аналогично можно рассматривать как компоненту целевой функции обеспечения качества продукции, которую можно применять при анализе зависимости качества конечной продукции от совокупности множества факторов. Целевая функция обеспечения качества продукции $F_{кач}$ зависит от показателей, связанных с используемым сырьём и вспомогательными материалами, применяемыми технологиями, методическим обеспечением процессов производства и постановки на учет продукции и других показателей. Рассмотренная выше целевая функция идентификация является одним из данных параметров. Таким образом справедливо следующее уравнение:

$$F_{кач} = f(F_1, F_2, \dots, F_i, F_{ид}). \quad (5)$$

Для целей исследования было сделано допущение, что все остальные параметры постоянны, установлены на определенном уровне, следовательно можно считать, что целевая функция обеспечения качества продукции зависит от рассмотренной функции идентификации $F_{ид}$.

$$F_{кач} = f(F_{ид}). \quad (6)$$

В результате выполненного анализа были сделаны следующие выводы:

- процесс идентификации играет важную роль в обеспечении качества продукции;
- прослеживается тенденция рассмотрения химической продукции как химическое вещество или смесь химических веществ;
- химическая продукция представляет собой сложный объект идентификации, требующий предварительного сбора и анализа информации;
- идентификация продукции должна быть осуществлена на соответствие ряду идентификационных параметров, таких как химический состав и структура; классификационная группировка, марка или сорт, эксплуатационные характеристики, назначение продукции;
- существующие положения по идентификации химической продукции в Российской Федерации недостаточно систематизированы;

- идентификационные данные должны быть получены из надежных источников, в первую очередь из результатов испытаний.

Выявленные недостатки не могут быть устранены только корректировкой отдельных положений, необходима разработка новых методических основ для целей идентификации.

Глава 2 посвящена разработке методики идентификации химической продукции. Методика идентификации химической продукции включает следующие процессы:

- сбор и анализ информации об объекте идентификации, разработка идентификационного профиля;
- разработка аналитической стратегии;
- планирование испытаний, измерений, исследований;
- организация проведения испытаний, измерений, исследований;
- обработка результатов с предоставлением результирующего отчета.

Разработанная методика рассматривает идентификацию не только на уровне химического вещества, но и на уровне химической продукции. Так разработанная методика включает в себя этапы, направленные на определение марки, сорта продукции. Таким образом, разработанная методика позволяет учитывать помимо критериев идентификации химических веществ, критерии качества и безопасности самой продукции.

Первоочередным является сбор и анализ информации об объекте идентификации, составление проекта идентификационного профиля. Необходимо определить, какие химические вещества входят в состав данной химической продукции, и в каких соотношениях. Ресурсами, которые обеспечивают реализацию данного этапа, являются:

- стандарты на продукцию, технические условия на продукцию, спецификации на продукцию, рецептура;
- информационные ресурсы (справочные материалы, информационные системы, включающие базы данных).

На основе этого составляют идентификационный профиль химического вещества - документ, содержащий информацию об идентификационных параметрах химического вещества. Идентификационный профиль химического вещества может быть представлен в виде системы уравнений, задающих условия выполнения критериев идентификации. Каждое уравнение системы задает требования для выбранных идентификационных параметров. Таким образом, в случае, если выбраны идентификационные параметры А, В, С систему уравнений можно представить в виде

$$A_{\min} \leq A \leq A_{\max};$$

$$B_{\min} \leq B \leq B_{\max};$$

$$C_{\min} \leq C \leq C_{\max};$$

При этом для одного показателя могут быть установлены как диапазонные предельные значения так и минимальные предельные значения и максимальные предельные значения.

Следующим шагом является разработка аналитической стратегии. Аналитическая стратегия идентификации представляет собой подход к реализации идентификационного профиля и разработке предложений по способам подтверждения идентификационных параметров, предшествующий планированию и проведению лабораторных испытаний для идентификации. Аналитическая стратегия включает анализ методов и методик испытаний, измерений и исследований, взаимодополняющих друг друга и позволяющих дать полное и достоверное подтверждение соответствия химической продукции установленным идентификационным параметрам в виде логической цепочки, обуславливающей проведение каждого испытания (измерения, исследования) и его роль в построении единой картины. Для однозначного вывода следует использовать комбинацию дополняющих друг друга аналитических испытаний. Выбор дополнительных методов и/или методик определяется природой химического вещества, так как одни методы наиболее применимы для веществ органической природы, другие – для неорганических веществ. В ряде случаев

(химическая продукция переменного состава) необходимо проанализировать дополнительную информацию (например, сырье, использовавшееся для производства продукции, технологии производства продукции и т.д.). Определение ряда физико-химических параметров (плотность, удельный вес, концентрация и т.д.) позволяет отнести объект идентификации к определенному сорту или марке или дать дополнительные подтверждения химического состава.

Пример аналитической стратегии идентификации для азотной кислоты приведен в тексте диссертационной работы. *Азотная кислота применяется в авиационной промышленности как окислитель для некоторых видов топлива, а также как сырье для приготовления других веществ или материалов.* Так, например, в ракетной технике используют два типа азотно-кислотных окислителей: белую и красную дымящие азотные кислоты. Белая дымящая азотная кислота представляет собой техническую азотную кислоту с концентрацией HNO_3 не менее 97%, а красная дымящая азотная кислота – смесь азотной кислоты с тетраоксидом диазота.

Азотная кислота - это химическая продукция, которую следует рассматривать как вещество со строго определенным составом. Азотная кислота является окисляющей химической продукцией, что ограничивает круг возможных испытаний и немного усложняет задачу. Алгоритм действия, выработанный на основе аналитической стратегии идентификации азотной кислоты приведен в таблице 1.

Таблица 1 - Аналитическая стратегия идентификации азотной кислоты

Алгоритм действия	Цель
Построение кривой титрования	Замена спектральных данных вещества. Подтверждение того, что данное вещество является одноосновой кислотой
Определение плотности	Сравнение со справочными данными и основа для предположения о том, что данное вещество – азотная кислота определенной концентрации
Ионная хроматография	Определение ионного состава вещества. Наличие нитрат иона как основного компонента подтверждает предположение, сделанное на

Алгоритм действия	Цель
	основе определения плотности, что данное вещество является азотной кислотой
Кислотно-основное титрование	Определение концентрации. Сравнение концентрации со справочными данными.
Спектрофотометрия	Определение концентрации нитрит иона (наличие нитрит иона показывает ионная хроматография)
Спектрофотометрия с индуктивно-связанной плазмой	Определение примесей

Необходимо заметить, что программа предлагаемых испытаний отличается от перечня характеристик, содержащихся в стандарте ГОСТ 701-89 «Кислота азотная концентрированная. Технические условия», что обусловлено разницей подходов. Цель предложенной программы полностью выявить химический состав азотной кислоты, в то время как при испытании на соответствие межгосударственному стандарту необходимо подтвердить только часть характеристик.

На основании выстроенной аналитической стратегии составляют план испытаний, измерений и (в случае необходимости) исследований и выбор соответствующих лабораторий (центров).

Следующими этапами является организация проведения запланированных испытаний, измерений и исследований, а также обработка полученных результатов.

В случае с более сложной продукцией аналитическая стратегия должна учитывать большее количество факторов. Так, например при идентификации композиционных материалов необходимо учитывать не только свойства и идентификационные характеристики материала, но и идентификационную информацию о сырье, которое было использовано для создания материала. В случае с полимерными композиционными материалами это материал матрицы и армирующий наполнитель. Так, например в стандарте ГОСТ Р 54927-2012 «Лист полимерный композитный специального назначения. Общие технические

требования» представлены требования не только к самому материалу, но и к исходным сырью и материалам.

Любой процесс в целях его проведения и получения требуемых результатов должен быть задокументирован и выполняться в соответствии с данной документацией.

Схематическое изображение процесса идентификации с учетом этапов разработанной методики идентификации представлено на рисунках 2 и 3.

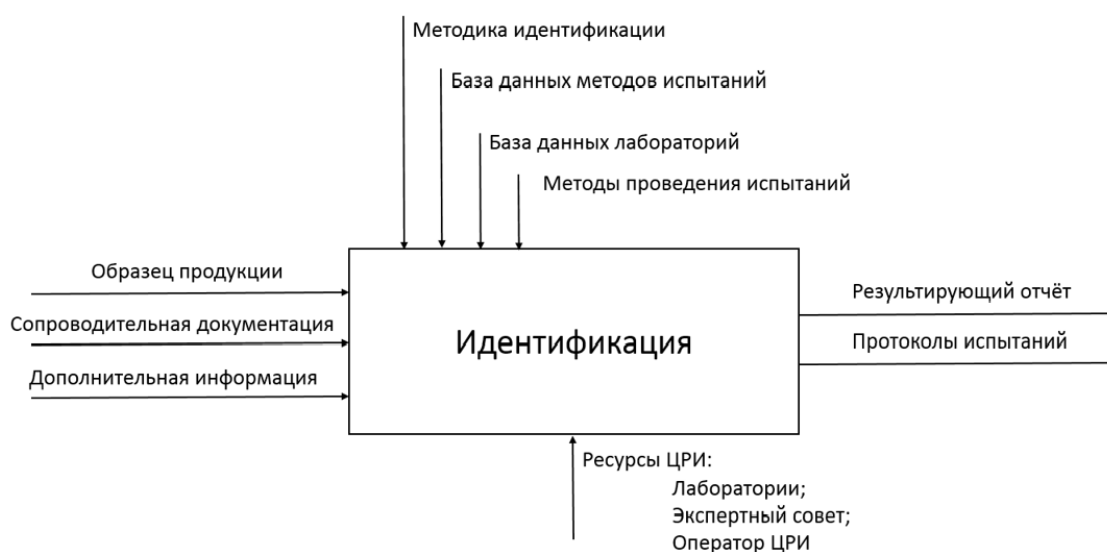


Рисунок 2 – Функциональная блок-схема проведения работ в соответствии с методикой идентификации химической продукции (общий вариант)

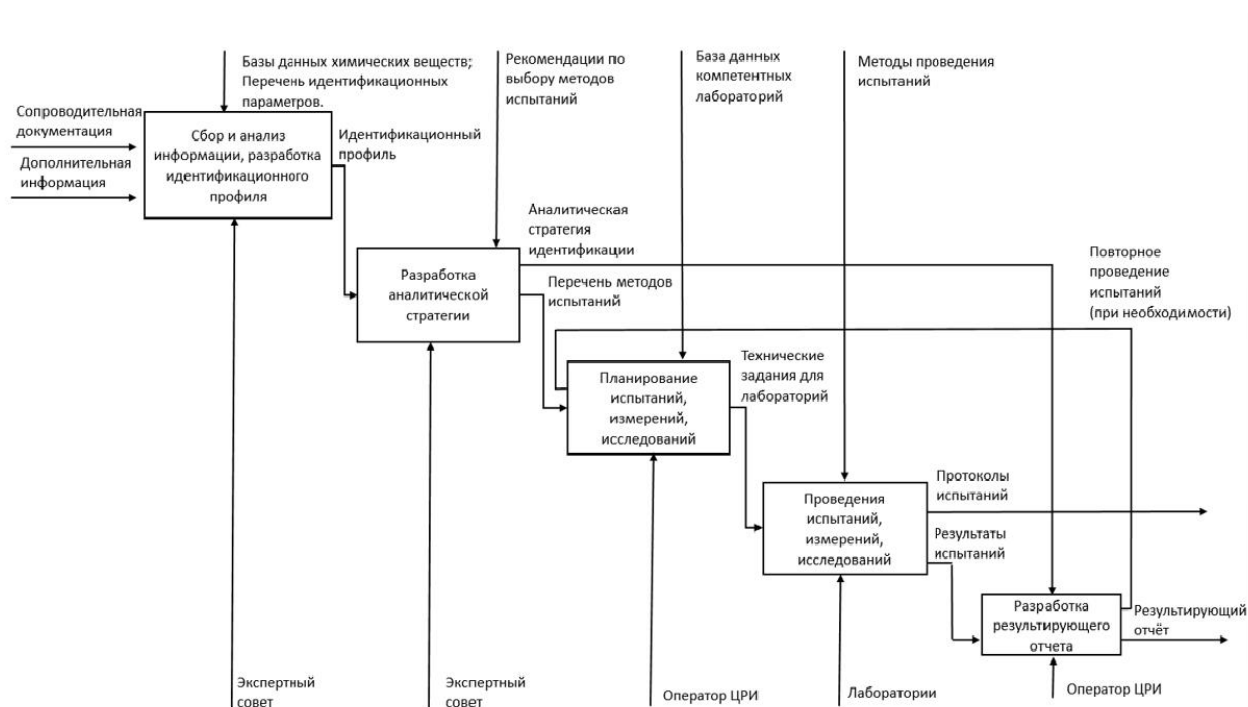


Рисунок 3 – Функциональная блок-схема проведения работ в соответствии с методикой идентификации химической продукции (развернутый вариант)

В целях разработки программы испытаний и выбора требуемых методик автором был изучен фонд национальных, региональных и международных стандартов на методы испытаний (ГОСТ, ГОСТ Р, ISO, ASTM, EN, BS, AFNOR).

Решение проблемы поиска стандартизованных методов испытаний осложнялось тем, что отечественные лаборатории, как правило, проводят испытания, по методам, содержащимся в стандартах на продукцию, которые в основном нацелены не на доказательство идентичности продукции, а на определение характеристик продукции. Такая ситуация прослеживается не только в случае национальных и межгосударственных стандартов, но и для стандартов других стран и международных стандартов, в отдельных случаях некоторые международные стандарты или стандарты развитых стран, по которым возможно было провести испытания были отменены, так как не нашли широкого применения в практике. Даже в случае наличия стандартов на методы испытаний, большая часть методов испытаний не входила в область

аккредитации лаборатории и для обеспечения достоверности результатов необходимо предпринимать дополнительные действия.

В качестве критерия правильного выполнения идентификации в соответствии с методикой предложена математическая модель методики идентификации, основанную на определении химического состава материала с заданной точностью. Модель учета результатов испытаний включает в себя также систему весовых коэффициентов, применяемых для различных видов методов испытаний, используемых для определения количественных показателей.

Модель основана на результатах количественных испытаний, а также учитывает погрешность проведения каждого испытания и неопределенность, связанную с содержащимися примесями. Полученное суммарное содержание должно дать 100 % состав химической продукции.

В случае, если идентификация проводилась по нескольким идентификационным признакам модель можно представить в виде системы уравнений, где первое уравнение системы будет являться линейным уравнением, отвечающим за химический состав, другие будут являться уравнениями, представляющими выражения физико-химических зависимостей. Решения уравнений, представляющих выражения физико-химических зависимостей, будут являться определенными значениями или диапазонами значений физико-химических величин.

В общем случае, когда для идентификации необходим только химический состав, процесс идентификации химического вещества, содержащего n -компонентов, сводится к поиску неизвестных параметров уравнения:

$$X_1 + X_2 + \dots + X_n + \varepsilon = 100 \quad (7)$$

$$\sum_{i=1}^n X_i + \varepsilon = 100 \quad (8)$$

Где $X_1, X_2 \dots X_n$ – процентное содержание компонентов ;

ε – абсолютная погрешность неопределенности, вызванная невозможностью на практике определить содержание всех веществ из-за слишком большого количества возможных веществ и их следовых количеств.

В случае, когда содержание основного компонента обуславливает основные свойства вещества применяется правило 80/20 – один компонент составляет 80 или более процентов. Таким образом, мы можем получить критерий для однокомпонентного вещества описанные формулами

$$\frac{X_1}{X_2 + X_3 + \dots X_n + \varepsilon} \geq \frac{80}{20} \quad ; \quad (9)$$

$$\frac{X_1}{X_2 + X_3 + \dots X_n + \varepsilon} \geq 4 \quad . \quad (10)$$

Процентное содержание компонентов $X_1, X_2 \dots X_n$, как правило, определяется при помощи серии химических анализов, таким образом, содержание вещества можно представить уравнением

$$X_1 = f(x_{11}, x_{12}, x_{13} \dots x_{1m}) \quad (11)$$

где X_1 – процентное содержание вещества 1;

$x_{11}, x_{12}, x_{13} \dots x_{1m}$ – результаты химического анализа

Возможно представление данной функции как вычисление среднего из всех результатов испытаний в виде уравнения

$$f(x_{11}, x_{12}, x_{13} \dots x_{1m}) = \frac{x_{11} + x_{12} + x_{13} + \dots + x_{1m}}{m_1} \quad (12)$$

. Обобщено алгоритм процесса идентификации при проведении n испытаний, m_i определений в каждом i -ом испытании представлен на рисунке №3

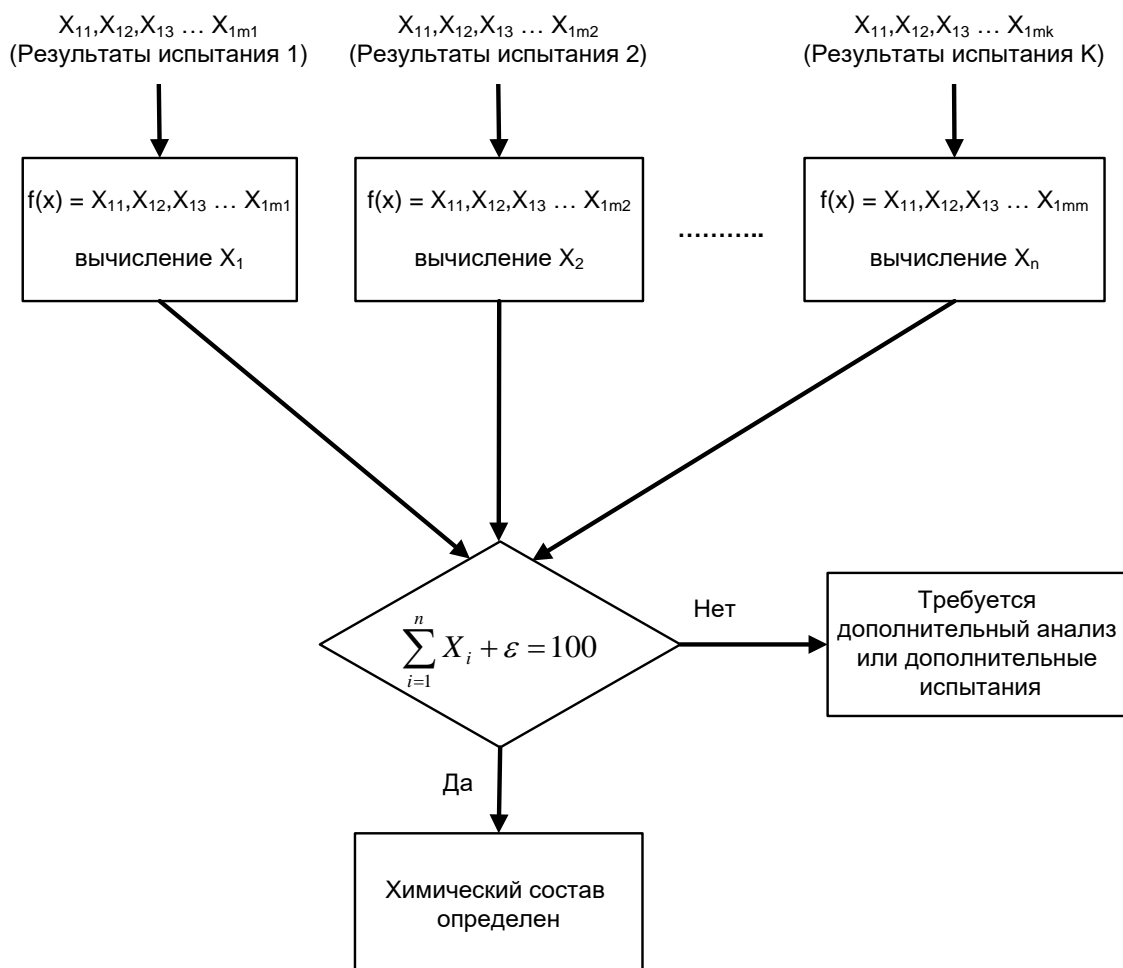


Рисунок 3 – Обобщенная схема процесса идентификации

В случае если мы говорим об оценке качества проведения идентификации необходимо выделить два основных параметра качества:

- количество подтвержденных идентификационных параметров;
- точность применённых методов испытаний.

При оценке количества подтвержденных идентификационных параметров необходимо, во-первых, определить минимальный набор идентификационных параметров, меньше которых решение задачи не может быть выполнено. Далее необходимо проведение дополнительных испытаний сверх минимального количество, дополняющих уверенность в полученных результатах. При оценке

необходимости проведения данных испытаний необходимо оценить соотношение стоимости данных испытаний и их важностью в аналитической стратегии идентификации. Так в случае возможности проведения двух однотипных анализов, не обладающих высокой стоимостью и предоставляющих однотипную информацию может быть рекомендовано провести оба анализа, что позволяет сократить риски неправильной идентификации и предоставить дополнительные данные для разработки результирующего отчёта.

- при оценке точность применённых методов испытаний предлагается использовать стандартную математическую модель характеристики погрешности результатов единичного анализа, описанную в РМГ 61-2010 «Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки».

В соответствии с данной моделью каждый результат единичного анализа X и его погрешность $\Delta^и$ могут быть представлены в виде:

$$X = C + \Delta^и, \quad (13)$$

$$\Delta^и = \overset{\circ}{\Delta} + \Delta_c, \quad (14)$$

$$\overset{\circ}{\Delta} = \Delta_L + \overset{\circ}{\Delta}_r, \quad (15)$$

где C - истинное значение;

Δ_c - систематическая погрешность методики анализа;

Δ_L - межлабораторная вариация;

$\overset{\circ}{\Delta}$ - случайная погрешность результатов анализа, полученных в условиях воспроизводимости;

$\overset{\circ}{\Delta}_r$ - случайная погрешность результата единичного анализа, полученного в условиях повторяемости.

2. Каждый результат единичного анализа X и приписанная характеристика его погрешности $\overset{\circ}{\Delta}$ для эмпирических методик могут быть представлены в виде:

$$X = \mu + \overset{\circ}{\Delta}, \quad (16)$$

$$\overset{\circ}{\Delta} = \Delta_L + \overset{\circ}{\Delta}_r, \quad (17)$$

где μ - математическое ожидание результатов анализа, полученных в условиях воспроизводимости.

Для каждого метода анализа, примененного в рамках методики идентификации расчетным или экспериментальным путем оценивают характеристику каждой составляющей систематической погрешности.

Показатель правильности рассчитывают по формуле

$$\Delta_{с,в} = |\Delta_{с,н}| = \Delta_c = K \sqrt{\sum \theta_i^2}, \quad (18)$$

где θ_i - граница симметричного относительно нуля интервала, в котором находится i -я неисключенная составляющая систематической погрешности;

K - коэффициент, определяемый принятой доверительной вероятностью.

Показатель точности методики анализа для принятой вероятности $P=0,95$ рассчитывают по формуле

$$\Delta_{в} = |\Delta_{н}| = \Delta = \frac{1,96 \frac{\sigma_r}{\sqrt{n}} + \Delta_c}{\frac{\sigma_r}{\sqrt{n}} + \frac{\Delta_c}{1,9}} \sqrt{\frac{\Delta_c^2}{3,6} + \frac{\sigma_r^2}{n}} \quad (19)$$

Для успешного решения задачи идентификации необходим анализ всех проведенных испытаний и представление результатов таким образом, чтобы

представленные документы однозначно идентифицировали химическое вещество. Неправильное оформление документов, даже в случае выполнения всех требований, предъявляемых к программе испытаний, может свести достигнутые результаты на ноль.

Для решения этой задачи была разработана форма протокола, в которой были учтены вся требуемая для представления информация. Но так, как отдельные испытания сами по себе не могли предоставить полную картину, для каждого химического вещества был предложен дополнительный документ, результирующий отчет, содержащий информацию об аналитических методах, которые были применены для идентификации химического вещества, а также обоснованный на основе полученных результатов вывод о химическом составе химического вещества.

В рамках регистрации химических веществ были проведены работы по идентификации 70-ти образцов химических веществ, производимых 9 заводами-изготовителями. При организации проведения испытаний были задействованы 11 испытательных и исследовательских лабораторий, а также 2 заводские лаборатории, проведено более 30 различных видов испытаний (UV, IR, NMR, MS спектры, XRD, XRF, хроматографические методы, методы аналитической химии и др.). Общее количество испытаний превысило 530 штук. При организации испытаний привлекались такие лаборатории как испытательный центр ОАО «Институт пластмасс», лаборатории ЗАО «СЖС Восток Лимитед», испытательная лаборатория нефти и нефтепродуктов ООО «ЮРД-центра», заводские лаборатории и лаборатории при исследовательских центрах.

В главе 3 описана разработанная модель центра распределенных испытаний.

Для проведения идентификации в соответствии с методикой требуется организация разнообразных испытаний, проведение которых зачастую невозможно в рамках одного испытательного центра. Привлечение дополнительных испытательных центров всегда связано с риском получения

недостовверных результатов испытаний. Привлекаемые испытательные центра должны быть компетентными.

Компетентность испытательных центров подтверждается или аккредитацией в общепризнанной системе аккредитации или участием в так называемых межлабораторных сравнительных испытаниях. Поскольку создание специальных систем подтверждения компетентности испытательных центров и лабораторий нецелесообразно автором был предложен механизм, в рамках которого используются уже имеющиеся ресурсы подтвержденной компетентной базы, что позволяет обеспечить организацию идентификационных испытаний и гарантировать качество результатов процесса. Механизм предусматривает создание специального реестра содержащего информацию о лабораториях и испытательных центрах, их областей деятельности, имеющегося оборудовании. Этот механизм основан на разработанной автором модели так называемого центра распределенных испытаний.

Основная идея центра заключается в том, что решение сложной комплексной задачи распределяют по нескольким испытательным ресурсам, тем самым позволяя оптимальным образом найти решение поставленной задачи. Модель центра распределенных испытаний приведена на рисунке 4.

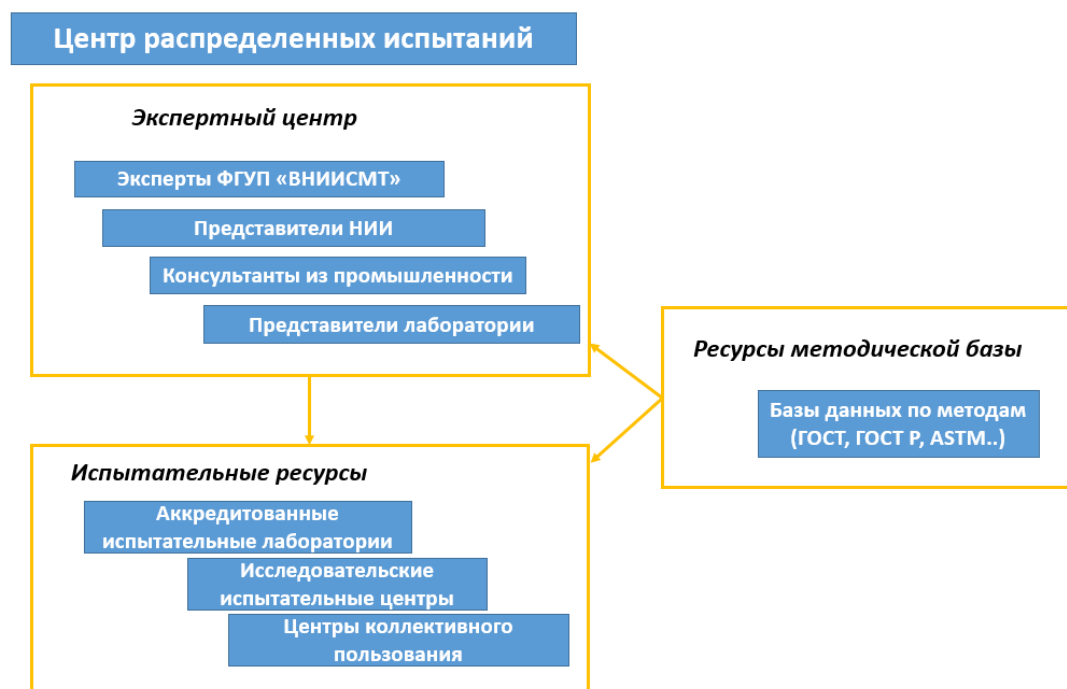


Рисунок 4 - Модель центра распределённых испытаний

Модели центра распределенных испытаний разрабатывалась для обеспечения выполнения сложных задач с оптимальным использованием имеющихся ресурсов испытательной базы. Часто, даже в задачах, не связанных с идентификацией химической продукции, необходимо консолидация усилий экспертов и специалистов из различных областей знания. Модель центра распределенных испытаний основана на привлечении компетентных специалистов для разработки наилучших подходов к идентификации химической продукции и привлечении компетентных лабораторий, для выполнения лабораторных испытаний (измерений, исследований). Взаимодействие специалистов в центре распределенных испытаний осуществляется в рамках двух основных структур, экспертного центра, ответственного за постановку задач для решения требуемой цели и испытательных ресурсов, включающие в себя компетентные лаборатории и испытательные центры различного характера.

Процессы, формирующие модель центра распределенных испытаний основаны на следующих основных этапах: постановка задач, распределение

испытаний по компетентным лабораториям, методическая помощь (снабжение необходимыми методиками, ресурсами, консультации), консультации по ходу выполнения испытаний, предоставлению полученных данных. Модель центра распределенных испытаний ориентирована не только на решение организационных проблем, она основана на механизмах обеспечения признания получаемых результатов. Результат достигается контролем качества на каждом из этапов решения комплексной задачи: сбор и анализ информации об объекте идентификации, разработка идентификационного профиля; разработка аналитической стратегии; планирование испытаний, измерений, исследований; организация проведения испытаний, измерений, исследований и обработка результатов.

В рамках диссертационной работы на основе разработанного подхода автором было составлено техническое задание на программную надстройку «LIMS-идентификация». Разработанная программная настройка учитывает предложенную автором методику идентификации химической продукции и автоматизирует процессы идентификации, в том числе проведение испытаний, измерений, исследований, анализа полученных результатов и оформления итоговой документации (рис. 5).



Рисунок 5 Экранная форма стартовой страницы программной надстройки «LIMS-идентификация» для роли Лаборатории

Использование программной надстройки «LIMS-идентификация» позволяет отслеживать в режиме реального времени, какая лаборатория проводит испытания, на каком этапе находится проведение испытаний, получать результаты и сравнивать их с результатами других лабораторий, а также генерировать протоколы испытаний в автоматизированном режиме. Приведенные преимущества привязки процессов к программному обеспечению позволяют контролировать процесс, тем самым дают основания гарантировать правильность выполнения всех процедур, что, в свою очередь, обеспечивает качество и признание итоговых результатов.

Разработаны руководства для различных пользователей: оператор лаборатории, эксперт центра распределенных испытаний, руководитель работ, куратор проекта.

Разработанный механизм автоматизации процессов центра распределенных испытаний основанный на предложенной программной настройке исключаящий

влияние человеческого фактора на результаты, использование разработанных руководств и оформление результирующего отчета дает возможность обеспечивать признание результатов испытаний для целей идентификации.

В главе 5 описана разработка основ терминологии для целей систематизации понятий, используемых при идентификации, разработаны подходы к решению задачи установления обоснованной однозначно понимаемой и непротиворечивой терминологии во всех видах документации в части идентификации химических веществ и продукции. Разработка основ терминологии проведена с использованием опыта апробации методики идентификации и функционирования центра распределенных испытаний. При систематизации терминологии учитывалась необходимость обеспечения сопоставимости разработанной терминологии на национальном и международном уровнях.

Предложены определения ряда терминов (химическая продукция; химическое вещество; химическое соединение; компонент химического вещества; химическое вещество с известным составом, химическое вещество с неизвестным или переменным составом; продукт сложной реакции или биологический материал; смесь; примесь; добавка; идентификация продукции; идентичность; идентификационные параметры; идентификационный профиль; аналитическая стратегия идентификации).

Часть сформулированных терминов была предложена к обсуждению в работе технической группы Химического диалога АТЭС, ответственной за формирование глоссария в области регулирования. Термины в части химической продукции и химических веществ могут также быть необходимы для достижения цели свободной и открытой торговли и инвестиций в химическом секторе. Направленные предложения были применены при разработке глоссария регуляторных терминов Химического диалога АТЭС.

Выводы

В диссертационном исследовании были разработаны методические основы идентификации продукции для обеспечения качества на примере материалов и химических веществ, применяемых в авиационной промышленности. Для достижения поставленной цели были решены следующие задачи:

1. Разработана и апробирована новая методика идентификации материалов и химических веществ. Отличительной чертой разработанной методики является её универсальность и применимость к широкому диапазону химической продукции, используемой в авиационной промышленности и использованием результатов испытаний в качестве источника надежной информации.

2. Выполнен многоаспектный анализ накопленного мирового и отечественного опыта в области идентификации продукции. На основе проведенного анализа предложены и научно обоснованы для использования в методике современные и надежные методы испытаний.

3. Разработан системный подход к испытаниям для целей идентификации. Характерной особенностью подхода является то, что он позволяет использовать компетентные лаборатории и испытательные центры и гарантировать качество результатов процесса;

4. Разработана и апробирована модель центра распределенных испытаний для целей идентификации, что позволяет обеспечить получение достоверных результатов с оптимальными затратами;

5. Разработан механизм автоматизации деятельности центра распределенных испытаний, позволяющий исключить человеческий фактор и нацеленный на обеспечение признания результатов испытаний;

6. Предложен терминологический базис, решающий задачу установления однозначно понимаемой и непротиворечивой терминологии во всех видах документации в части идентификации химических веществ и продукции,

используемой в авиационной промышленности с учетом национальной и международной практики

7. Результаты исследований были использованы и послужили основой для разработки следующих документов по стандартизации:

ГОСТ Р 57443-2017 «Идентификация химической продукции. Общие положения»;

ГОСТ Р 57444-2017 «Идентификация химической продукции. Правила проведения лабораторных испытаний»;

Стандарт организации СТО СМК 003-2016 «Методика идентификации химической продукции»;

Глоссарий регуляторных терминов Химического диалога АТЭС.

Публикации по теме диссертационной работы

Статьи в журналах, рекомендованных ВАК Минобрнауки РФ

1. Абрамова М. И., Косоруков И. А. Процедура регистрации химической продукции для экспорта в страны ЕС по Регламенту REACH// Мир стандартов, № 5(26) июнь 2008
2. Абрамова М. И., Косоруков И.А. Процедура регистрации по REACH// Методы оценки соответствия, №9 2008г. сентябрь
3. Скобелев Д.О., Муратова Н.М., Саранцева М.И., Косоруков И.А., Мезенцева О.В. О путях развития национальной испытательной (лабораторной) базы// Заводская лаборатория. Диагностика материалов № 1, часть I.2012.Том 78
4. Н. М. Муратова, И. А. Косоруков Идентификация химических веществ в соответствии с принципами регламента REACH // *Мир стандартов» № 4 (75), май 2013 г*
5. И. А. Косоруков «Идентификация химической продукции. Используемая терминология»// *Мир стандартов» № 4 (75), май 2013 г*

6. И. А. Косоруков Основные принципы идентификации химической продукции // *Мир стандартов № 4 (75), май 2013 г.*
7. Н.М. Муратова, И.А. Косоруков О системе идентификации химической продукции // *Компетентность №2 (113), февраль 2014 г.*
8. Н.М. Муратова, И.А. Косоруков «Практические аспекты идентификации химических веществ в соответствие с принципами регламента REACH // Заводская лаборатория. Диагностика Материалов. №4, 2014. Том 80
9. И.А. Косоруков, Н.М. Муратова, Д.О. Скобелев «Разработка подходов и предложений по развитию деятельности по идентификации химической продукции» *Информационно-аналитический журнал "Химическая и биологическая безопасность" №1-2, 2015*
10. Косоруков И.А., Збитнева Е. В.; Муратова Н. М. Роль стандартных форматов описания в обмене информации//*Компетентность №6 2016 г.*
11. Косоруков И. А., Рахманов М. Л., Муратова Н. М. "Методика идентификации химической продукции", *Компетентность*, 9-10/140-141/2016
12. Рахманов М. Л., Муратова Н. М., Косоруков И. А. "Идентификация химической продукции при проведении сертификации" *Сертификация*, №4, 2016
13. Рахманов М. Л., Муратова Н. М., Косоруков И. А. "Исследование и совершенствование процесса идентификации химической продукции как инструмента обеспечения качества продукции" *Качество и жизнь*, №4(12), 2016

Прочие публикации

14. Скобелев Д.О., Муратова Н.М., Костылева В.М. Косоруков И.А. Сравнительный анализ международного и национального законодательства по регулированию химической продукции// *Аналитический обзор. Сборник, 2009.*
15. Скобелев Д. О., Муратова Н. М., Косоруков И. А., Абрамова М. И. Обзор деятельности национальных и международных технических комитетов по

стандартизации в части продукции химической промышленности// *Мир стандартов* No.3 (34), 2009

16. Скобелев Д. О., Муратова Н. М., Косоруков И. А., Абрамова М. И. Проблемы стандартизации продукции химической промышленности// *Мир стандартов* No.5 (36), 2009