

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)»

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»

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
Рахманов Михаил Львович
доктор технических наук, доцент

Москва — 2019

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	3
1. Анализ терминологии и нормативной, правовой, информационной базы в области идентификации продукции.....	13
1.1 Анализ терминологии в области идентификации продукции.....	13
1.2 Идентификация продукции в области технического регулирования.....	25
1.3 Особенности идентификации химической продукции.....	29
1.4 Рассмотрение идентификации химических веществ в рамках системы регулирования Европейского союза.....	42
1.4.1 Идентификация химических веществ в рамках выполнения требований регламента Европейского Союза REACH.....	42
1.4.2 Идентификационная информация в программном обеспечении IUCLID.....	45
1.5 Идентификация химической продукции, применяемой в авиационной промышленности.....	52
2. Разработка методики идентификации химической продукции.....	56
2.1 Общие положения.....	56
2.2 Сбор и анализ информации об объекте идентификации, подбор идентификационных параметров и разработка идентификационного профиля....	58
2.3 Разработка аналитической стратегии идентификации.....	62
2.4 Планирование и организация испытаний, измерений, исследований.....	70
2.5 Обработка результатов.....	77
3. Модель центра распределенных испытаний, использующего ресурсы национальной испытательной базы.....	87
4. Предложения по автоматизации процессов идентификации.....	98
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	118
Список литературы.....	120

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования

В авиационной промышленности применяют большое количество разнообразных материалов и веществ как при конструировании для составных частей изделий, так и для различных процессов, связанных с эксплуатацией авиационной техники. К материалам, используемым для авиационной промышленности, относятся стали и материалы для двигателей и летательных аппаратов, цветные металлы и заклепочные материалы, полимерные материалы и композитные полимерные материалы, клеевые материалы, лакокрасочные материалы, герметизирующие, прокладочные и уплотнительные материалы, топлива и различные присадки в них, противообледенительные и противоводокристаллизационные жидкости и другие. Большая часть этих материалов относится к химической продукции. Согласно действующему межгосударственному стандарту ГОСТ 30333-2007 «Паспорт безопасности химической продукции. Общие требования» [1] к химической продукции относят вещество, смесь, материал, отходы промышленного производства. От качества материалов, веществ и продукции, используемых для различных целей в авиационной промышленности, во многом зависит безопасность эксплуатации летательных аппаратов.

Количество собственно химических веществ, так или иначе используемых в авиационной промышленности, достаточно небольшое, но, как правило, они играют важную роль при обеспечении безопасности летательных средств. Помимо этого, используемые химические вещества и продукция 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 химических материалов, веществ и продукции имели необходимый уровень безопасности.

Актуальность темы диссертационного исследования обусловлена тем фактом, что в последнее время идет активная деятельность по изменению правил и требований, устанавливаемых для производителей и потребителей продукции химической промышленности. В рамках этой деятельности в России идет развитие системы государственного регулирования обращения химической продукции. В соответствии с концепцией системы государственного регулирования обращения химических веществ и химической продукции в промышленности и торговле в Российской Федерации целью развития системы является создание условий, необходимых для устойчивого инновационного развития промышленности, повышения её инвестиционной привлекательности, конкурентоспособности выпускаемой продукции, а также последовательного снижения негативного воздействия химических веществ/продукции на человека и окружающую среду.

На международном уровне также заметны изменения правил и требований в части обращения химических веществ и продукции. Одна из основных причин таких изменений - одобрение новой глобальной политики и стратегии, получившее название Стратегический подход к международному регулированию химических веществ (SAICM) [2]. Целью SAICM является «достижение обоснованного регулирования химических веществ на протяжении всего их жизненного цикла с тем, чтобы к 2020 году химические вещества использовались и производились так, чтобы приводить к минимизации существенного отрицательного воздействия на здоровье людей и окружающую среду».

При работе с материалами и веществами первым этапом, как правило, является её идентификация. Информация, полученная при идентификации, играет

важную роль при последующих этапах регулирования и также является ключевой при формировании и ведении баз данных по свойствам химической продукции. В случае, если объект идентифицирован некорректно, невозможно говорить о какой-либо безопасности при его обращении и об управлении качеством продукции. Помимо прочего одной из специфических особенностей авиационной промышленности является сложность существующих цепочек поставок и отсутствие их гибкости. Часто закупки необходимых материалов и веществ 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 применяемых материалов и веществ на другие, затрудняется тем, что любое изменение в процессе изготовления требует доказательства надежности нового материала и вещества, зачастую ведет к необходимости дополнительных процедур сертификации. И здесь идентификация является первым определяющим шагом.

Без должной идентификации нельзя выработать и применить регуляторное воздействие. В том случае, если надлежащая идентификация не была проведена, реализация всех последующих этапов, таких как классификация опасности, предупредительная маркировка, разработка паспорта безопасности и др. является безосновательной и может привести к появлению фальсифицированных данных.

Так как идентификация химической продукции должна быть первоочередной процедурой в независимости от аспекта решаемой задачи, важно осуществлять ее на основе общих подходов.

Такие подходы, как правило, рассматриваются в рамках национальной системы стандартизации. Следует отметить, что в области стандартизации химической продукции требования к проведению идентификации продукции в целом не систематизированы. Отдельные разрозненные положения, затрагивающие данную проблему, приведены в некоторых стандартах и методических документах, но для целей систематизации информации и полного

их отражения с учетом национальной системы государственного регулирования обращения химических веществ и продукции 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 ассортименту химической продукции. Так, например, в настоящее время не существует требований, правил проведения лабораторных испытаний, целью которых является подтверждение идентификационных данных. Помимо этого, как показала практика проведения работ по идентификации отечественной химической продукции, предназначенной для экспорта в страны Европейского Союза, имеющиеся подходы к испытаниям для целей идентификации не вполне соответствуют международным требованиям, и существует проблема признания результатов испытаний, проведенных в российских лабораториях (центрах).

Выявлены следующие нерешенные вопросы в отечественной практике регулирования обращения химических веществ и продукции, необходимые для эффективного функционирования системы государственного регулирования, в частности для обеспечения безопасности и качества, а также инвестиционной привлекательности и конкурентоспособности отечественной химической продукции:

- отсутствует научно обоснованный подход к терминологии, применяемой для идентификации,
- отсутствуют общепризнанные принципы и подходы к идентификации химической продукции,
- отсутствует научно обоснованный подход к проведению испытаний для целей идентификации химической продукции;

- отсутствует механизм обеспечения признания результатов испытаний для целей идентификации химической продукции.

Цель работы.

Разработка методических основ идентификации продукции для обеспечения качества 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.

Объект исследования — химическая продукция, в том числе применяемая в авиационной промышленности.

Предмет исследования – процесс идентификации химической продукции как элемент обеспечения качества и безопасности.

Методология и методы 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, методы функционального моделирования (IDEF0)) 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.

Теоретическая и 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».

Положения, выносимые на защиту:

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.

Степень достоверности и апробация результатов.

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 выполненного исследования 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.

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 по теме 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. — С. 19–22.
2. Абрамова М. И., Косоруков И.А. Процедура регистрации по REACH// Методы оценки соответствия, №9 2008г. сентябрь. — С. 12–13.
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. — С. 112–116.
4. Н. М. Муратова, И. А. Косоруков Идентификация химических веществ в соответствии с принципами регламента REACH // Мир стандартов» № 4 (75), май 2013 г. — С. 10–12.
5. И. А. Косоруков «Идентификация химической продукции. Используемая терминология»// Мир стандартов» № 4 (75), май 2013 г. — С. 8–9.
6. И. А. Косоруков Основные принципы идентификации химической продукции // Мир стандартов № 4 (75), май 2013 г. . — С. 5–7.
7. Н.М. Муратова, И.А. Косоруков О системе идентификации химической продукции // Компетентность №2 (113), февраль 2014 г. . — С. 12–15.
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. — С. 75–78.
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. — С. 60–64.
10. Косоруков И.А., Збитнева Е. В.; Муратова Н. М. Роль стандартных форматов описания в обмене информации//Компетентность №6 2016 г. . — С. 24–30.

11. Косоруков И. А., Рахманов М. Л., Муратова Н. М. "Методика идентификации химической продукции", Компетентность, 9-10/140-141/2016. — С. 18–21.
12. Рахманов М. Л., Муратова Н. М., Косоруков И. А. "Идентификация химической продукции при проведении сертификации" Сертификация, №4, 2016. — С. 21–23.
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. — С. 27–29.

Статьи в других изданиях:

1. 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.

2. 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.— С. 17–21.

3. Скобелев Д. О., Муратова Н. М., Косоруков И. А., Абрамова М. И. Проблемы стандартизации продукции химической промышленности// Мир стандартов No.5 (36), 2009— С. 12–15.

1. Анализ терминологии и нормативной, правовой, информационной базы в области идентификации продукции

1.1 Анализ терминологии в области идентификации продукции

Термин «идентификация» находит достаточно широкое применение в различных областях деятельности. В толковом словаре данный термин определяется как «отождествление, установление совпадения чего-либо с чем-либо». Таким образом, цель идентификации - это установление соответствия между объектом идентификации с другим «целевым» объектом (объектом сопоставления). Для дальнейшего разъяснения понятия необходимо учитывать объект, субъект и цель идентификации, которые различаются в зависимости от возможных областей. Объектами идентификации могут являться продукция, информация, документы, ценные бумаги и др. Идентификация может быть проведена в криминалистике, в области информационной безопасности, в области товароведения, в химии и в других областях деятельности. Данное исследование ограничено только тем случаем, когда объектом идентификацией является продукция, в дальнейшем будут рассмотрены особенности идентификации химической продукции в том числе, применяемой в авиационной промышленности.

В существующей литературе вопрос идентификации продукции рассматривается с нескольких тесно связанных точек зрения, а именно с точки зрения товароведения, таможенного права и технического регулирования. В товароведении идентификация определяется как выявление соответствия испытуемых товаров аналогам (базовой модели, образцу) из однородной группы, характеризующимся той же совокупностью технологических показателей, или описанию товара на маркировке, в товарно-сопроводительных и нормативных документах и перечнях [3]. В зависимости от поставленных целей различают потребительскую; товарно-партионную (идентификация товарной партии); ассортиментную (видовая идентификация); качественную; сортовую и

специальную идентификацию. Таким образом, например, если взять пробу технического синтетического этилового спирта, выпускаемого по ГОСТ 32595-2013 «Топливо авиационное для газотурбинных двигателей Джет А-1 (JET A-1). Технические условия» [4], то задачей потребительской идентификации будет определение соответствия данной химической продукции её назначению, а именно использованию её как топлива для газотурбинных двигателей. Задача товарно-партионной идентификации – установить принадлежность рассматриваемой пробы конкретной партии. Видовая (ассортиментная) идентификация подтверждает соответствие товара его наименованию, т.е. то, что представленный образец является именно рассматриваемой продукцией, что имеет особое значение, например, при таможенной идентификации. Сортная идентификация призвана установить соответствие требованиям качества, которые установлены нормативными документами для конкретного сорта товара. Специальная идентификация подразумевает наличие определенной поставленной цели, например, идентификация определенного соединения в составе химической продукции.

В Таможенном кодексе Таможенного союза [5] установлены виды таможенной экспертизы, первым из которых числится идентификационная экспертиза. Целью данной экспертизы является установление принадлежности товара к той или иной однородной группе или определенному перечню на основании характерных индивидуальных признаков, приведенных в нормативно-технической или иной документации. Результатом идентификации при таможенной экспертизе должно стать присвоение идентификатора, кода товарной номенклатуры внешнеэкономической деятельности (код ТН ВЭД). В качестве примера приведем код ТН ВЭД с соответствующим наименованием однородной группы - код ТН ВЭД 3208 901 для группы краски и лаки на основе синтетических полимеров, включающие лакокрасочные материалы, предназначенные для покраски летательных аппаратов.

Структура построения ТН ВЭД представляет собой логический процесс разделения всего классифицируемого множества в иерархической подчиненности на отдельные группировки (фасеты) по определенным признакам. В их качестве в ТН ВЭД выступают: функциональное назначение (т.е. предназначенность для обеспечения конкретной потребности), материал изготовления (дерево, металл, зерно и пр.), природа происхождения (животное, растительное, минеральное), глубина переработки товара (сырье, полуфабрикат, готовая продукция), химический состав, технология изготовления и др.

Эти материально-вещественные характеристики обуславливают потребительские свойства товара и влияют на направление его использования (удовлетворение какой-либо конкретной потребности).

В соответствии с [6] предложено следующее определение идентификации. Идентификация товаров в таможенных целях - это выявление индивидуальных признаков товара, позволяющих отличить его от конкурирующих товарных позиций в ТН ВЭД и указывающих на его принадлежность к определенной однородной группировке товаров с родственными потребительскими стоимостями.

Необходимость выстраивания и четкого следования терминологии показывают случаи из практики, в том числе и на международном уровне. Так, например, на 50-е заседание ОЭСР (Организация экономического сотрудничества и развития) выносился на обсуждение вопрос, связанный с тем, что в различных руководствах по испытаниям ОЭСР (*OECD Guidelines for the Testing of Chemicals*) применялся различный термин для объекта испытаний [7]. Применялись следующие различные формулировки «test item», «test substance» и «test chemical» (можно перевести как «объект испытания», «испытуемое вещество» и «испытуемая химическая продукция», что в конечном итоге стало причиной возможного неправильного понимания области применения отдельных руководств. В целях дальнейшего анализа сложившейся терминологии в области идентификации химической продукции рассмотрим понятия, которые

используются при регулировании обращения химических веществ и продукции в различных развитых странах. Информация по применяемым определениям приведена в таблице 1.

Отдельно рассмотрим сложившуюся отечественную практику. На территории РФ в настоящее время ожидает вступления в силу принятый технический регламент «О безопасности химической продукции» [5]. В соответствии с данным документом химическая продукция определяется как химическое вещество или смесь, а химическое вещество как химические элементы и (или) их соединения, находящиеся в естественном состоянии или полученные в результате любого производственного процесса, включая любые добавки, необходимые для обеспечения стабильности, и любые примеси, обусловленные процессом получения химической продукции, исключая любой растворитель, который можно отделить без нарушения стабильности химического вещества или изменения его состава (к химическим веществам относят химическую продукцию, в которой химическое вещество присутствует в концентрации 80 процентов (по массе) и более, при этом оставшиеся 20 процентов (по массе) и менее считаются примесями и (или) добавками). Приведенное определение термина «химическое вещество» созвучно с определением, принятым в Европейском союзе, однако понятие химической продукции сформулировано недостаточно корректно, что будет описано в следующих разделах.

Таблица 1 - Определение терминов «химическое вещество» и «смесь»

Наименование	Австралия	Канада	США	ЕС
<p>Вещество/химическое вещество</p>	<p><u>Chemical:</u> - Хим. элемент, в том числе хим. элемент, содержащийся в смеси, или - Соединение или комплекс химического элемента, в том числе такого соединения или комплекса, содержащегося в смеси, или - Вещество неизвестного или переменного состава, продукт реакции или биологический материал (UVCB), или - Природные химические вещества</p>	<p><u>Substance:</u> Любой различимый вид органической или неорганической материи, живой или неживой, включает в себя: а) любую материю, которая способна к рассеиванию в среде или трансформации в окружающей среде в материю, которая способна рассеиваться или вызывать такие преобразования в окружающей среде; б) любой элемент или свободный радикал; в) любое сочетание элементов определенной молекулярной структуры, которое встречается в природе, или является продуктом химической реакции; г) сложные комбинации различных молекул, которые встречаются в природе или являются результатом химических реакций, но которые не могут быть получены на практике простым комбинированием отдельных компонентов.</p>	<p><u>Chemical substance:</u> Любое органическое или неорганическое вещество определенной молекулярной идентичности, в том числе а) любое сочетание веществ, являющихся в целом или частично результатом химической реакции или встречающееся в природе; б) любой химический элемент или несвязанный радикал</p>	<p><u>Substance:</u> Химический элемент и его соединения в естественном состоянии или полученные в результате производственного процесса, включая любые добавки, необходимые для сохранения его стабильности и любые примеси, полученные в результате используемого процесса, но исключая любой растворитель, который может быть отделен без влияния на стабильность вещества или изменения его состава</p>

Окончание таблицы 1

<p>Mixture смесь</p>	<p>Mixture: Физическое сочетание химических веществ в результате преднамеренного смешения этих химических веществ или химической реакции, не включая UVCB вещество</p>		<p>Mixture: Любое сочетание двух или более химических веществ, если это сочетание не встречается в природе и не является, в целом или частично, результатом химической реакции; за исключением того, что такой термин включает в себя любое сочетание, которое получается, в целом или частично, в результате химической реакции, если ни одно из химических веществ, в данном сочетании не является новым химическим веществом и, если сочетание может быть произведено в коммерческих целях без химической реакции при соединении химических веществ, образующих сочетание</p>	<p>Mixture: Смесь или раствор, состоящий из двух или более веществ</p>
--------------------------	--	--	--	--

На основе подходов, рассмотренных выше, можно определить основные факторы, определяющие и уточняющие понятие идентификации продукции, а также выдвинуть предложения для компонентов, составляющих терминологический базис, который должен быть использован в данной области. Для терминологического базиса предложены следующие основные понятия: идентификация химической продукции, объект идентификации, субъект идентификации, цель идентификации, целевой объект идентификации, идентификационный профиль, идентификационный параметр.

В целях обоснования определения термина «идентификация химической продукции» необходимо дать определение ряду других терминов. Первый термин — это *объект идентификации*, т.е. продукция, которая должна быть идентифицирована. Так как идентификация подразумевает сопоставление с каким-то иным объектом, то необходимо ввести понятие «целевой» объект, включающее в себя все возможные объекты сопоставления. В случае идентификации продукции такими объектами могут быть наименование продукции, принадлежность продукции к определенной классификационной группировке, идентификатор продукции в соответствии со справочниками, классификаторами и базами данных, описание продукции, содержащееся, например, в договоре на поставку или в техническом документе. Отдельно выделим как «целевой» объект идентификации продукции нормативный документ на продукцию, т.е. в данном случае это определение соответствия продукции требованиям, указанным в нормативном документе, например, определение сорта продукции или его марки, если в нормативном документе предусмотрены марки и сорта продукции.

Объект идентификации и «целевой» объект должны определяться целью, с которой проводится идентификация продукции. В качестве целей идентификации можно рассматривать оценку соответствия продукции, таможенный контроль ввозимой продукции. Очевидно, что все дальнейшие требования к идентификации продукции должны предъявляться исходя из цели.

Схематически понятие идентификации продукции продемонстрировано на рисунке 1.

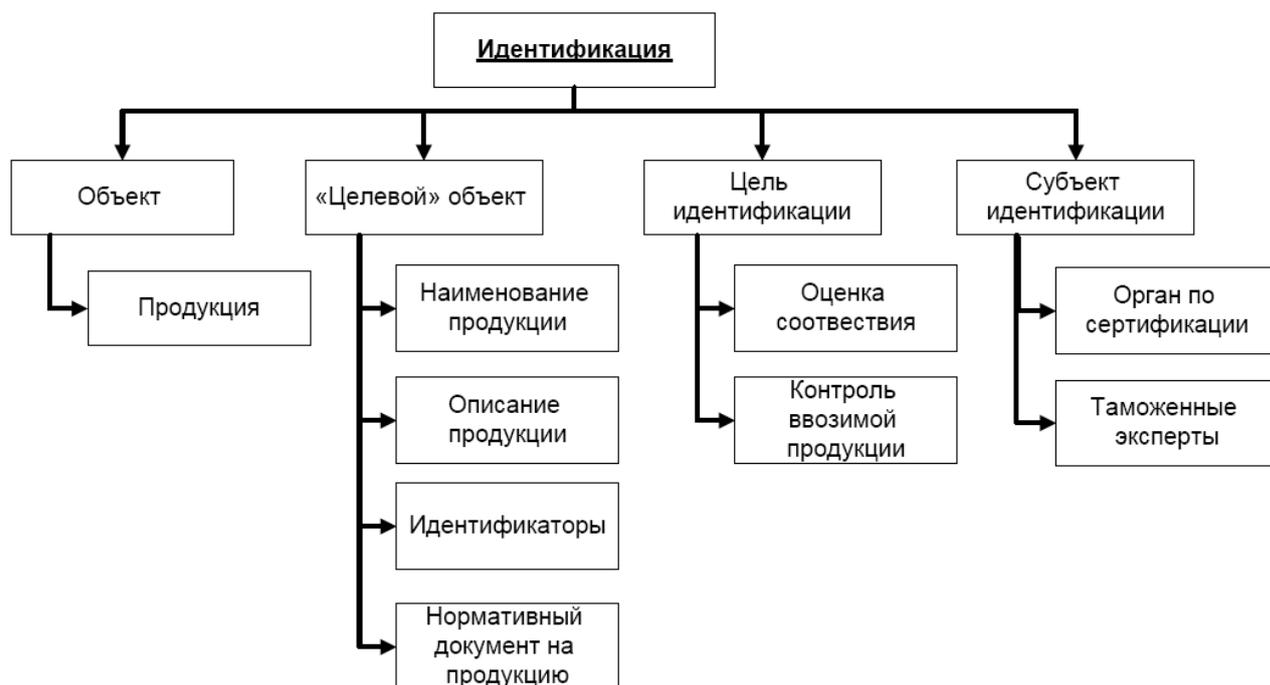


Рисунок 1 – Схематическое отображение понятия «идентификация продукции»

Кроме того, перед нами стоит дополнительная цель - обеспечение безопасного обращения данной продукции, достижение которой в обход идентификации продукции невозможно. Это обусловлено свойственной химической продукции опасности, т.е. любая химическая продукция является потенциально опасной. Для обеспечения допустимого уровня риска необходимо не только определить соответствие продукции и документа, содержащего требования к ней, но также знать и учитывать детали предполагаемого применения продукции. Даже в случае соответствия продукции нормативным документам и другим установленным правилам, она представляет собой опасность, и говорить о безопасности химической продукции представляется возможным только в контексте обеспечения её безопасного обращения. Таким образом, идентификация продукции должна включать не только определение её свойств, но и получение информации об её обращении, в частности о предполагаемом применении.

На основе вышеизложенных предложений приведем схему, демонстрирующую структуру понятия «идентификация химической продукции» (рисунок 2).

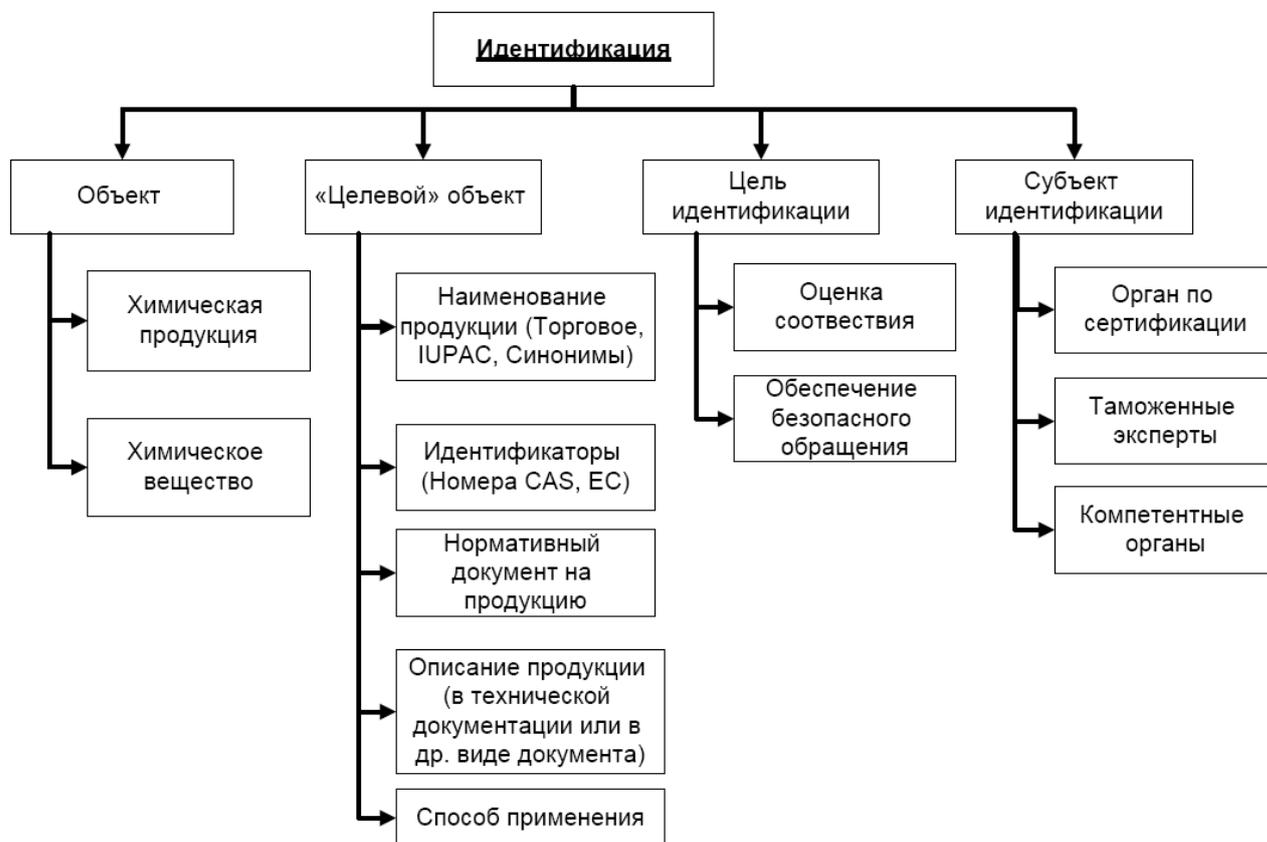


Рисунок 2 – Структура понятия «идентификация химической продукции»

Как уже было упомянуто, в федеральном законе «О техническом регулировании» идентификация продукции определяется как установление тождественности характеристик продукции её существенным признакам. В случае с химической продукции это определение может быть модифицировано следующим образом: идентификация химической продукции - *установление соответствия характеристик химической продукции ее существенным признакам и назначению*. В данном определении основополагающим признаком выбираются характеристики продукции, однако, в случае химической продукции её характеристики практически полностью обуславливаются её химическим составом, структурой и предполагаемым применением (назначению). Таким образом, при идентификации химической продукции основное внимание должно

уделяться химическому составу и структуре, а также, при необходимости, ее назначению.

При определении химического состава и структуры необходимо выстроить систему понятий «химическая продукция», «химическое вещество» и «компонент химического вещества», используемых для описания химического состава.

Следует принять во внимание, что термин «химическая продукция» имеет «экономический» характер, в то время как термин «компонент химического вещества» имеет научный характер. Термин «продукция» в первую очередь определяется тем, что продукцией называют объект, который готовят к выходу на рынок, который непосредственно обращается на рынке, или находится на завершающих стадиях жизненного цикла. Химическое вещество — это объект исследования или изучения. Очевидно, предприятия производители, оперируют понятием «химическая продукция», в то время как для работы с оценкой опасности и классификации опасности необходимо работать на уровне физико-химических свойств, т.е. оперировать понятиями «химическое соединение», «химический элемент». Однозначно провести соответствие между понятием «химическое вещество» и «химическая продукция» затруднительно. Понятие «химическое вещество» служит в качестве своеобразного необходимого «переходного» понятия. Таким образом, для идентификации химической продукции необходимо выявить химические вещества, составляющие химическую продукцию и компонентный состав химических веществ.

Термины и соответствующие им определения, предлагаемые для обеспечения процесса идентификации, представлены в таблице 2.

Таблица 2 — Термины и определения, предлагаемые для обеспечения процесса идентификации

Термин	Определение
Химическая продукция	Продукция, химической промышленности, рассматриваемая (в целях регулирования) как химическое вещество или смесь
Химическое соединение	Соединение, состоящее из химически связанных атомов двух или более химических элементов

Продолжении таблицы 2

Термин	Определение
Химическое вещество	Объект регулирования, представляющий собой химические элементы и (или) их соединения, находящиеся в естественном состоянии или полученные в результате любого производственного процесса, включая любые добавки, необходимые для обеспечения стабильности, и любые примеси, обусловленные процессом его получения, исключая любой растворитель, который можно отделить без нарушения стабильности химического вещества или изменения его состава
Компонент (составляющая часть) химического вещества	Химическое соединение, входящее в состав химического вещества
Основной компонент химического вещества	Компонент химического вещества, массовая доля которого в химическом веществе составляет больше 80 %
Примесь	Компонент химического вещества, присутствие которого обусловлено производственным процессом и носит непреднамеренный характер
Добавка	Компонент химического вещества преднамеренно добавленный для обеспечения определенного свойства
Химическое вещество с неизвестным или изменчивым составом, продукт сложной реакции или биологический материал	Химическое вещество, химический состав которого в значительной степени неизвестен, или изменяется и не может быть предсказан, или его определение затруднено из-за достаточно большого количества компонентов.
Смесь	Объект регулирования, представляющий собой смесь или раствор двух или более химических веществ
Идентификация химической продукции	Определение соответствия наименования химической продукции её химическому составу и назначению
Идентификация химического вещества	Деятельность, направленная на подтверждение соответствия химического вещества его наименованию и другим идентифицирующим параметрам

Окончание таблицы 2

Термин	Определение
Идентификационный профиль	Документ, содержащий информацию об идентификационных параметрах химического вещества и предложениях по способам их подтверждения
Идентификационный параметр	Свойства, присущие химическому веществу, позволяющие его идентифицировать
Идентичность химического вещества	Соответствие химического вещества его идентификационному профилю
Аналитическая стратегия идентификации	Подход к планированию и проведению лабораторных испытаний, направленный на достоверное и полное подтверждение идентичности химического вещества

Часть сформулированных терминов была предложена к разработке и обсуждению в работе технической группы Химического диалога АТЭС, ответственной за формирования глоссария в области регулирования. В предложенном проекте глоссария регуляторных терминов Химического диалога АТЭС, как оказалось, недостаточно терминов, непосредственно связанных с химической продукцией и в том числе с её идентификацией. Термины в части химической продукции и химических веществ могут также быть необходимы для достижения цели свободной и открытой торговли и инвестиций в химическом секторе. В секретариат российской делегации в Диалоге по химической промышленности АТЭС были направлены сформулированные предложения, которые включали термины, приведенные в таблице 2. В дальнейшем данные материалы были направлены со-председателю виртуальной рабочей группы по регуляторному сотрудничеству Диалога по химической промышленности АТЭС. В результате все направленные предложения были учтены, а вклад Российской Федерации был отдельно отмечен, как содержащий полезные комментарии и дополнения.

В первой главе для целей систематизации понятий, используемых при идентификации, разработаны научные основы терминологии, поставившие задачу

установления обоснованной однозначно понимаемой и непротиворечивой терминологии во всех видах документации в части идентификации химических веществ и продукции. 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; идентификационный профиль; идентификационные параметры; аналитическая стратегия идентификации).

1.2 Идентификация продукции в области технического регулирования

Закон о техническом регулировании [9] дает следующее определение понятию «идентификация продукции». Идентификация продукции - установление тождественности характеристик продукции ее существенным признакам. Таким образом, для идентификации продукции требуется выделить существенные признаки, позволяющие отнести её к определенному наименованию (или группе однородной продукции).

Более подробные положения по идентификации продукции, применяемые, в частности при подтверждении соответствия продукции, изложены в ГОСТ Р 51293-99 «Идентификация продукции. Общие положения» [10]. В стандарте содержатся общие положения по проведению работ и оформлению результатов идентификации продукции. Причем в области распространения стандарта прописано, что помимо положений ГОСТ Р 51293-99 могут быть разработаны отдельные нормативные документы, устанавливающие процедуры идентификации для конкретных видов контрольно-надзорной деятельности и

групп однородной продукции. Один из примеров такого нормативного документа, развивающего положения ГОСТ Р 51293-99 на конкретную группу однородной продукции, будет рассмотрен далее.

В стандарте ГОСТ Р 51293-99 приведено определение термина «идентификация», рассматривающее идентификацию как установление соответствия конкретной продукции образцу и/или её описанию. Под описанием продукции подразумевается набор признаков, параметров, показателей и требований, характеризующих продукцию, установленных в соответствующих документах [10].

В качестве описания продукции могут быть использованы стандарты, технические условия, нормативные документы федеральных органов исполнительной власти, конструкторская, эксплуатационная документация; товаросопроводительная документация, договоры поставки, спецификации, технические описания, этикетки, ярлыки и другие документы, характеризующие продукцию.

Идентификация проводится по признакам, параметрам, показателям и требованиям, которые в совокупности достаточны для подтверждения соответствия конкретной продукции образцу и/или её описанию.

В соответствии с ГОСТ Р 51293-99 выделяют следующие методы идентификации:

- по документации,
- инструментальный,
- органолептический,
- визуальный,
- опробование,
- испытания.

В зависимости от задач идентификации, специфики продукции может быть использован один из перечисленных выше методов, также возможно их сочетание.

В соответствии с ГОСТ Р 51293-99 результатом идентификации является заключение о соответствии (не соответствии) конкретной продукции образцу и/или ее описанию [10].

В соответствии с [9] (статья 7, п. 3) технический регламент должен содержать перечень и (или) описание объектов технического регулирования, требования к этим объектам и правила их идентификации в целях применения технического регламента. Таким образом, правила идентификации объектов технического регулирования являются необходимым содержанием технического регламента.

В системе технического регулирования и стандартизации, помимо основополагающего стандарта по общим положениям идентификации существуют стандарты, регламентирующие положения по идентификации, касающиеся отдельных групп однородной продукции. Описанный подход наиболее проработан для пищевой продукции. Так, в техническом регламенте на соковую продукцию из фруктов и овощей устанавливают общие правила идентификации. Для целей установления принадлежности продукции к числу объектов, подпадающих под данный технический регламент, идентификация осуществляется без проведения исследований (испытаний) путем сравнения наименования продукции, нанесенного на потребительскую упаковку или указанного в товарно-сопроводительных документах, с наименованием, предусмотренным регламентом. В случае, если идентификация осуществляется в целях установления фальсификации соковой продукции из фруктов и (или) овощей и ее несоответствия своему наименованию, идентификация осуществляется путем совокупной оценки физико-химических, органолептических и других показателей такой продукции. Более подробно идентификация указанной продукции разъясняется в серии стандартов, основой для которой является стандарт ГОСТ Р 53137-2008 «Соки и соковая продукция. Идентификация. Общие положения» [11], устанавливающий общие положения, включающие правила проведения работ по идентификации и оформлению

результатов работ. Данный стандарт подразумевает, что на его основе могут быть разработаны различные документы (национальные стандарты, своды правил и др.), расширяющие процедуру идентификации и устанавливающие дополнительные специальные требования.

В соответствии с [11] выделяют три этапа идентификации соков и соковой продукции: экспертизу документов, исследования физико-химических и органолептических показателей и проверку соответствия маркировки установленным требованиям.

В перечень документов, подлежащих экспертизе, входят обязательные документы, предусмотренные нормативными правовыми актами Российской Федерации для обеспечения производства и оборота продукции, а также любые дополнительные документы по усмотрению поставщика или изготовителя продукции. В целях проведения исследований эксперт составляет программу, первым этапом которой является подготовка перечня существенных признаков (показателей, характеристик и норм) и определение методов исследований (испытаний); вторым этапом является исследование физико-химических и органолептических показателей согласно составленной программе. В первую очередь проводят испытания по минимальному количеству показателей. В случае, если результаты испытаний не выявили несоответствий, продолжают проведение испытаний. Как видно, такой подход является экономически выгодным, так как помогает избежать проведения лишних аналитических исследований.

Стандарт ГОСТ Р 53137-2008 дополняется стандартами, содержащими методы испытаний, используемые при исследовании физико-химических и органолептических показателей продукции.

Как мы видим, идентификация в области пищевой продукции в достаточной степени прописана и структурирована. Основные положения по идентификации прописываются в техническом регламенте на конкретную группу однородной продукции, разъясняющие положения включаются в нормативные документы уровня национального стандарта, систему дополняют стандарты на методы испытаний, применяемые при идентификации.

1.3 Особенности идентификации химической продукции

Правила идентификации химической продукции приведены в Правилах проведения сертификации химической продукции [12]. Описанная процедура применяется при идентификации химической продукции для целей подтверждения соответствия (сертификации) продукции. Согласно [12] идентификация проводится с целью подтверждения:

- соответствия конкретной продукции образцу или ее описанию, представленному заявителем;
- принадлежности продукции к классификационной группировке (код ОКП, код ТН ВЭД);
- принадлежности к данной партии, марке, типу и т.д.;
- назначения;
- основным характеристикам, определяющим принадлежность к группе однородной продукции.

Идентификация сертифицируемой продукции осуществляется в два этапа:

- при отборе образцов сертифицируемой продукции;
- при проведении испытаний.

Идентификация продукции осуществляется по следующим признакам, параметрам и требованиям.

При отборе проб по:

- маркировке на соответствие информации для потребителей;
- наименованию продукции на соответствие заявленной;
- количеству единиц или объему партии;
- соответствию упаковки;
- документу о качестве продукции.

При проведении испытаний по:

- внешнему виду (агрегатное состояние, конфигурация и др. признаки);
- основному или действующему веществу;
- показателям назначения;
- основным потребительским свойствам.

Полученные результаты заносятся в акт отбора образцов и протокол испытаний.

Результаты идентификации могут быть оформлены в виде отдельного документа (Заключения об идентификации).

Порядок проведения сертификации химической продукции также устанавливает действия в случае отрицательных результатов идентификации заявленной для сертификации химической продукции. В указанном случае испытательная лаборатория (центр) приостанавливает проведение испытаний и сообщает об этом органу по сертификации. Отказ в выдаче сертификата по результатам идентификации оформляется решением органа по сертификации, которое направляется заявителю.

В случае, если мы говорим об идентификации химической продукции, необходимо учитывать определенную специфику. В первую очередь, в основном масштабе химическая продукция - это продукция, предназначенная для промышленного или функционального применения. Поэтому при идентификации химической продукции в отличие от рассмотренной ранее пищевой продукции в меньшей степени требуется учет потребительских параметров. Химическая продукция для потребительского применения в основном представлена номенклатурой товаров бытовой химии, минеральных удобрений и лакокрасочных материалов, для которых при идентификации следует обратить внимание также на потребительские свойства. Во-вторых, специфической чертой химической продукции являются крупные объемы её производства, так объемы производств многих наименований химической продукции превышают тысячу тонн для одного предприятия. Неправильно проведенная идентификация для химической продукции крупномасштабного производства может оказаться катастрофичной для производителя. Следующая специфическая черта, характерная для химической продукции и имеющая особое значение для идентификации заключается в том, что назначение продукции полностью обуславливается её химическим составом и физическими и химическими свойствами. Соответственно идентификация химической продукции не

представляется возможной только по сравнению наименования, указанного на упаковке или сопроводительной документации с наименованием, приведенном в техническом регламенте или стандарте, без проведения испытаний с привлечением методов физико-химического и химического анализа.

На этом этапе появляется дополнительная задача, связанная с разделением понятий «химическая продукция» и «химическое вещество». Частично данный вопрос будет рассмотрен далее в этой главе. При рассмотрении определений предлагаемых в [8], попытаемся здесь прояснить существующие различия данных понятий. Данные понятия описывают возможные объекты идентификации, т.о. при исследовании проблем идентификации химической продукции необходимо сформулировать принципы деления объектов идентификации на химическую продукцию и химические вещества. В ГОСТ 31340-2007 «Предупредительная маркировка химической продукции. Общие требования» приведено следующее определение: химическая продукция – химическое вещество, смесь веществ или материал [13]. Таким образом, химическая продукция в своем составе может содержать одно или несколько химических веществ. Каждое химическое вещество в свою очередь также описывается, как целое, которое может быть представлено как несколько химических элементов.

Выше рассмотрен пример, каким образом положения для идентификации продукции регламентируется на нескольких уровнях, на уровне технического регламента и на уровне стандартов. Говоря о химической продукции необходимо учитывать, что в настоящее время принят технический регламент ЕАЭС «О безопасности химической продукции» [8]. Но в силу большого разнообразия химической продукции и, следующей отсюда невозможности охватить все требования к продукции в одном регламенте, регламент разрабатывается как «горизонтальный» документ. Это является стандартной практикой, когда наряду с общими и специальными техническими регламентами в ряде случаев может оказаться целесообразным выделение макроотраслевых (так называемых горизонтальных) технических регламентов, включающих требования,

являющиеся общими для больших групп продукции или процессов ее производства. Таким образом, в свою поддержку технический регламент ЕАЭС «О безопасности химической продукции» должен получить «вертикальные» регламенты ЕАЭС, в которых будут прописаны требования применительно к определенным видам продукции химической промышленности. В настоящее время принят технический регламент ЕАЭС «О требованиях к удобрениям» [14] и разработаны проекты двух вертикальных регламентов -, «О безопасности синтетических моющих средств и товаров бытовой химии» и «О безопасности лакокрасочных материалов» [15],[16].

В техническом регламенте ЕАЭС «О безопасности химической продукции» положения по идентификации химической продукции рассмотрены в отдельной главе «Правила идентификации химической продукции». В проекте регламента устанавливается, что идентификация химической продукции проводится изготовителем продукции или импортером и включает в себя следующее:

- установление наименования (наименований) химической продукции;
- отнесение к химическим веществам или смесям;
- установление для химического вещества наименования согласно общепринятой номенклатуре международного союза по теоритической и прикладной химии (далее - ИЮПАК) и идентификатора химических веществ, внесённых в реестр Химической реферативной службы Американского химического общества (далее - номер CAS) (при наличии);
- определение химического состава смеси с установлением для каждого из входящих в состав идентифицируемых компонентов наименования согласно общепринятой международной номенклатуре ИЮПАК и номера CAS (при наличии);
- установление наличия в составе химической продукции новых химических веществ в концентрациях более 0,1%;
- определение области применения химической продукции;

- предоставление другой необходимой информации.

Также требуется указать относится ли вещество к химическим веществам, запрещенным или ограниченным к применению, если химическая продукция является новым химическим веществом (т.е. химическое вещество не нотифицированное в соответствии с правилами технического регламента),.

Отдельными статьями приводятся требования к определению химического состава, в случае, если объектом является химическое вещество и в случае, когда объектом является смесь. Таким образом, в соответствии с техническим регламентом [8] при определении химического состава химического вещества необходимо идентифицировать:

- основное химическое вещество;
- опасные химические вещества в составе добавок и примесей, если они присутствуют в концентрациях, превышающих требования.

Аналогично при определении химического состава смеси необходимо идентифицировать:

- химические вещества, присутствующие в концентрациях более 10%;
- опасные химические вещества в составе добавок и примесей, если они присутствуют в концентрациях, превышающих требования.

Как мы видим технический регламент ЕАЭС предлагает нам основные положения идентификации химической продукции, рассматривая два варианта химической продукции – химическая продукция, представленная одним единственным химическим веществом, и химическая продукция, представленная смесью химических веществ. Следует отметить, что данное рассмотрение близко к регламенту Европейского союза REACH.

В техническом регламенте ЕАЭС «О требованиях к минеральным удобрениям» (ст.4) указывается, что идентификация минеральных удобрений осуществляется путем установления тождественности наименования удобрения существенным признакам [14]. К существенным признакам минеральных удобрений относят их назначение и химический состав. В соответствии с

регламентом идентификацию осуществляют путем лабораторного исследования образца минерального удобрения на соответствие химического состава, наименования, указанных на этикетке (маркировке) и в сопроводительной документации.

В проекте технического регламента ЕАЭС «О безопасности синтетических моющих средств и товаров бытовой химии» в статье 8 «Правила идентификации» требования к идентификации рассматриваются крайне узко, затронута только идентификация для целей установления принадлежности синтетических моющих средств и товаров бытовой химии к числу объектов технического регулирования, в отношении которых применяется технический регламент. Такая идентификация проводится изготовителем (или импортером, или уполномоченным лицом) без проведения исследований (испытаний) путем сравнения наименований товаров бытовой химии и синтетических моющих средств, нанесенных на потребительские упаковки или указанных в товаросопроводительной документации, с наименованиями синтетических моющих средств и товаров бытовой химии, предусмотренными техническим регламентом [15]. Аналогичное положение прописано и в проекте технического регламента «О безопасности лакокрасочных материалов» [16].

Однако по замечаниям, полученным в ходе обсуждения проекта технического регламента «О безопасности синтетических моющих средств и товаров бытовой химии», в статью, содержащую положения по оценке соответствия, включено положение, о том, что идентификационными признаками синтетических моющих средств и товаров бытовой химии является назначение, указанное в маркировке и подтвержденное третьей независимой стороной [15].

На основе рассмотренных проектов технических регламентов, можно сделать выводы, что основные положения по идентификации химической продукции, приведены в соответствующих проектах технических регламентов. Проект технического регламента рассматривает объект регулирования - химическую продукцию - как химическое вещество или смесь. В этом он поддерживает современные подходы, которые наиболее ярко выражены в

европейской системе регулирования. Но требования по идентификации нуждаются в дальнейшей проработке как в регламентах на конкретный вид продукции, так и в нормативных документах. В случае с химической продукцией проработка вопросов недостаточно глубока. Отсутствуют указания на конкретные показатели, используемые для идентификации и методы испытаний, позволяющие контролировать эти показатели. Положения по идентификации, приведенные в технических регламентах и разрабатываемых проектах в части идентификации продукции, не решают главную задачу, которая ставится перед техническими регламентами – обеспечение безопасности химической продукции. При этом здесь необходимо иметь в виду два аспекта, безопасность продукции с точки зрения опасности продукции как таковой, опасность для жизни и здоровья человека и окружающей среды, которая обуславливается присущими продукции свойствами, так и безопасность применения химической продукции, которая обуславливается несоответствием продукции целям её применения.

Далее рассмотрим существующие нормативные документы на предмет содержания в них требований по идентификации продукции.

Согласно ГОСТ 30333-2007 обязательной составной частью технической документации на химическую продукцию (вещество, смесь, материал, отходы промышленного производства) является паспорт безопасности [1]. Паспорт безопасности химической продукции предназначен для обеспечения потребителя достоверной информацией по безопасности промышленного применения, хранения, транспортирования и утилизации химической продукции, а также ее использования в бытовых целях.

В соответствии с данным стандартом паспорт безопасности химической продукции должен содержать информацию по идентификации продукции. Данная информация должна содержаться в двух разделах паспорта безопасности – первый раздел (идентификация химической продукции и сведения о производителе или поставщике) и третий (состав (информация о компонентах)). Подробные требования к информации по идентификации в паспорте безопасности приведены в Таблице 3.

Таблица 3 — Требования к информации по идентификации в Паспорте безопасности химической продукции

Наименование раздела	Содержание
1. Идентификация химической продукции и сведения о производителе или поставщике	<p>Наименование химической продукции, соответствующее указанному в нормативном документе.</p> <p>Другие способы идентификации.</p> <p>Рекомендации и ограничения по применению химической продукции.</p> <p>Полное официальное наименование, адрес и номер телефона организации (фамилия лица), ответственной (го) за производство, ввоз и выпуск в обращение химической продукции.</p> <p>Номер телефона экстренной связи организации, предоставляющей консультации при возникновении чрезвычайных ситуаций.</p>
3. Состав (информация о компонентах)	<p>Для химической продукции, представляющей собой индивидуальное химическое вещество:</p> <ul style="list-style-type: none"> - химическое наименование в соответствии с требованиями Международного союза теоретической и прикладной химии IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) - химическая формула - номер вещества в реестре CAS (Chemical Abstracts Service), США - общепринятые синонимы и т. д. - примеси и функциональные добавки, присутствующие в данной продукции и влияющие на ее опасность. <p>Для химической продукции, представляющей собой смесь веществ:</p> <ul style="list-style-type: none"> - информация о составе продукции (по компонентам), которая может помочь приобретателю и другим заинтересованным лицам определить риск, связанный с ее применением; - для всех компонентов, представляющих опасность для здоровья человека или окружающей среды, должна быть представлена следующая информация: наименование компонента и другие идентификационные признаки, концентрация или диапазон концентраций, описание опасности (классификация опасности, гигиенические нормативы в рабочей зоне). <p>П р и м е ч а н и е — Если сведения о наличии в составе продукции каких-либо компонентов являются конфиденциальными, то следует руководствоваться требованиями специальных нормативных и законодательных актов. Данные об этих компонентах должны быть представлены в той мере, которая гарантирует безопасность приобретателей.</p>

Из этих требований можно выделить основные идентификационные параметры для химической продукции, представляющей собой индивидуальное химическое вещество:

- наименование химической продукции;
- рекомендации и ограничения по применению;
- наименование в соответствии с требованиями IUPAC;
- химическая формула;
- номер вещества в реестре CAS;
- общепринятые синонимы;
- примеси и функциональные добавки.

Для химической продукции, представляющую собой смесь химических веществ необходимо включить информацию о составе продукции.

В настоящее время только немногие стандарты на продукцию химической промышленности содержат положения, используемые при идентификации. Рассмотрим стандарт ГОСТ Р 51691-2008 «Материалы лакокрасочные. Эмали. Общие технические условия», в котором прописано отдельное положение, регламентирующее показатели, используемые для идентификации эмалей. Согласно указанному стандарту для идентификации используют следующие показатели [17]:

- условная вязкость;
- массовая доля нелетучих веществ;
- внешний вид покрытия;
- адгезия.

Также приведем другой пример - национальный стандарт ГОСТ Р ИСО 22241-2-2012 «Двигатели дизельные. Восстановитель оксидов азота AUS 32. Часть 2. Методы испытаний» [18], идентичного международному стандарту ИСО. В данном стандарте непосредственно содержатся указания по идентификации продукции. В приложении к указанному стандарту регламентируется метод определения идентичности образцов, дана методика

получения инфракрасного спектра и представлены справочные спектры для сравнения.

При этом следует учесть, что восстановитель оксида азота представляет собой водный раствор карбамида определенной концентрации, имеющий характеристики, отличные от характеристик карбамида, используемого в качестве минерального удобрения, но имеющий ту же самую структуру. Таким образом, этот стандарт может быть использован для доказательства идентичности структуры химического вещества - карбамида. Помимо этого метода, другие методы, которые указаны в данном стандарте, также могут быть использованы для идентификации вещества, так как непосредственно дают информацию о количественном или качественном содержании компонента. Рассмотрим перечень определяемых характеристик и диапазоны их значений в соответствии с ГОСТ Р ИСО 22241-1-2012 «Двигатели дизельные. Восстановитель оксидов азота AUS 32. Часть 1. Требования к качеству» (см. таблицу 4).

В случае если проведенные испытания показали, что значения характеристик анализируемого объекта входят в диапазон, указанный в стандарте в виде предельных (минимальных и максимальных) значений, то можно сделать вывод о том, что испытуемое вещество является именно требуемой химической продукцией - водным раствором карбамида с заданной концентрацией. Полученный спектр, соответствующий приведенному справочному спектру, подтверждает этот факт.

На самом деле можно обратить внимание на то, что требования в указанном стандарте очень похожи на требования, которые указываются в SIP, идентификационном профиле вещества, который разрабатывается форумом по обмену информацией о веществе в рамках регламента REACH Европейского Союза, информация о котором будет приведена далее. Следует только подчеркнуть значительный факт, что положения стандарта ГОСТ Р ИСО 22241-2-2012 относятся к идентификации продукции, а в случае с SIP речь — к идентификации химического вещества. Таким образом, в системе

регулирования REACH, вместо водного раствора карбамида мы должны были бы регистрировать вещество, карбамид. Отметим, что такой структурированный подход к идентификации восстановителя азота AUS 32 обусловлен тем, что в случае фальсификации данной продукции или её несоответствия требованиям упомянутого стандарта случаи преждевременного выхода системы нейтрализации из строя происходят достаточно часто [18].

Таблица 4 — Технические требования к восстановителю оксидов азота AUS 32 по ГОСТ Р ИСО 22241-1-2012 [19]

Характеристика	Предельное значение		Комментарии
	мин.	макс.	
Массовая доля карбамида, %	31,8	33,2	Определение основного компонента
Плотность при 20°C b, кг/м ³	1087,0	1093,0	Косвенное подтверждение чистоты вещества
Показатель преломления при 20°C c	1,3814	1,3843	Косвенное подтверждение чистоты вещества
Щелочность (в пересчете на свободный аммиак NH ₃), % d	-	0,2	Косвенное подтверждение чистоты вещества
Массовая доля биурета, % d	-	0,3	Определение примесей
Массовая концентрация альдегидов, мг/кг	-	5	Определение примесей
Массовая концентрация нерастворимого остатка, мг/кг	-	20	Определение примесей
Массовая концентрация фосфатов (PO ₄), мг/кг	-	0,5	Определение примесей
Массовая концентрация кальция, мг/кг	-	0,5	Определение примесей
Массовая концентрация железа, мг/кг	-	0,5	Определение примесей
Массовая концентрация меди, мг/кг	-	0,2	Определение примесей

На приведенных примерах можно рассмотреть разницу в подходах к установлению норм для химической продукции. В настоящее время при создании документа по стандартизации на химическую продукцию из всей номенклатуры

продукции выбирают определенные показатели, которые имеют важное значение для контроля качества процесса производства продукции, технологии её производства или её применения. В то же самое время для химической продукции данные показатели полностью зависят от химического состава продукции и тесно взаимосвязаны. Так, например, такие показатели как «щелочность» в большинстве случаев зависят от содержания основного компонента и содержания примесей и в случае, когда подтверждён химический состав продукции, сомнений в соответствии нормам показателей, связанных с щелочностью или кислотностью продукции, не может быть. Впрочем, имеет смысл и обратный вариант, когда определение содержания компонентов может быть экономически необоснованным и целесообразнее использовать косвенные показатели. Также можно рассмотреть межгосударственный стандарт ГОСТ 7850-2013 «Капролактамы. Технические условия» [20], в котором не установлены нормы по содержанию основного компонента и качество продукции определяется на основе таких показателей как перманганатный индекс, допустимым диапазоном рН, цветом раствора и содержанием отдельных примесей.

Анализ нормативной базы на продукцию химической промышленности выявил следующие факты:

1. Положения по идентификации в отдельных стандартах на конкретный вид химической продукции существуют, но нет какого-либо единого подхода к изложению требований или положений по идентификации. Это объясняется отсутствием профильных нормативных или методических документов в этой области.

2. Нормативная база для отдельных видов химической продукции содержит методы испытаний, которые могут быть использованы в целях идентификации химической продукции. При этом системный комплекс стандартов на методы испытаний, необходимых для идентификации химической продукции, отсутствует. Отсутствуют стандарты с описанием процедуры отбора проб для целей идентификации, процедуры проведения собственно идентификации,

составления результирующего отчета по результатам испытаний для целей идентификации.

3. Развитие нормативной базы химической продукции позволит существенно облегчить проведение лабораторных испытаний в целях идентификации, потому что в нормативных документах на продукцию, таких как стандарты вида технических условий устанавливают аналитические методы испытания химической продукции. Как уже было отмечено при анализе нормативной базы, в настоящее время, как правило, устанавливают только методы определения показателей качества и безопасности химической продукции. При распространении практики включения в нормативную базу также и методов, нацеленных непосредственно на идентификацию химической продукции, вопрос унификации применяемых методов будет решен.

При рассмотрении идентификации химической продукции необходимо также обратить внимание не только на существующие методы и правила идентификации, предлагаемые нормативными и правовыми документами, но и на существующие базы данных продукции, так как именно в них содержится информация, являющаяся целевым объектом идентификации. Одной из крупнейших отечественных баз данных по химической продукции является регистр паспортов безопасности, который ведет Информационно-аналитический центр «Безопасность материалов и веществ» (ИАЦ «БВиМ») Ассоциация «НПК ИЦ СНГ». В настоящее время база данных включает информацию о более чем 40 000 паспортов безопасности химической продукции.

Также стоит обратить внимание на Российский регистр потенциально опасных химических и биологических веществ. Российский регистр потенциально опасных химических и биологических веществ был введен Постановлением Правительства Российской Федерации № 869 от 12.11.1992 г. «О государственной регистрации потенциально опасных химических и биологических веществ» [21]. Потенциально опасным химическим и (или) биологическим веществом считается индивидуальное вещество (соединение) природного или искусственного происхождения, способное в условиях производства, применения,

транспортировки переработки, а также в бытовых условиях оказывать неблагоприятное воздействие на здоровье человека и окружающую природную среду. В соответствии с постановлением государственной регистрации подлежат все индивидуальные химические и биологические вещества (соединения), в том числе входящие в состав смесевой продукции, производимые и/или применяемые на территории России, а также ввозимые из-за рубежа.

В информационных картах потенциально опасных химических и биологических веществ (ИК РПОХВ) содержится комплексная информация по безопасности вещества, внесенных в Российский регистр потенциально опасных химических и биологических веществ (РПОХВ). РПОХВ является национальным корреспондентом Международного регистра потенциально токсичных химических веществ (МРПТХВ).

Информация, представленная в ИК РПОХВ, часто носит узкоспециализированный характер и является непонятной неспециалисту в описываемой области. Так же ИК составляется на некоторое абстрактное вещество, а не на конкретный технический продукт, что аналогично регламенту REACH.

В настоящее время на базе ФГУЗ «Российский регистр потенциально опасных химических и биологических веществ» действует информационная система, предоставляющая данные, включаемые в информационную карту.

1.4 Рассмотрение идентификации химических веществ в рамках системы регулирования Европейского союза

1.4.1 Идентификация химических веществ в рамках выполнения требований регламента Европейского Союза REACH

При рассмотрении идентификации химической продукции необходимо рассмотреть требования к идентификации, которые предъявляет регламент Европейского Союза по химическим веществам № 1907/2006 REACH [22].

Одним из основных опорных пунктов регламента является понятие «химическое вещество» и идентификация химических веществ. На период до 2018 года все положения о новых и существующих химических веществах должны быть унифицированы по единой системе REACH (регистрация, оценка химикатов, санкционирование их применения).

REACH получил своё название от первых букв английских слов Registration, Evaluation, Authorisation and restriction of Chemicals (регистрация, оценка, разрешение и ограничение химических веществ). В основу REACH положены следующие элементы:

- регистрация химических соединений;
- оценка технического досье и/или вещества;
- выдача разрешений на размещение на рынок и использование;
- ограничения на производство, размещение на рынке и использование;
- согласованная классификация и маркировка;
- доступ к информации.

По своим целям, сфере охвата и технической сложности этот регламент является одним из самых значимых из когда-либо рассматриваемых в Европейском Парламенте.

В частности, в его преамбуле говорится о том, что с помощью REACH ЕС стремиться достичь к 2020 году сокращения до минимума вредного воздействия химических веществ на здоровье населения и окружающую среду при их производстве и использовании, что соответствует плану осуществления решений Всемирного Саммита по устойчивому развитию и содействует выполнению стратегического подхода к международному управлению химическими веществами, принятого 6 февраля 2006 года в Дубае.

Для целей снижения количества дорогостоящих испытаний, определяющих опасность химической продукции для человека и окружающей среды, регламент REACH вводит принцип, в соответствии с которым производитель химической продукции вместо того, чтобы самостоятельно испытывать химические вещества, соответствующие его продукции, и, таким образом, затрачивать значительные

финансовые ресурсы, может провести идентификацию химических веществ и при эквивалентности результатов идентификации таковым у других производителей совместно предоставить требующуюся информацию по свойствам химического вещества. Как видно, идентификация химического вещества представляет собой первоначальный и чрезвычайно важный этап перед регистрацией, позволяющий минимизировать испытания и тем самым сокращать затраты [23].

Кроме того Европейским химическим бюро посредством ряда проектов по реализации REACH (RIPs – REACH Implementation Projects) разработаны методология, средства и технические руководства, необходимые для реализации Регламента [24].

В настоящее время на основе данных, полученных при реализации положений регламента REACH, Европейское химическое агентство ведет в интернете общедоступную базу данных, содержащую, в частности, информацию о наименованиях зарегистрированных веществ, классификации и маркировки, результатах токсикологических тестов, определенных для веществ безопасных концентраций и инструкциях по безопасному обращению. Регламент определяет информацию, которая может считаться коммерческой или профессиональной тайной, и таким образом не допускать ее наличия в общедоступной базе данных.

Информация, накопленная Европейским химическим агентством, в том числе идентификационная, хранится и передается в формате, отвечающем требованиям гармонизированных шаблонов ОЭСР [25]. Гармонизированные шаблоны ОЭСР (OECD Harmonised Templates, ОНТ) являются стандартными форматами представления информации, предназначенными для передачи данных по исследованиям свойств химических веществ или влияния на здоровье человека или окружающую среду (например, такие свойства, как гидролиз, раздражение кожи, токсичность при многократном воздействии). Гармонизированные шаблоны – это технические руководства по структурированию данных и разработке систем управления базами данными, предназначенные для дальнейшего их развития и разработки. На основе гармонизированных шаблонов,

после адаптации их к какому-либо формату представления данных, можно разработать как формы ввода данных, так и инструменты для передачи данных, учитывающие специфику какой-либо конкретной базы данных [26].

Степень сложности данных шаблонов соответствует требованиям к информации об исследованиях и испытаниях. Гармонизированные шаблоны ОЭСР являются своеобразным мостом между регуляторами, научным сообществом и промышленностью, позволяющим общаться и понимать предъявляемые требования. Используя данные шаблоны, регулятор, научное сообщество и промышленность могут легко обмениваться данными о результатах исследований в электронном виде. [26]

Наиболее востребованной системой, которая полностью реализует гармонизированные шаблоны ОЭСР является программное обеспечение IUCLID. Информация, полученная в IUCLID, может быть передана в другие базы данных, которые используют те же шаблоны или XML-схемы, даже если основные компьютерные системы несовместимы.

1.4.2 Идентификационная информация в программном обеспечении IUCLID

Большую роль при идентификации химической продукции играют различные информационные базы данных, содержащие сведения о химической продукции, в том числе идентификационные [23].

IUCLID является программным обеспечением для получения, хранения, поддержания и обмена информации о вредных и опасных свойствах химических веществ.

Программное обеспечение IUCLID стало для химической промышленности основным для обеспечения соответствия требованиям регламента REACH. Инструмент, который можно свободно и бесплатно загрузить с официального сайта, позволяет компаниям, работающим в химической промышленности в выполнении их обязанности предоставлять информацию в Европейское

химическое агентство по REACH с 1 июня 2008. Кроме того, программа может решать более широкий круг задач, не связанных с регламентом REACH. Даже если предприятия для целей хранения информации используют собственное программное обеспечение, например ПО, являющееся элементом ERP предприятия, структура хранения информации практически всегда или соответствует структуре хранения информации IUCLID или имеет встроенные возможности по конвертированию информации в данный формат.

В настоящее время последней версией IUCLID является IUCLID 6, но основные функции были заложены при разработке пятой версии программного обеспечения, именно IUCLID 5 стал эталонным программным обеспечением, продиктовавшим современные требования по хранению информации о химических веществах и, в частности, информации по идентификации химических веществ.

IUCLID упомянут в статье 111 регламента REACH, как инструмент для сбора и передачи данных [22].

Информация, которая может храниться и поддерживаться в IUCLID включает информацию

- О юридическом лице, использующем IUCLID (сайты о продукции, контактные лица и пр.)
- О химических веществах, а именно:
 - 1) Состав
 - 2) Ссылочная информация, (к примеру, номер вещества в базе данных CAS (американской химической реферативной службы) и др. идентификаторы)
 - 3) Классификация и маркировка
 - 4) Физические и химические свойства
 - 5) Токсикологические свойства
 - 6) Эко-токсикологические свойства.

Далее будет рассмотрен функционал IUCLID в области идентификационных параметров. Наибольший интерес представляет структура хранения информации о химических веществах и продукции. Но, следует заметить, что непосредственно химической продукции в ПО IUCLID нет, в зависимости от особенностей продукции информация о ней может содержаться или в информации о химических веществах или в информации о смесях.

Стартовая страница IUCLID 6 представлена на рисунке 3.

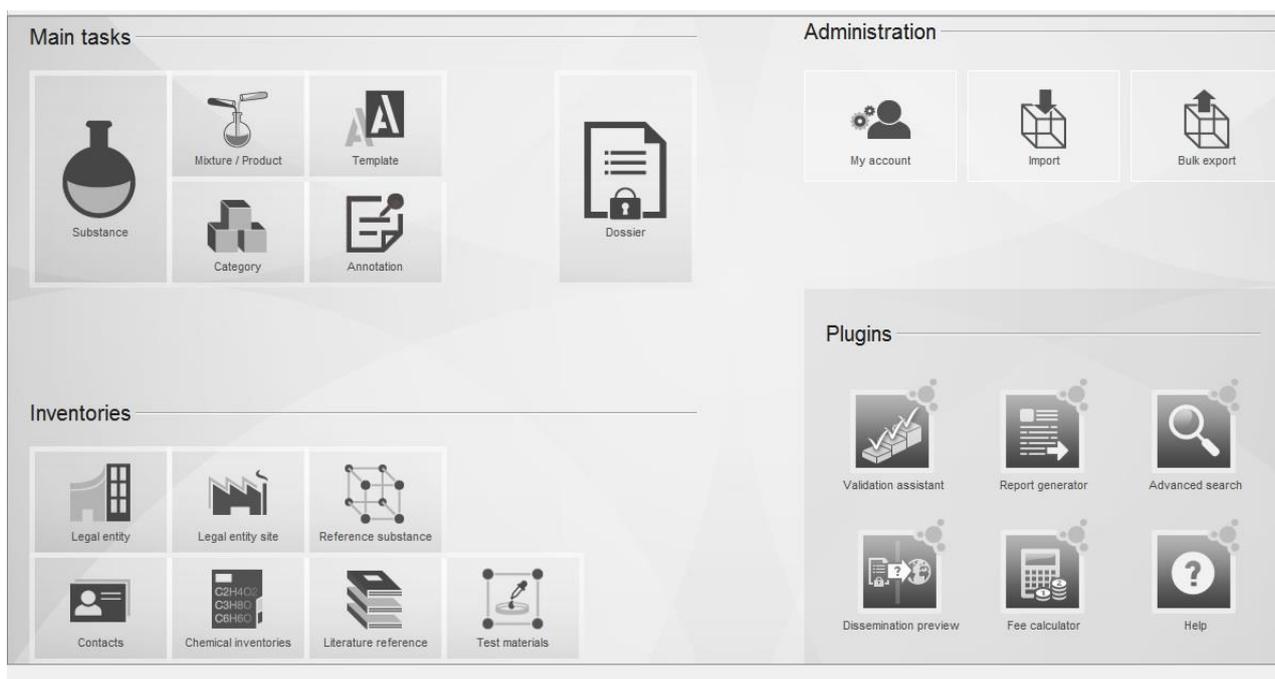


Рисунок 3 — Стартовая страница IUCLID 6

Информация о химическом веществе, предоставляемая пользователю в IUCLID, может быть представлена в пяти разделах: раздел с основной информацией (13 разделов), раздел, включающий информацию, соответствующую шаблонам OECD, раздел включающий информацию, характерную для регламента REACH, раздел включающий информацию, характерную для регламента по биоцидам, раздел, включающий информацию, характерную для регламента CLP. Окно управлением информации о веществе представлено на рисунке 4. В структуре каждого раздела выделены подразделы, так, например для фильтра, соответствующего основным требованиям регламента REACH, выделено 13 подразделов, каждый из которых в свою очередь подразделяется на определённое количество пунктов. Каждый из пунктов имеет

поля для заполнения данными, которые демонстрируются в правой верхней части экрана.

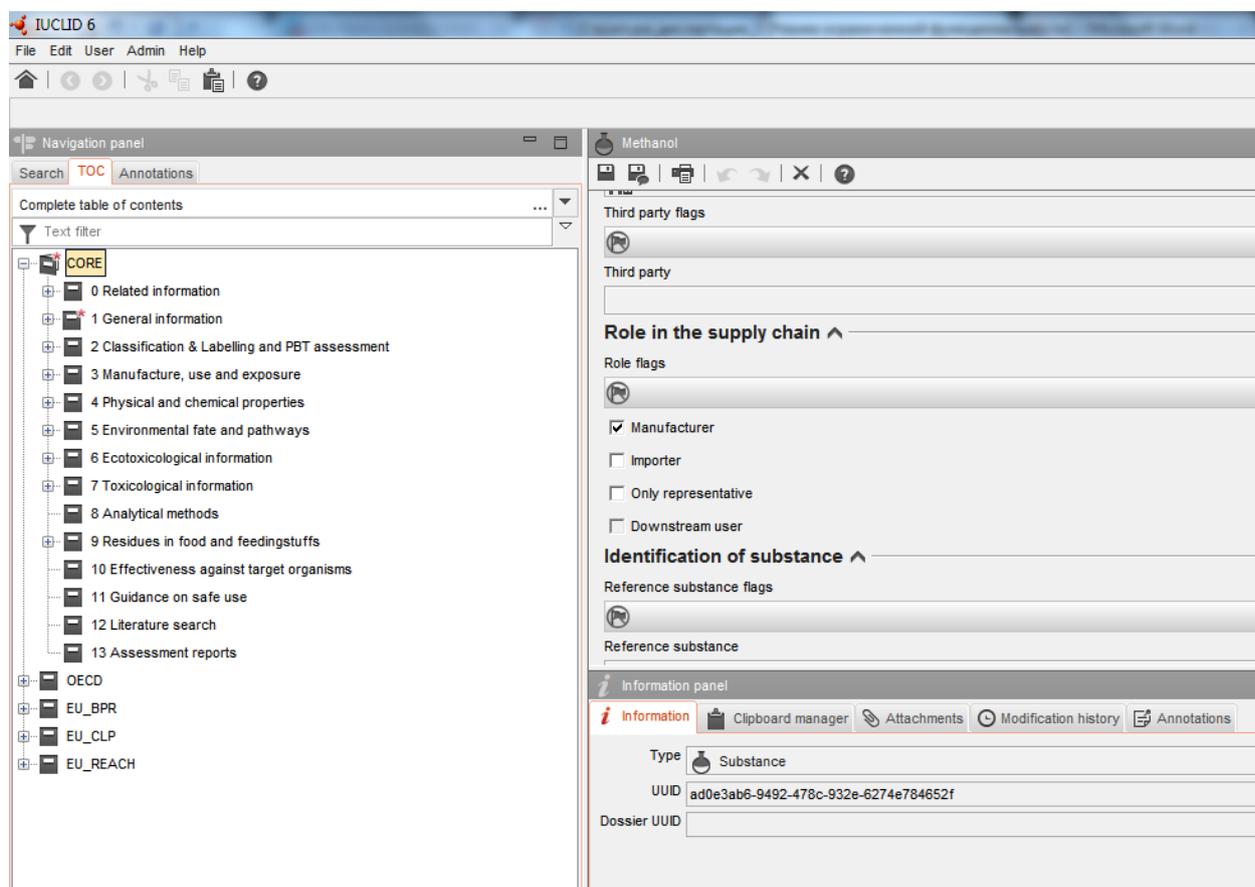


Рисунок 4 — Пример экранной формы представления информации в программе IUCLID 6

В IUCLID ступенчатый подход к представлению информации о веществе. На самом низком уровне представлена краткая информация о химических соединениях. Так как объем данной информации мал (только наименование соединения, его идентификационные номера (ЕС номер и CAS номер) и формула) и не может ожидаться никаких споров по поводу данной информации, то для удобства пользователей данная информация по умолчанию загружена в систему. Пример представления идентифицирующих сведений о химических веществах представлен на рисунке 5. Следующий уровень информации – это ссылочные вещества. Данная база данных содержит сведения о свойствах химических веществ, изначально присущих им. К такой информации относится молекулярная и структурная формула вещества, молекулярная масса и т.д. Применение ссылочных веществ помогает избежать дублирования при вводе информации,

вместо внесения информации предоставляется ссылка, на заранее разработанное ссылочное вещество. Также на официальном сайте программы IUCLID, возможно загрузить информацию о 68 679 ссылочных веществах, подготовленную Европейским химическим бюро и командой, занимающейся разработкой IUCLID [27]. Причем создать новое ссылочное вещество или редактировать уже созданное вещество (с целью дальнейшего использования) может любой пользователь программы. В качестве примера на рисунке 6 приведена информация по ссылочному веществу Phenol.

The screenshot displays the IUCLID 6 web application interface. At the top, there is a menu bar with 'File', 'Edit', 'User', 'Admin', and 'Help'. Below the menu is a navigation panel with a search form. The search form includes a 'Result type' dropdown set to 'Inventory', a 'Query type' dropdown set to 'Find Inventory Entries', and input fields for 'Inventory number', 'Inventory name' (containing 'methanol'), and 'CAS number'. There are 'Clear' and 'Search' buttons. Below the search form is a table with the following data:

Inventory name	Inventory number	CAS number	Description	Inventory
methanol	200-659-6	67-56-1		EC Inventory

Below the table, it says 'Displaying 1 result(s)'. To the right of the search panel is a detailed view for the selected entry, titled 'methanol / 200-659-6 / Active'. This view includes a 'General Information' section with the following details:

- Inventory: EC Inventory
- State: Active
- Inventory number: 200-659-6
- Inventory name: methanol
- CAS number: 67-56-1
- Molecular formula: CH₄O
- Description: (empty field)

Рисунок 5— Пример экранной формы представления идентифицирующих сведений о химических веществах

Reference substance: phenol

UUID ECB5-64c6a85a-02c2-4fae-a62f-0f2f7d3b1b4a
Dossier UUID 0
Author XML Transformation V1.0 Plug-In
Date 2007-05-10 13:00:00 GMT+04:00
Remarks Successfully migrated to IUCID 5.2 format.

General information

Reference substance name phenol

EC inventory

EC number 203-632-7 CAS number 108-95-2
EC name phenol
Molecular formula C₆H₆O

Reference substance information

CAS information

CAS number 108-95-2

IUPAC name

phenol

Synonyms

Name Phenol

Name Phenol

Group / category information

DSL Category: Organics

Molecular and structural information

Molecular formula C₆H₆O
Molecular weight range 94.1112
SMILES notation Oc1ccccc1
InChI InChI=1/C6H6O/c7-6-4-2-1-3-5-6/h1-5,7H
Structural formula

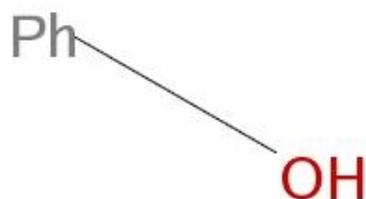


Рисунок 6 — Пример представления информации о ссылочном веществе

Ссылочные вещества уже допускают изменения некоторых отдельных сведений о них. Как правило, при необходимости их изменения, данные изменения согласовываются в рамках форумов по обмену информацией о веществах или консорциумов. Именно ссылочные вещества служат своеобразными кирпичиками, из которых в системе можно составить химическое вещество – объект, который условно располагается на третьем уровне информации о веществах. Последний уровень – это уровень смесей, которые представляют собой соединение нескольких химических веществ.

В данной структуре также выделяют такое понятие как категории химических веществ, т.е. группы схожих химических веществ, как правило, данное понятие используется при необходимости анализа структуры и свойств нескольких веществ для обоснования приписывания свойств одного вещества другому, со схожей структурой.

Рассмотренная иерархия хранения информации достаточно сложна и запутана, в первую очередь возникают вопросы по целесообразности разделения уровней идентифицирующих веществ и ссылочных веществ. Однако это разделение объясняется особенностями регламента REACH и необходимостью работы по согласованию информации в рамках форумов по обмену информацией о веществах.

При рассмотрении данной структуры в аспекте возможности применения в отечественной практике, очевидна необходимость определенных изменений. В первую очередь, необходимо рассмотреть целесообразность применения в нашей практике такого понятия как идентифицирующие вещества и наличие единой и общедоступной базы идентифицирующих веществ для обеспечения возможностей сопоставления химического состава продукции различных производителей и поставщиков. Единая база идентифицирующих веществ позволит решить многие проблемы, связанные с различными наименованиями химических веществ, которые сложно сопоставить без наличия дополнительной информации. Также в

предполагаемой иерархии хранения идентифицирующей информации необходимо предусмотреть уровень химической продукции.

По результатам анализа сложившейся практики идентификации химической продукции и веществ выявлены следующие нерешенные вопросы в отечественной практике идентификации химической продукции, необходимые для обеспечения её качества и безопасности, а также для эффективного функционирования системы государственного регулирования и обеспечения инвестиционной привлекательности и конкурентоспособности отечественной химической продукции:

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

1.5 Идентификация химической продукции, применяемой в авиационной промышленности

Как было отмечено раньше в авиационной промышленности применяют большое количество разнообразных материалов и веществ как при конструировании составных частей изделий, так и для различных процессов, связанных с эксплуатацией авиационной техники. От их качества во многом зависит безопасность эксплуатации летательных аппаратов. Одним из общепризнанных инструментов обеспечения качества продукции является внедрение системы менеджмента качества на предприятиях. Но в случае с химической продукцией, применяемой в авиационной промышленности наличие системы менеджмента качества, является необходимым, но не достаточным условием обеспечения качества используемой химической продукции. На

предприятиях авиационной, космической и оборонных отраслей промышленности, создание и внедрение систем качества осуществляется в соответствии со стандартами серии 9000 и отдельным дополнением, учитывающими отраслевую специфику, отраженную, например, в следующих документах:

ГОСТ Р ИСО 9001-2015 «Системы менеджмента качества. Требования» [28];

ГОСТ Р ЕН 9100-2011 «Системы менеджмента качества организаций авиационной, космической и оборонных отраслей промышленности. Требования»¹[29]

ГОСТ Р ЕН 9120-2011 Системы менеджмента качества организаций авиационной, космической и оборонных отраслей промышленности. Требования к дистрибьютерам продукции [30].

Существование отдельного стандарта, содержащего требования к поставщикам продукции не случайно и связано с тем, что для высокотехнологичных отраслей промышленности таких как авиационная промышленность, специфической особенностью является сложность существующих цепочек поставок. И далеко не всегда есть возможность использовать продукцию предприятий, имеющих СМК соответствующую отраслевым стандартам. Большая часть ответственности накладывается на производителя конечного изделия. Качество и безопасность конечного изделия складывается из совокупности показателей и характеристик многих компонентов. В основании всей этой совокупности лежат показатели и характеристики химической продукции, материалов и веществ, используемых при конструировании или при эксплуатации конечной продукции. Так, например ГОСТ Р ЕН 9120-2011 содержит требования по ведению реестра поставщиков, включающих статус утверждения и область утверждения. В настоящее время в обеспечении контроля качества можно выделить два основных направления

¹ В настоящее время Ассоциацией по стандартизации авиационной, космической и оборонной промышленности Европы (ASD-STAN) принят стандарт версии 2016 г. со сроком введения 2019 г

контроль качества конечного изделия и контроль качества процесса производства, каждый из которых имеет свои преимущества и недостатки. В случае контроля качества конечного изделия после проведения испытаний мы имеем прямое подтверждение качества в виде протоколов соответствующих испытаний, но провести испытания каждого изделия на соответствие всех характеристик не представляется возможным, поэтому в любом случае остаются риски получить не соответствующую продукцию, а также необходимо доказывать соответствие испытываемого материала или изделия всей используемой партии.

Контроль качества процесса производства позволяет получить косвенные доказательства соответствия материала или изделия требуемым характеристикам. Особенностью рассматриваемого подхода производства является то, что в спецификациях процесса и материала описывают подробный технологический процесс, учитывающий все параметры, которые могут оказать влияние на качество конечного изделия.

Однако, как показывает практика, сложно поддерживать постоянство характеристик исходного сырья и даже в случае наличия налаженной цепочки поставок от проверенных производителей может потребоваться необходимость её перестроения, например поиск нового поставщика для увеличения объема производства.

При периодической оценке качества поставляемой продукции или появлении нового поставщика, при изменении сырьевой базы необходимым инструментом является идентификация химической продукции в совокупности с базами данными идентификационных характеристик используемых материалов, веществ, продукции.

Информация, полученная при идентификации, играет важную роль при последующих этапах регулирования (принятия решений), а также является ключевой при формировании и ведении баз данных по свойствам химической продукции. В случае если объект идентифицирован некорректно, невозможно говорить о какой-либо безопасности при его обращении и об управлении

качеством продукции, а именно реализации всех последующих этапов, таких как классификация опасности, предупредительная маркировка, разработка паспорта безопасности и др. является безосновательной и может привести к появлению фальсифицированных данных.

2. Разработка методики идентификации химической продукции

2.1 Общие положения

Необходимость в установлении единой методики, которая бы унифицировала возможные действия по идентификации химической продукции, является актуальной, в том числе для обеспечения качества и безопасности продукции. В данной главе будет рассмотрена предложенная автором методика проведения идентификации, устанавливающая единые этапы, требуемые для успешной идентификации химической продукции.

При разработке методики идентификации автор опирался на ряд критериев, при достижении которых идентификация химической продукции может считаться полной, а именно:

- в результате идентификации необходимо подтвердить (получить) наименование химической продукции с отнесением ее к определенному ассортименту, марке или сорту

После процедуры идентификации должно быть подтверждено или присвоено наименование химической продукции, принятое в промышленности или торговле, к примеру, наименование по правилам IUPAC или наименование по общероссийскому классификатору продукции по видам экономической деятельности.

- идентификация должна быть проведена в степени, достаточной для соотнесения продукции с известными эталонами (базы данных EC, CAS)

Присвоение уникального идентификатора химической продукции может однозначно идентифицировать химическую продукцию. Основным фактором эффективности данного критерия – качество и широкая применяемость баз данных, на которые отсылают уникальные идентификаторы, присвоенные продукции.

-идентификация должна обеспечить определение всех рисков, связанных с обращением данной химической продукции

В случае отсутствия возможности достижения других критериев необходимо обеспечить должный уровень безопасности, при котором продукция может находиться в обращении.

Методика включает в себя следующие этапы:

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

Блок-схема проведения работ в соответствии с указанной методикой приведена на рисунке 7.



Рисунок 7 — Блок-схема проведения работ в соответствии с методикой идентификации химической продукции

2.2 Сбор и анализ информации об объекте идентификации, подбор идентификационных параметров и разработка идентификационного профиля

В качестве первого этапа методики идентификации автором предложен этап сбора и анализа информации об объекте идентификации, подбора идентификационных параметров и разработки идентификационного профиля. Данный этап состоит из нескольких подэтапов:

- анализ сопроводительной документации на продукцию;

В сопроводительной документации на продукцию может содержаться наименование продукции, сведения о документе, в соответствии с которым выпускается продукция. Сопроводительная документация может представлять собой документ о качестве продукции, содержащий определенные сведения о химическом составе продукции

- анализ нормативного документа или технической документации на продукцию;

Нормативный документ или техническая документация на продукцию содержит наименование продукции и информацию об основных показателях, среди которых могут быть как показатели, которые могут быть использованы как идентификационные, и показатели качества и безопасности.

- определение химических веществ, соответствующих химической продукции;

На данном подэтапе необходимо определить, что представляет собой химическая продукция - однокомпонентное или многокомпонентное химическое вещество, смесь химических веществ или химическое вещество неопределенного состава. Данный подэтап достаточно важен, так как на основе предполагаемого состава может быть осуществлен поиск информации в соответствующих базах данных по компонентам химического вещества

- поиск информации по химической продукции и химическим веществам в соответствующих базах данных.

Информация в базах данных может включать уточненную информацию по наименованию химической продукции и химических веществ, информацию об используемых присадках и стабилизаторах, различные спектры химических веществ, методы качественного определения и другую информацию, которая может быть использована на дальнейших этапах методики идентификации химической продукции

На основе полученной информации о химической продукции и её анализа необходимо определить основные направления дальнейшей деятельности. Определяющей задачей является поиск и выбор необходимых идентификационных параметров, которые позволяют в полной мере охарактеризовать рассмотренный объект идентификации. Перечень данных параметров зависит от вида химической продукции и ее свойств. Идентификационные параметры для химической продукции можно разделить на две основные группы, первая группа – параметры, связанные с производителем или поставщиком продукции. Определение данных параметров, как правило, не составляет особо труда. Вторая группа – идентификационные параметры, связанные непосредственно с химическим составом и физико-химическими свойствами продукции.

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.

Из всей совокупности идентификационных параметров автором были выбраны для применения в методике идентификации химической продукции следующие параметры:

- сведения о производителе продукции,
- наименование химической продукции,
- кодовые обозначения (номера CAS, ЕС, ОКПД2, ТНВЭД),
- химический состав и структура,
- сведения о кристаллизационной решетке,
- физико-химические показатели,
- способ получения.

Основным из перечисленных идентификационных параметров химической продукции необходимо считать химический состав, во многих случаях подтверждение соответствия данному параметру является необходимым и достаточным условием выполнения всех критериев идентификации. В случае с некоторыми твердыми, как правило, неорганическими веществами, свойства которых могут отличаться в зависимости от вида кристаллизационной решетки, помимо химического состава необходимо определить параметры кристаллизационной решетки. Кроме химического состава, в качестве косвенных параметров идентификации возможно применение дополнительных физико-химических характеристик продукции, которые, как правило, являются подтверждением чистоты химических веществ. Наиболее распространенные

показатели — это коэффициент преломления света, плотность, остаток после прокаливания. В случае, если химическая продукция включает в себя какие-либо полимерные соединения, такими показателями могут стать показатели, дающую оценку длине цепочки полимера или его средней молекулярной массы. Данные показатели довольно часто входят в показатели, регламентированные в нормативных документах или технической документации на рассматриваемую продукцию.

Во многих случаях химический состав не имеет определяющего характера, к примеру, для нефтепродуктов, состоящих из множества различных компонентов, соотношения между которыми варьируются от партии к партии, или продукции природного происхождения, определение химического состава которой не представляется возможным. Для описания подобной химической продукции в техническом регламенте ЕАЭС «О безопасности химической продукции» предложен термин «химическая продукция переменного состава» (ХППС) [8]. Под ХППС подразумевают многокомпонентную химическую продукцию, являющуюся результатом химических или физико-химических превращений в ходе непрерывного производственного процесса, компонентный состав которой не может быть установлен в связи с тем, что:

- качественное и количественное определение состава методологически затруднено,
- качественный и количественный состав носит переменный и (или) неопределенный характер.

В международной практике применяется схожий термин «химическое вещество с неизвестным или изменчивым составом, продукт сложной реакции или биологический материал», имеющий сокращение UVCB [23]. Под этим термином подразумевают химическое вещество, химический состав которого в значительной степени неизвестен, или изменяется и не может быть предсказан, или его определение затруднено из-за достаточно большого количества компонентов. Основная разница между терминами ХППС и UVCB, заключается в

том, что в случае ХППС рассматриваемым объектом является химическая продукция, в случае с UVCB рассматриваемым объектом является химическое вещество.

В случае, если химического состава недостаточно для полной характеристики химической продукции, для идентификации необходимо использовать помимо ее химического состава дополнительные идентификационные параметры, например, физико-химические свойства и при составлении идентификационного профиля учитывать идентификационные параметры, определяемые физико-химическими показателями. Если идентификация данным образом также не представляется возможной, то продукция должна быть отнесена к продукции с неустановленным составом.

В качестве результата первого этапа методики предложено составление идентификационного профиля химического вещества - документа, содержащего информацию об идентификационных параметрах химического вещества.

2.3 Разработка аналитической стратегии идентификации

Следующим этапом методики идентификации химической продукции является разработка аналитической стратегии идентификации. Выбор верной аналитической стратегии идентификации должен обеспечить надежную основу, так как информация по идентификации в дальнейшем будет использоваться для документов, имеющих официальный статус. 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.

Приведем пример аналитической стратегии идентификации для азотной кислоты. *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. Как известно, азотная кислота является окисляющей химической продукцией, что ограничивает круг возможных испытаний. В первую очередь это затрудняет получение спектральных данных без использования разбавления. Заменой может послужить кислотно-основное титрование с построением кривой титрования. Естественно, в отличие от спектра, кривая титрования не позволяет однозначно определить вещество, но демонстрирует, что объект идентификации является кислотой и может показать количество протонов водорода в молекулярной формуле. Кроме того, можно рассчитать концентрацию кислоты. В поддержку идентичности

вещества целесообразно использовать ионную хроматографию для доказательства того, что основным анионом является нитрат-ион, что вместе с приведенной кривой титрования должно показать, что объект идентификации представляет собой азотную кислоту. Для дополнительного подтверждения следует определить плотность. Определение концентрации, плотности и примесей позволяют определить соответствие продукции ее сорту. При обнаружении по результатам ионной хроматографии примесей (как правило, это нитриты) необходимо использование дополнительных методов, например, спектрофотометрическое определение концентрации нитрит-иона.

Краткое представление аналитической стратегии идентификации азотной кислоты представлено в таблице 5.

Разработанная аналитическая стратегия является основой следующих этапов идентификации химической продукции – планирования и проведения испытания, измерений и (в случае необходимости) исследований.

Необходимо заметить, что программа предлагаемых испытаний отличается от перечня характеристик, содержащихся в стандарте ГОСТ 701-89 «Кислота азотная концентрированная. Технические условия» [31], 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.

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» [32] представлены требования не только к самому материалу, но и к исходным сырью и материалам [33].

Таблица 5 - Аналитическая стратегия идентификации азотной кислоты

Алгоритм действия	Цель
Построение кривой титрования	Замена спектральных данных. Подтверждение того, что объект идентификации является одноосновной кислотой
Определение плотности	Сравнение со справочными данными и основа для предположения о том, что объект идентификации – азотная кислота определенной концентрации
Ионная хроматография	Определение ионного состава вещества. Наличие нитрат-иона как основного компонента подтверждает предположение, сделанное на основе определения плотности, что объект идентификации является азотной кислотой
Кислотно-основное титрование	Определение концентрации. Сравнение концентрации со справочными данными.
Спектрофотометрия (при обнаружении нитрит-иона с помощью ионной хроматографии)	Определение концентрации нитрит- иона
Спектрофотометрия с индуктивно-связанной плазмой	Определение примесей

Приведенные ранее примеры является достаточно простым и, в первую очередь, показывают аналитическую стратегию, направленную на подтверждение химического состава. Однако, как было отмечено ранее, в случае с химической продукцией переменного состава химический состав продукции не является

определяющим идентификационным параметром. Рассмотрим более сложный пример - проведение идентификации химической продукции, являющейся ХППС, а именно неэтилированного бензина.

Торговое наименование продукции – «бензин автомобильный неэтилированный «Нормаль-80»». Данное наименование было составлено из нескольких составных частей:

- *бензин автомобильный* - принятое наименование однородной группы продукции;

- *неэтилированный/этилированный* – принятая классификация автомобильных бензинов (употребляется в ГОСТ 2084-77 «Бензины автомобильные. Технические условия» [34]);

- «*Нормаль-80*»- марка бензина, содержащая в обозначении указание октанового числа. Следует заметить, что указание числа в марке бензина не означает обязательное соответствие октанового числа числу в обозначении.

На этапе сбора и анализа информации об объекте идентификации необходимо проверить, соответствует ли описание информации по номерам ЕС и CAS (см. таблицу 6).

В соответствии с описанием, данным в таблице, бензин представляет собой смесь предельных углеводородов. Но не каждая смесь предельных углеводородов может быть идентифицирована как бензин, поэтому при разработке идентификационного профиля бензина необходимо учесть не только соответствие химическому составу, но и дополнительные характеристики.

Таблица 6 - Ссылочная информация в соответствии с номерами ЕС и CAS

	Оригинальный вариант	Перевод
ЕС#	289-220-8	289-220-8
CAS#	86290-81-5	86290-81-5
SubstanceName	Gasoline	Бензин
MolecularFormula	Notavailable	Нет
Description	A complex combination of hydrocarbons consisting primarily of paraffins, cycloparaffins, aromatic and olefinic hydrocarbons having carbon numbers predominantly greater than C3 and boiling in the range of 30°C to 260°C (86°F to 500°F).	Сложная смесь углеводородов, состоящая в основном из предельных углеводородов, циклических предельных углеводородов, ароматических и непредельных углеводородов, имеющих длину углеродной цепи преимущественно больше чем 3 и кипящие в диапазоне от 30°C до 260°C (от 86°F до 500°F)

Разрабатываемая аналитическая стратегия идентификации бензина должна показать, что

- 1) объект идентификации представляет собой сложную смесь углеводородов;
- 2) идентифицируемый бензин является неэтилированным;
- 3) бензин имеет октановое число, указанное в наименовании химической продукции;
- 4) подтвердить идентификационные признаки по физико-химическим свойствам продукции;
- 5) определить наличие опасных веществ.

Для подтверждения факта, что объект идентификации представляет собой сложную смесь углеводородов, наилучшим методом испытаний является проведение капиллярной газовой хроматографии (стандартизированная признанная методика, изложенную в стандарте ASTM D5134 - 13(2017) [35]. Задачей данного испытания является качественное определение состава продукции.

Для решения задачи по подтверждению того факта, что объект идентификации представляет собой неэтилированный бензин, необходимо определение свинца в бензине. При дальнейшем планировании следует выбрать либо методику, изложенную в международном стандарте ISO 3830:1993 «*Petroleum products – Determination of lead content of gasoline – Iodine monochloride method*» (Нефтепродукты – Определение содержания свинца в бензине – метод с использованием монохлорида йода) [36], либо аналогичную методику, изложенную в стандарте ASTM D3341 - 16 *Standard Test Method for Lead in Gasoline-Iodine Monochloride Method* [37]. В данных стандартах используется метод спектрометрического определения свинца с комплексообразованием. В качестве подтверждающего испытания возможно использование альтернативного метода – рентгеновской спектроскопии, приведенного в стандарте ASTM D5059 - 07 *Standard Test Methods for Lead in Gasoline by X-Ray Spectroscopy (Стандартный метод определения свинца в бензине методом рентгеновской спектроскопии)* [38]. Так как цель испытания - оценить содержание свинца (превышает его содержание допустимый для неэтилированных бензинов уровень или нет), необходимость проведения данного испытания зависит от наличия или отсутствия сомнений по результатам спектрофотометрического определения.

Для определения октанового числа неэтилированного бензина следует озадачиться исследованием детонационных свойств бензина. Методика проведения испытания изложена в международном стандарте ISO 5164:2014 *Petroleum products – Determination of knock characteristics of motor fuels – Research method* (Нефтепродукты - Определение детонационных характеристик моторных топлив - исследовательский метод) [39].

Для подтверждения идентификационных параметров по физико-химическим свойствам продукции важно выбрать необходимый и достаточный перечень определяющих параметров идентификации. Для бензинов такими параметрами могут быть плотность и содержание сульфатов. Плотность является достаточно

важным параметром для идентификации практически всей жидкой химической продукции, так как данный показатель в значительной степени зависит от химического (в рассматриваемом случае и фракционного) состава продукции и может служить индикатором изменения химического состава. Кроме того, плотность бензина служит одним из показателей, по которому можно определить качество и эксплуатационные свойства данной продукции. При последующем планировании для определения плотности можно использовать методику, приведенную в ASTM D5002-18e1 *Standard Test Method for Density and Relative Density of Crude Oils by Digital Density Analyzer* (Стандартный метод определения плотности и относительной плотности сырой нефти цифровым анализатором плотности) [40]. В данном случае испытания носят подтверждающий характер, что обуславливается спецификой самой продукции. Определение содержания сульфатов также является не основным, а подтверждающим, поскольку от содержания сульфатов зависит качество бензина.

Для полноты идентификации необходимо определение содержания опасных веществ. Потенциально возможным опасным компонентом в составе бензина является бензол. Испытания можно проводить в соответствии с ASTM D6729 - 04(2009) *Standard Test Method for Determination of Individual Components in Spark Ignition Engine Fuels by 100 Metre Capillary High Resolution Gas Chromatography* (стандартный метод определения индивидуальных компонентов в топливах двигателей внутреннего сгорания путем газовой хроматографии высокого разрешения на 100-метровой капиллярной колонке) [41]. Данное испытание пересекается с проведением испытания в соответствии с ASTM D5134 - 14 (подтверждение сложной смеси углеводородов) [35], но ставит конкретную цель – определение содержания бензола. При этом важно, чтобы результаты обоих испытаний подтверждали друг друга.

Сведения об аналитической стратегии идентификации бензина неэтилированного обобщены в таблице 7.

Таблица 7 — Аналитическая стратегия идентификации бензина неэтилированного

Алгоритм действия	Цель
Капиллярная газовая хроматография	Доказать, что продукция является смесью большого количества веществ, получить общую картинку по содержанию компонентов.
Определение содержания свинца	Подтвердить отнесение продукции к неэтилированным бензинам
Исследования детонационных свойств бензина	Определение октанового числа как одного из основных свойств продукции, определяющих её назначение
Определение плотности	Определение соответствия фракционному составу, указанному в нормативном документе или технической документации
Определение содержания сульфатов	Определение сульфат как одного из основных компонентов, влияющих на качество рассматриваемой продукции
Определение содержания бензола	Определение содержания опасного вещества

Аналитическая стратегия идентификации является наиболее ответственным этапом идентификации. Именно на данном этапе необходимо продумать, как правильно, полно и однозначно идентифицировать продукцию, в том числе подтвердить ее характеристики качества (принадлежность к определенному сорту, марке). Доверие к результатам идентификации формируется в основном именно на этом этапе.

2.4 Планирование и организация испытаний, измерений, исследований

Планирование и организацию испытаний, измерений и исследований осуществляют на основе разработанной аналитической стратегии идентификации. Основная задача данного этапа обеспечить выполнение аналитической стратегии идентификации. Ресурсы данного этапа - стандарты на методы испытаний, аттестованные методики испытаний, методические документы, инструкции.

Существующее разнообразие методов аналитической химии предлагает возможности решения необходимой задачи идентификации, часто даже несколькими возможными вариантами. Но необходимо понимать, что при

регулировании обращения химической продукции и при определении показателей качества и безопасности, задачу требуется решать наиболее доступными методами с использованием минимума ресурсов. Если при решении исследовательских задач, которые носят единичный характер и предполагают достаточно свободный доступ к ресурсам, применяемые методы действительно не ограничены, то в рассматриваемом случае решаемая задача носит более рутинный характер и должна решаться неоднократно, таким образом, она требует большей оптимизации применяемых ресурсов, стандартизации применяемых методов.

Помимо этого, для того чтобы при идентификации аналогичной продукции, производимой различными организациями, использовались аналогичные методы, что обеспечивало бы возможности сопоставления результатов испытаний, необходимо разработать общие рекомендации по применяемым методам. Данная задача является достаточно сложной. Одной из попыток решения данной задачи является разработка Европейским химическим агентством рекомендаций по идентификации «Руководство по наименованию и идентификации химических веществ в соответствии с регламентами REACH и CLP» [24]. В данном руководстве даны примеры решенных задач по идентификации химических веществ и рекомендуемые методы, однако рекомендации не учитывали специфику отдельных видов химической продукции. Впоследствии задача предоставления для промышленности унифицированных методов по идентификации Европейским химическим агентством решалась уже другим путем, осуществлялась разработка документов для каждого отдельного вида химической продукции. Таким образом, решение задачи установления единых аналитических методов, применяемых для целей идентификации, представляется только в общем виде.

Как было рассмотрено ранее, основными идентификационными параметрами являются химический состав и структура химических веществ, представляющих данную химическую продукцию. К вспомогательным параметрам относятся классификационная группировка, марка или сорт, эксплуатационные

характеристики, назначение продукции. Для подтверждения структуры вещества наиболее информативными являются спектральные методы (инфракрасная спектроскопия, спектроскопия в ультрафиолетовом и видимом спектре, спектроскопия ядерного магнитного резонанса, спектроскопия комбинационного рассеяния и др.), для определения химического состава наиболее информативными являются хроматографические методы анализа.

В рамках составления программ идентификационных испытаний для различной химической продукции автором были выделены основные методы аналитической химии, применение которых может быть эффективным для решения задачи подтверждения идентификации химической продукции. Данные методы представлены в таблице 8. В рамках решения каждой конкретной задачи в зависимости от специфики конкретной продукции данные методы могут быть рассмотрены с использованием системы весовых коэффициентов, которая может предоставить дополнительные критерии при анализе результатов выполнения аналитической стратегии испытаний, например, в случае если схожие испытания предоставили различный результат.

Таблица 8 - Основные методы аналитической химии, применяемые при идентификации

Вид метода	Тип испытаний	Примеры конкретных методов	Примечания
Элементный состав	Элементный анализ	Техники сжигания, ICP-MS, ICP-OES, AAS, SEM-EDX, XRF	Применяются для органических и неорганических веществ. Доступен широкий диапазон методов, включающих методы качественного, количественного и полуколичественного анализа
Спектроскопия	Масс-спектрометрия	<p>Масс-спектрометрия (электронная ионизация, фотоионизация, химическая ионизация, бомбардировка быстрыми атомами и т. д).</p> <p>Тандемные методы масс-спектрометрии: Масс-спектрометрия с ионизацией с индукционно связанной плазмой, матрично-активированная лазерная десорбция/ионизация с времяпролетным масс-анализатором (MALDI-TOF)</p>	Применяются для органических и неорганических веществ. Доступен широкий диапазон методов, отличающихся различными методами ионизации пробы и видом ввода пробы.
	Вибрационная спектроскопия	ИК-спектроскопия Фурье, ИК-спектроскопия рассеянного полного отражения (FTIR-ATR), RAMAN спектроскопия.	Применяются для органических и неорганических веществ. Доступно несколько вариаций.

Продолжение таблицы 8

	Электронная спектроскопия	Спектроскопия в УФ и видимом спектре излучения	Применяются в основном для органических соединений. Не применимы к веществам, обладающим низкой активностью по отношению с УФ излучению и излучению в видимой области спектра. При испытаниях необходимо учитывать влияние растворителя, в случае его применения, так как растворитель также может вносить дополнительный сигнал, который должен быть учтен, например, при помощи использования одновременного анализа нескольких проб.
	Спектроскопия ядерного магнитного резонанса	Спектроскопия ядерного магнитного резонанса по атомам ^1H , ^{13}C , ^{19}F , ^{29}Si , 1-D, 2-D	Применяются в основном для органических веществ. Применимы как для растворов, так и для твёрдых веществ,
Определение чистоты	Методы разделения	Различные методы хроматографирования, ионная хроматография.	Применяются для органических и неорганических веществ.
Другие методы	Термический анализ	Термогравиметрический анализ (ТГА), Дифференциально сканирующая калориметрия (ДСК)	Применяются для определения температуры плавления, температуры кипения.

Окончание таблицы 8

	Морфологический анализ	Рентгено-дифракционный анализ (XRD)	Применяются для твердых неорганических веществ. Имеют огромное значение, так как позволяют определить не только химический состав, но и кристаллическую структуру. Позволяют различить аллотропные конфигурации минералов.
	Хиральные методы	Поляриметрия, капиллярный электрофорез, ядерно-магнитный резонанс.	Имеют важное значение для хиральных веществ. Применимо в основном для органических веществ.
	Методы мокрой химии	Титрование (объемное, потенциметрическое, комплексометрическое), гравиметрический анализ. Дополнительные методы анализа	Широкий спектр доступных методов. Сложности при сопоставлении результатов полученными схожими методами.
	Методы микроскопии		Позволяют определить размер частиц, состояние поверхности, распределение вещества в смеси.
	Анализ материалов и определенных физических свойств	Определение плотности, твердости, коэффициента преломления и т.д.	

Для обеспечения подтверждения полученных результатов планирование и организация испытаний должны соответствовать определенным условиям:

1. Проведение испытаний в аккредитованных лабораториях

Проведение испытаний в лаборатории, аккредитованной на соответствие стандарту ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009, является общепризнанным гарантом качества проведения испытания [42]. Однако, большое количество испытаний для целей идентификации может быть нестандартным для испытываемой продукции, так как, как правило, в области аккредитации испытательной лаборатории включены испытания по показателям качества и безопасности. Часто для целей идентификации продукции требуются другие испытания. Таким образом, многие испытания по идентификации относятся больше к исследовательским методам.

2. Использование международно-признанных и стандартизованных методик

Следование данному условию позволяет обеспечить результаты испытания большей воспроизводимостью, что позволяет подтвердить их в других лабораториях. Рассматривая данное условие, стоит также упомянуть проблему, затронутую выше, так как испытания по идентификации относятся больше к исследовательским методам, может быть затруднительно найти международно-признанную или стандартизованную методику. В случае отсутствия подобной методики возможно проведение испытания/исследования согласно инструкции к средству измерения. В таком случае целесообразно привести описание проведения испытания в самом протоколе. Описание проведения испытания должно быть настолько подробным, чтобы позволить провести данное испытание в другой лаборатории и получить схожие данные.

На данном этапе основное внимание следует уделять испытательной базе. Пути решения этой задачи будут приведены в главе 3.

2.5 Обработка результатов

Результаты испытаний (измерений, исследований) должны толковаться однозначно. В случае если возможно двоякое толкование, требуется проведение подтверждающих испытаний (см. следующий абзац).

Подтверждение результатов испытаний увеличивает степень надежности результатов, что особенно важно для ключевых характеристик. Причем целесообразно или проводить испытания в других лабораториях или организовывать испытания в той же лаборатории по альтернативным методам или методикам.

В большинстве случаев по отдельности результаты испытаний не могут обеспечить правильную идентификацию. Требуется тщательный анализ всех результатов для составления целостного представления о химическом составе и структуре вещества. Целесообразно оформление специальных документов, содержащих анализ проведенных испытаний и выводов о химическом составе и идентификации продукции.

Таким образом, при обработке результатов испытаний (измерений, исследований) для целей идентификации важно соблюдение следующих условий:

- отсутствие двусмысленности в результатах испытаний,
- подтверждающие испытания,
- интерпретация и проверка технически квалифицированными специалистами.

Итоговый результат проведенных испытаний (исследований, измерений) должен дать 100%-ный состав химической продукции. Для расчетов автор использовал математическую модель идентификации химической продукции. В случае, если идентификация проводится по нескольким идентификационным признакам, математическую 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. Решениями уравнений, представляющих выражения физико-химических зависимостей, будут являться определенные значения или диапазоны значений физико-химических величин.

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:

$$X_1 + X_2 + \dots + X_n + \varepsilon = 100, \quad (1)$$

$$\sum_{i=1}^n X_i + \varepsilon = 100, \quad (2)$$

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

$$\frac{X_1}{X_2 + X_3 + \dots X_n + \varepsilon} \geq \frac{80}{20} ; \quad (3)$$

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

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

$$X_1 = f(x_{11}, x_{12}, x_{13} \dots x_{m1}) \quad (5)$$

где X_1 – процентное содержание вещества 1;

$x_{11}, x_{12}, x_{13} \dots x_{m1}$ – результаты химического анализа

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

$$f(x_{11}, x_{12}, x_{13} \dots x_m) = \frac{x_{11} + x_{12} + x_{13} + \dots + x_{1m}}{m_1}. \quad (6)$$

Обобщено алгоритм процесса идентификации при проведении n испытаний, m_i определений в каждом i -ом испытании представлен на рисунке 8

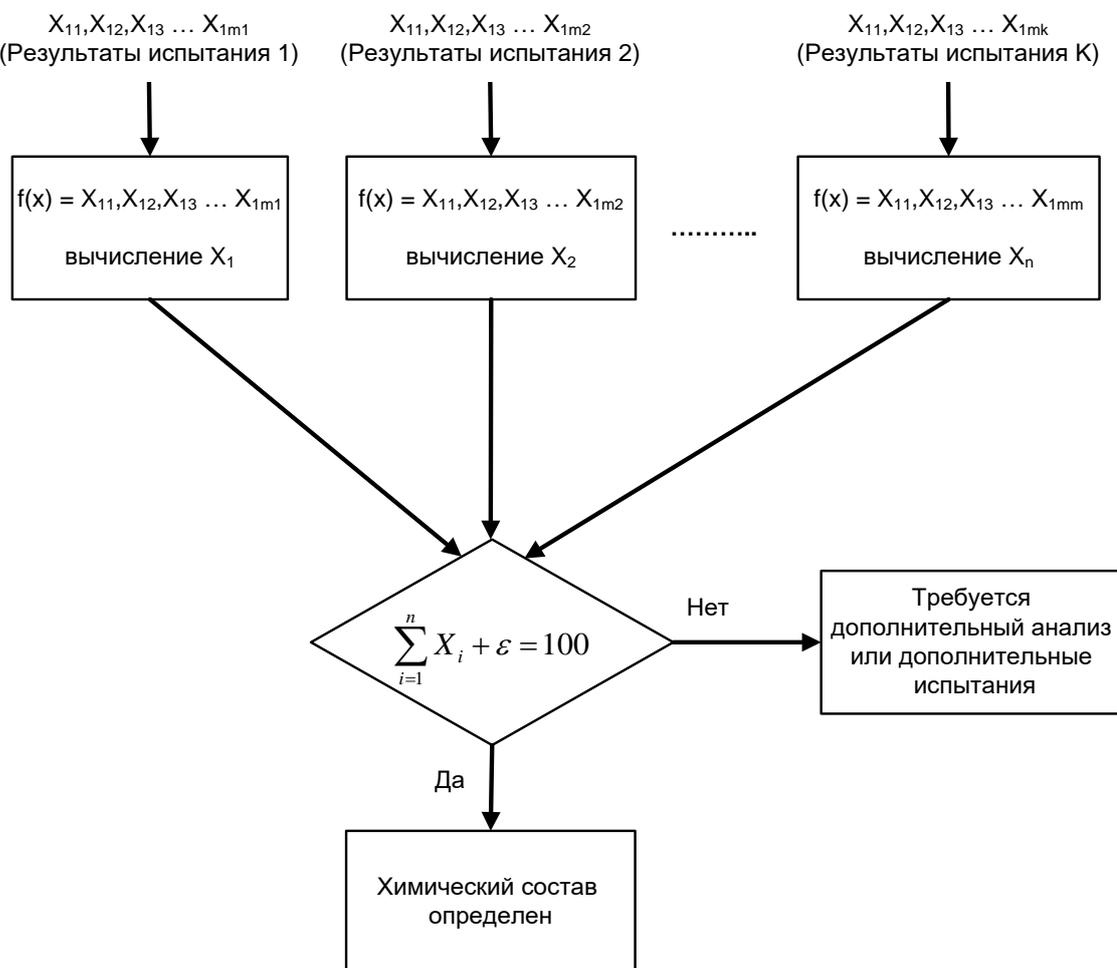


Рисунок 8 – Обобщенная схема процесса идентификации

В случае оценки качества проведения идентификации необходимо выделить два основных параметра качества:

- 1) количество подтвержденных идентификационных параметров;
- 2) 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 количества, 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 точности 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 Δ^H могут быть представлены в виде:

$$X = C + \Delta^H, \quad (7)$$

$$\Delta^H = \overset{\circ}{\Delta} + \Delta_c, \quad (8)$$

$$\overset{\circ}{\Delta} = \Delta_L + \overset{\circ}{\Delta}_r, \quad (9)$$

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 Δ для эмпирических методик могут быть представлены в виде:

$$X = \mu + \overset{\circ}{\Delta}, \quad (10)$$

$$\overset{\circ}{\Delta} = \Delta_L + \overset{\circ}{\Delta}_r, \quad (11)$$

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

$$\Delta_{c,в} = |\Delta_{c,н}| = \Delta_c = K \sqrt{\sum \theta_i^2}, \quad (12)$$

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

$$\Delta_{в} = |\Delta_{н}| = \Delta = \frac{1,96 \frac{\sigma_r}{\sqrt{n}} + \Delta_c}{\frac{\sigma_r}{\sqrt{n}} + \frac{\Delta_c}{1,9}} \sqrt{\frac{\Delta_c^2}{3,6} + \frac{\sigma_r^2}{n}} \quad (13)$$

Необходимо отметить, что помимо возможности оценить показатели точности применяемых методик важным моментом является обеспечение достоверности результатов. Данный вопрос более подробно затронут в главе 4.

Разработанная методика идентификация была описана в виде структурной блок-схемы процесса и функциональной диаграммы. Структурная блок схема предлагаемого процесса проведения идентификации приведена на рисунках 9-10.

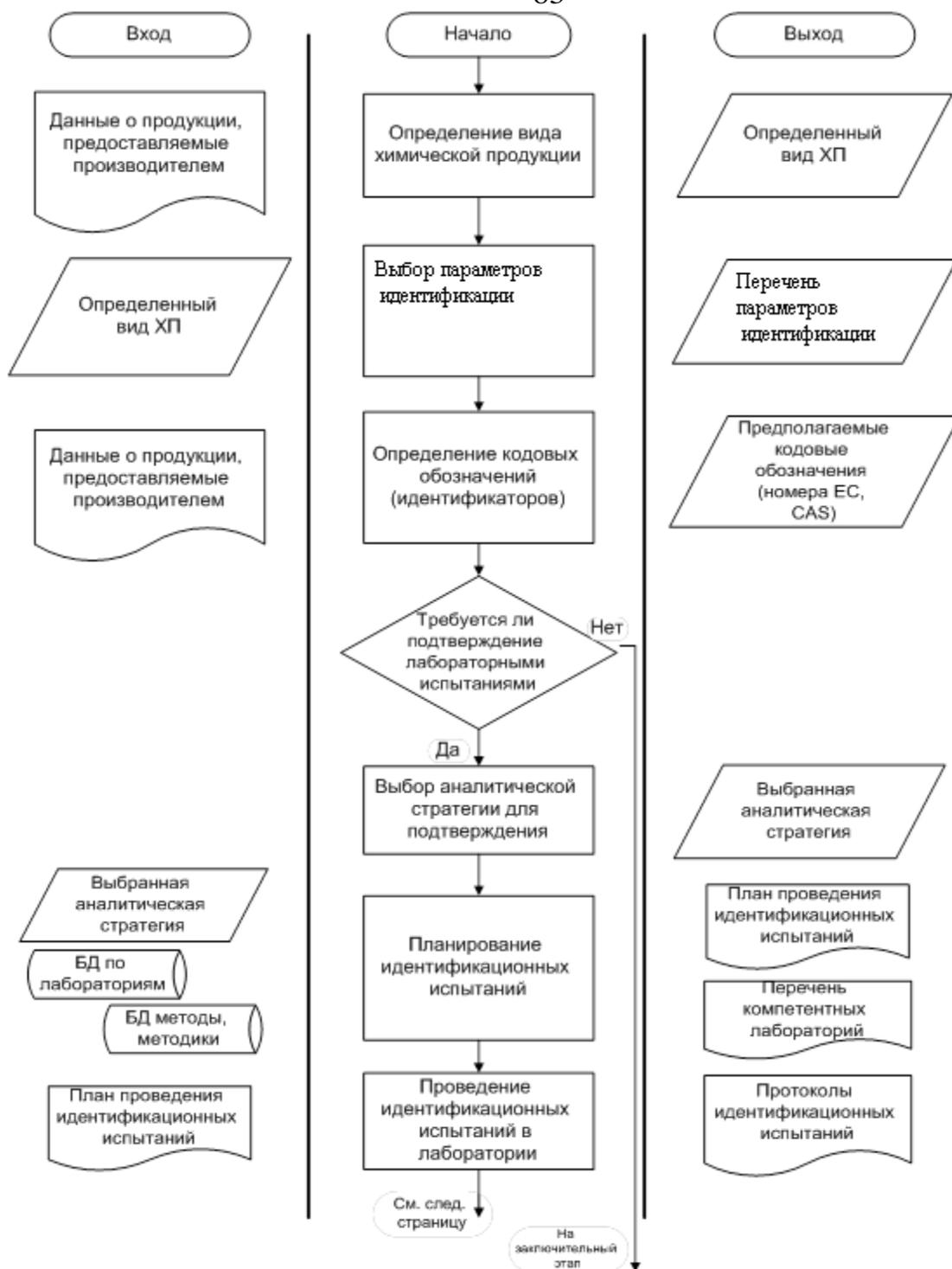


Рисунок 9 - Блок-схема проведения идентификации химической продукции (1 из 2)

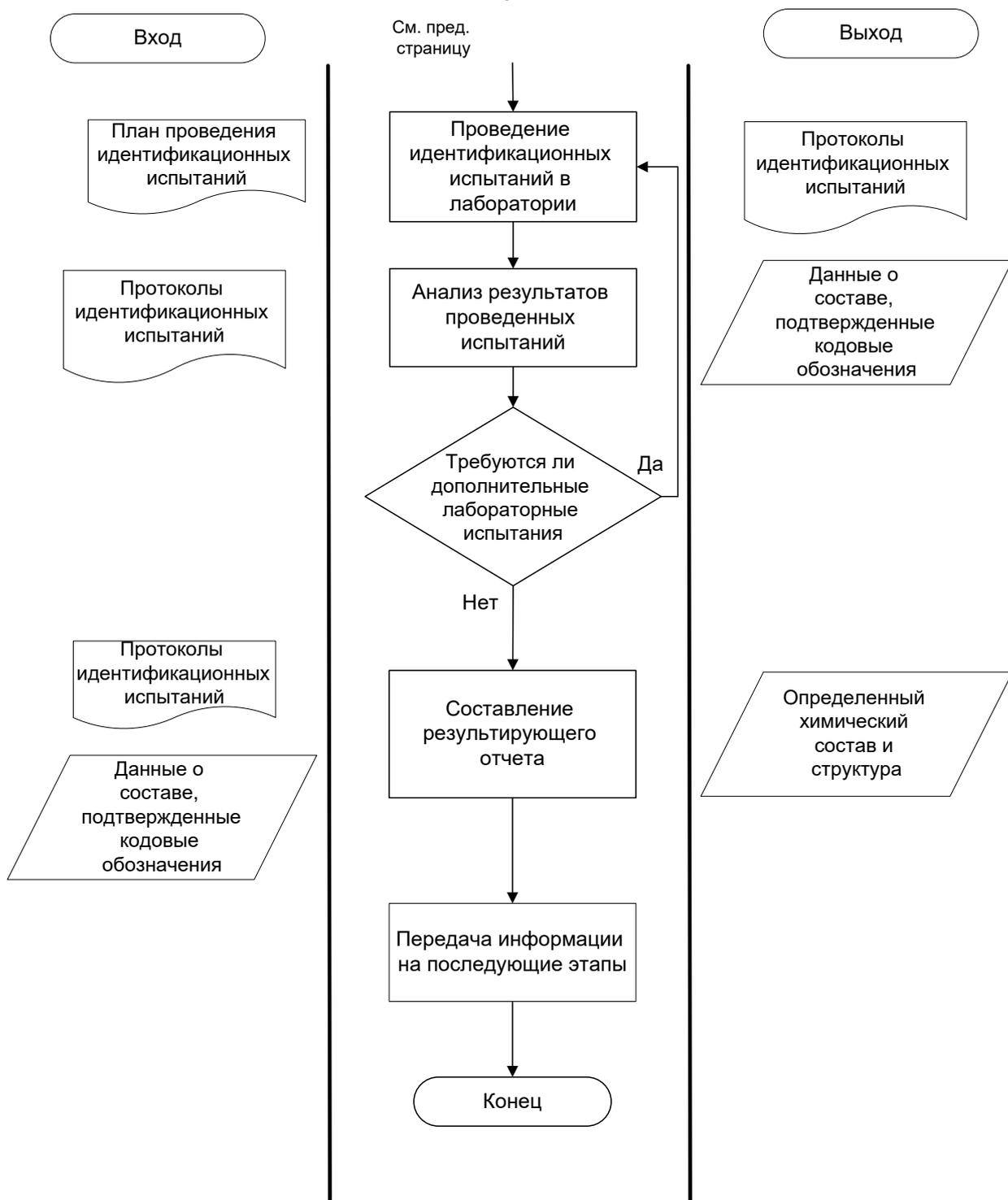


Рисунок 10 - Блок-схема проведения идентификации химической продукции (2 из 2)

Схематическое функциональное изображение процесса идентификации с учетом этапов разработанной методики идентификации в соответствии с методы функционального моделирования представлено на рисунках 11 и 12.

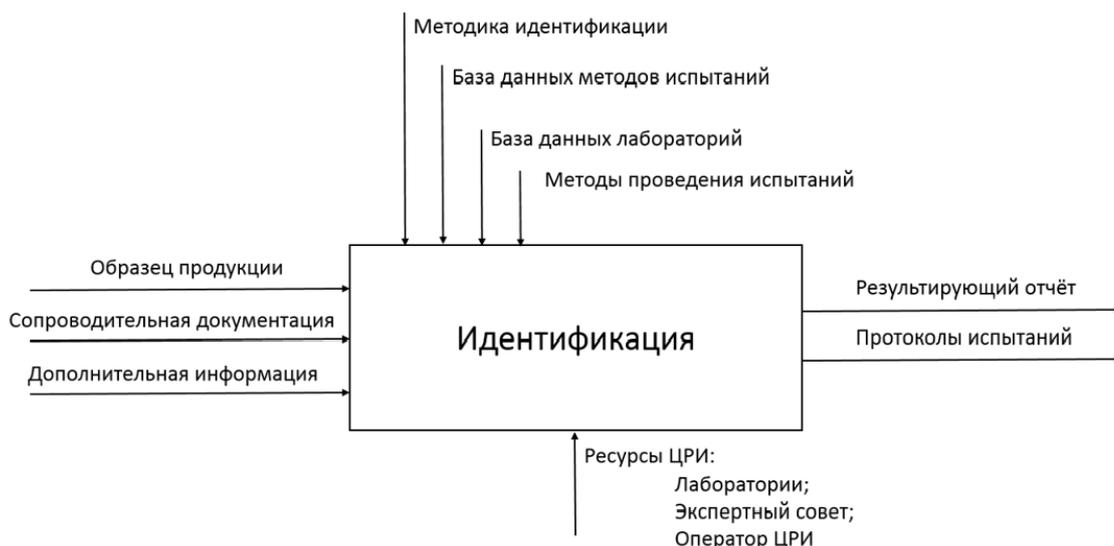


Рисунок 11 – Функциональная блок-схема проведения работ в соответствии с методикой идентификации химической продукции (общий вариант)

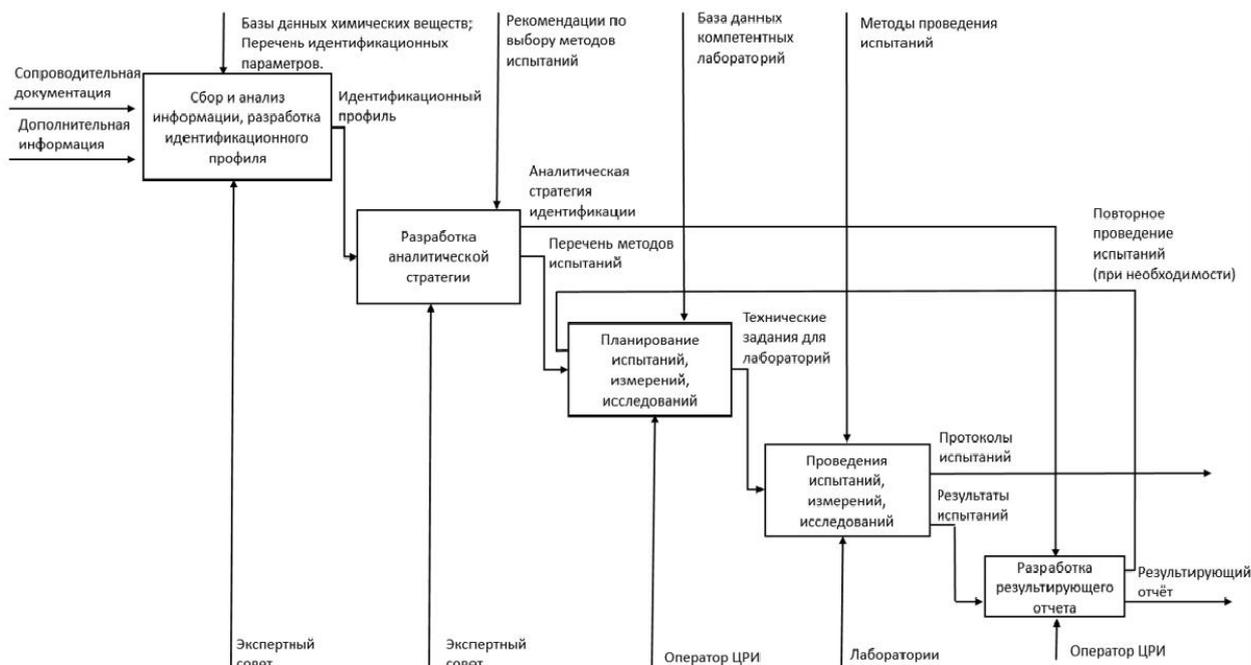


Рисунок 12 – Функциональная блок-схема проведения работ в соответствии с методикой идентификации химической продукции (развернутый вариант)

Во второй главе, посвящённой разработке методики идентификации химической продукции, получены следующие результаты. Автором предложена методика идентификации химической продукции, позволяющая систематизировать имеющиеся подходы к проведению идентификационных испытаний химической продукции и в том числе повысить сопоставимость результатов идентификации, проводимыми разными организациями.

В зависимости от вида химической продукции можно выделить несколько возможных вариантов, для каждого из которого характерен свой набор идентификационных параметров, которые необходимо применить для успешного решения задачи идентификации:

- химическая продукция может быть рассмотрена как однокомпонентное или многокомпонентное химическое вещество и может быть однозначно определена химическим составом и структурой, в некоторых случаях, сведениями о кристаллическом строении;

- химическая продукция может быть рассмотрена как смесь химических веществ, каждое из которых может быть рассмотрено отдельно и идентифицировано отдельно на основе его химического состава и структуры, в некоторых случаях, сведениями о кристаллическом строении;

- химическая продукция, для идентификации которой сведения о химическом составе не могут быть получены, так как число составляющих его компонентов сравнительно велико или плохо предсказуемо, и/или состав в значительной степени неизвестен, и/или изменчивость состава сравнительно велика или плохо предсказуема, для идентификации которой требуются дополнительные идентификационные параметры.

3. Модель центра распределенных испытаний, использующего ресурсы национальной испытательной базы

В настоящей главе будут рассмотрены основные требования к испытательным ресурсам, обеспечивающим процесс идентификации химической продукции, а также предложена модель центра распределенных испытаний, которая позволяет обеспечить наиболее эффективное применение существующих ресурсов.

Как было показано в главе 2, одним из важных элементов системы идентификации химической продукции являются лабораторные испытания. Как было замечено ранее, одним из основных критериев идентификации является её химический состав, который, как правило, должен быть определен именно при помощи методов аналитической химии. Также при лабораторных испытаниях определяются дополнительные характеристики продукции и показатели качества и безопасности продукции, которые могут быть применены в качестве дополнительных параметров идентификации.

Наиболее сложный случай задачи для аналитической химии - определение химического состава при полном отсутствии информации о предполагаемом составе, в практике регулирования обращения химической продукции встречается достаточно редко. Как правило, химический состав продукции заявлен её производителем, в отдельных случаях общие сведения о химическом составе могут быть получены в результате анализа назначения химической продукции. В рамках составления программ идентификационных испытаний для различной химической продукции были выделены основные методы аналитической химии, применение которых может быть эффективным для решения задачи подтверждения идентификации химической продукции.

Для обеспечения функционирования испытательная лаборатория должна удовлетворять следующим условиям – наличие специалистов, испытательного оборудования и средств измерений, помещений. Кроме того, необходимо наличие

нормативной и методической базы, соответствующей области аккредитации или области деятельности лаборатории. Лаборатории, как правило, специализируются на проведении испытаний определенных видов продукции или проведении определенных видов испытаний. Довольно трудно найти лабораторию, проводящую испытания большого спектра продукции по большому спектру видов испытаний и широкому ассортименту продукции. Это связано с затруднениями при подборе специалистов и затратами на приобретение различных видов зачастую дорогостоящего испытательного оборудования и средств измерений.

Изначально испытательные лаборатории (центры) создавались для проведения испытаний в целях сертификации продукции. Сейчас потребность в таких испытаниях постепенно уменьшается в связи с переходом от обязательной сертификации к декларированию соответствия и заменой декларирования соответствия с участием третьей стороны (органа по сертификации и (или) испытательной лаборатории) на декларирование соответствия на основании собственных доказательств производителя продукции. Испытательные лаборатории остаются без работы, поэтому все чаще от них поступают предложения по объединению или координации их деятельности. Они могли бы заниматься решением других задач, но так как изначально были «заточены» на проведение испытаний для целей подтверждения соответствия, им самим найти выход из ситуации не просто, необходим координатор-работодатель, обладающий определенными полномочиями и знаниями.

Заводские лаборатории, созданные для решения задач подтверждения соответствия, могут перейти на решение внутренних производственных проблем. В то же время для ряда производств заводские лаборатории не в состоянии решать новые задачи. Например, последнее время все большее внимание уделяется разработке новых материалов для различных секторов экономики, в том числе для авиационной промышленности. Для их качественного производства, а также последующего экспорта необходима мощная надежная нормативная база, способная быстро реагировать на любые изменения в

технических характеристиках продукции. Чтобы набрать необходимую статистику для формирования нормативных документов, нужно провести ряд испытаний, которые, к сожалению, проводить в России не всегда возможно. Зачастую, лаборатории, в том числе и аккредитованные, не имеют необходимых средств измерений и испытательного оборудования, удовлетворяющих современным требованиям, либо имеют их не в полном объеме, а потому оказываются неспособными обеспечить испытания по всем необходимым показателям [43]. Производители новых материалов и изделий на их основе в ряде случаев вынуждены испытывать свою продукцию за рубежом.

Приведенные выше проблемы несовершенства испытательной базы стали актуальными при решении задачи идентификации химических веществ, входящих в состав химической продукции, поставляемой на экспорт в страны Евросоюза, в соответствии с регламентом REACH. Так, например, при осуществлении регистрации химических веществ, в которой участие в организации принимал автор, было необходимо провести работы по идентификации 70-ти образцов химических веществ, производимых 9 заводами-изготовителями. Ориентировочное количество требуемых испытаний превышало 500 штук, среди которых должны были быть более 30 различных видов испытаний (UV, IR, NMR, MS спектры, XRD, XRF, хроматографические методы, методы аналитической химии и др.). Очевидно, что невозможно провести указанный массив испытаний силами одной лаборатории или центра. Зачастую отсутствовали нормативные документы на методики испытаний; необходимо было провести нетипичное для химического вещества испытание, отечественные лаборатории, как правило, не занимаются анализом результатов испытаний, их трактовкой и составлением результирующего отчета.

Большое количество и сложность работ, которые должны были быть выполнены для реализации поставленных задач, диктовали необходимость разработки соответствующих подходов, реализация которых гарантировала необходимый уровень выполнения испытаний, а также успешное решение задачи

на должном уровне в поставленные сроки. Для решения этой проблемы предложен принципиально новый подход – создание центра распределенных испытаний (ЦРИ). Принципиальное различие ЦРИ заключается в том, что не требуется создания новых лабораторий или вложения средств в существующие лаборатории с целью их модернизации – он создается на базе существующих лабораторий (центров) с использованием их потенциала. К рассмотрению поставленной задачи в рамках ЦРИ привлекаются лучшие специалисты для нахождения оптимального решения. Специалисты разрабатывают алгоритм проведения испытаний с поиском необходимых методов, методик испытаний и соответствующих нормативных документов, описывающих эти методики испытаний. Проводится поиск лабораторий, владеющих указанными методами испытаний и специализирующихся на проведении испытаний указанных объектов. Решение задачи может быть распределено по нескольким лабораториям. Лаборатории получают технические задания на проведение определенных испытаний по определенным методикам. Работу с лабораториями целесообразно проводить, используя электронные каналы связи для ускорения процесса и исключения ошибок. Лаборатории, проведя испытания, направляют в центр полученные результаты (в цифровом выражении, в виде спектров, хроматограмм и т.д.). Центр оценивает полученные результаты, обрабатывает их и представляет заказчику в необходимом формате (рисунок 13).



Рисунок 13 — Принцип работы центра распределенных испытаний

ЦРИ выполняет следующие основные функции:

- разработка программы действий,
- подбор нормативной, технической или методической документации,
- подбор лабораторий,
- доставка образцов,
- организационно-методическая поддержка,
- обработка результатов.

Преимущества ЦРИ заключаются в следующем:

- отсутствие необходимости создания новых лабораторий,
- комплексное решение поставленной задачи,
- получение достоверных результатов,
- компетентность привлекаемых лабораторий,
- привлечение специалистов разной направленности,

- взаимодействие с широким кругом организаций-партнеров,
- решение проблем транспортирования образцов.

Таким образом, для решения сложных задач, которые не под силу одной лаборатории (центру), необходимо привлечение несколько лабораторий, т.е. задача распределяется по разным лабораториям. При этом во главу угла ставится информационно-аналитическое и организационно-методическое руководство распределенными испытаниями. ЦРИ, привлекая лучших специалистов по «узким» проблемам из разных организаций, решает задачу в целом. При этом лаборатории получают четко поставленную задачу, методики проведения испытаний и необходимый формат предоставления полученных данных, пути решения возникающих технических проблем и т.д. Модель ЦРИ приведена на рисунке 14.



Рисунок 14 — Модель центра распределённых испытаний

Привлечение дополнительных испытательных центров всегда связано с риском получения недостоверных результатов испытаний. Поэтому необходимо обеспечить и гарантировать, чтобы привлекаемые испытательные центры были компетентными [44]. Как правило компетентность испытательных центров подтверждается или аккредитацией в общепризнанной системе аккредитации или участием в так называемых межлабораторных сравнительных испытаниях. Но

предложенный механизм предусматривает применение дополнительных инструментов обеспечения качества выполнения лабораторных испытаний. Основным из предложенных инструментов является создание специального реестра, содержащего информацию о лабораториях и испытательных центрах, их областях деятельности, имеющегося оборудовании. Созданная база данных позволяет наиболее удобным образом распределять стоящую перед ЦРИ исследовательскую задачу в соответствии с областью компетентности лабораторий и испытательных центров, имеющегося оборудования и персонала, организовывать различные межлабораторные планы экспериментов, осуществлять мониторинг качества выполнения функций лабораторий.

Так как общие рекомендации, приведенные в методической документации по регистрации химических веществ, не учитывают специфику конкретных химических веществ, разработанные ЦРИ подходы заключаются в учете такой специфики. Так например для аммиака, проведение испытаний которого затруднялось его агрегатным состоянием и необходимостью его транспортирования в сжатом виде, была разработана отдельная программа испытаний, позволяющая учесть все существующие сложности. В рамках центра решаются не только организационные проблемы, но также создаются механизмы обеспечения признания получаемых результатов. Результат достигается контролем качества на каждом из этапов решения комплексной задачи: сбор и анализ информации об объекте идентификации, разработка аналитической стратегии, планирование испытаний, измерений, исследований, организация проведения испытаний, измерений, исследований и обработка результатов.

В рамках центра распределенных испытаний проведено практическое применение описанной в главе 2 методики проведения идентификации с учетом отсутствия соответствующей отечественной практики: требовалась постановка задач, распределение испытаний по компетентным лабораториям, методическая помощь (снабжение необходимыми методиками, ресурсами, консультации),

консультации по ходу выполнения испытаний, предоставлению полученных данных.

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

Решение проблемы поиска стандартизованных методик испытаний осложнялось тем, что отечественные лаборатории, как правило, проводят испытания по методам и методикам, 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 предпринять дополнительные действия.

Второй задачей, необходимой для успешной идентификации химических веществ, был 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,

результатирующий 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 качестве примера взаимодействия испытательных лабораторий и экспертного центра в рамках модели центра распределенных испытаний рассмотрим организацию проведения испытаний аммиака.

Лабораторные методы, требуемые Европейским химическим агентством, были разработаны без учета специфики продукции определенного вида и, как правило, при планировании проведения испытаний определенной продукции всегда возникают сложности с невозможностью или нецелесообразность проведения какого-либо рекомендованного анализа или с трудностями его проведения. Рассмотрим один из показательных примеров – проведение испытаний аммиака сжиженного. В данном случае аналитическая стратегия идентификации для безводного сжиженного аммиака на основе была составлена по результатам обсуждений на форуме по обмену информацией о веществе и на основе рекомендаций Европейского химического агентства (таблица 8.).

Представители форума по обмену информацией о веществе предлагали проведение испытаний по рекомендуемому списку, однако, не указывали подробных деталей по поводу подготовки проб и проведению испытаний. Вероятнее всего это было связано с лоббированием интересов европейской лаборатории, которая уже имела положительный опыт и предлагала осуществить все перечисленные виды анализа.

Отечественные лаборатории, входящие в состав ЦРИ, испытывали трудности при реализации предложенной стратегии, связанные с неопределенной методикой перевода пробы в раствор, требуемого для различных испытаний, сложностью работы с газом под давлением, сложностью проведения испытаний с газообразным образцом и отсутствием оборудования для испытания в газовой

фазе. Тем не менее, в рамках ЦРИ был разработан план проведения испытаний и соответствующие методики для решения данной задачи.

Таблица 9 - Аналитическая стратегия идентификации аммиака безводного сжиженного

Метод испытания	Тип испытания	Объект испытаний
Фурье ИК-спектрометрия	Получение спектра для идентификации основного вещества	Газообразное вещество
Ядерно-магнитный резонанс	Получение спектра для идентификации основного вещества	Раствор аммиака в дистиллированной воде
УФ спектроскопия	Получение спектра для идентификации основного вещества	Раствор аммиака в дистиллированной воде
Титриметрическое определение	Определение концентрации аммиака в водном растворе (косвенное подтверждение идентификации вещества)	Раствор аммиака в дистиллированной воде
Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой	Определение содержания примесей	Выпарка сжиженного безводного аммиака

Кроме того, сложность заключалась в транспортировании пробы. В соответствии с ГОСТ 6221-90 «Аммиак безводный сжиженный. Технические условия» сжиженный аммиак транспортируется в специальных железнодорожных и автомобильных цистернах, трубопроводах, танкерах и в стальных баллонах [45]. Таким образом, для транспортирования пробы в испытательную лабораторию необходимо применять стальные баллоны, как наименее габаритные. В практике также применяется специальная переноска для пробы аммиака, регламентированная также в ГОСТ 6221—90, но данная переноска не предназначена для длительного транспортирования пробы. Необходимость

транспортирования пробы удалось обойти, используя для испытаний, где требовался газообразный аммиак, газ, выделяемый из насыщенного раствора в дистиллированной воде. При тщательном следовании методике приготовления раствора и последующего выделения газа данная практика оказалось пригодна для применения, что было доказано сопоставимыми результатами испытаний при использовании газа из баллона, так и при использовании растворенного газа. Использование раствора аммиака в воде позволило значительно повысить время, в течение которого образец оставался пригодным для анализа.

Для следующих видов анализа, ядерно-магнитного резонанса, УФ-спектроскопии и титриметрического определения использовали аналогичный раствор аммиака в воде. Таким образом данные испытания не только решили требуемые задачи, но и дополнительно подтвердили идентичность образца, используемого для рассмотренных испытаний. Для целей определения примесей применяли масс-спектроскопию с индуктивно связанной плазмой, используя в качестве образца выпарку сжиженного безводного аммиака, выполненную в соответствии с методикой, приведенной в ГОСТ 6221—90, в заводской лаборатории при контроле экспертов ЦРИ, непосредственно проведение испытаний было осуществлено уже в независимой лаборатории.

В результате работы в рамках третьей главы разработана и апробирована на практике модель центра распределенных испытаний. При организации проведения испытаний в рамках данной модели 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 и другие лаборатории и центры.

4. Предложения по автоматизации процессов идентификации

В рамках данной главы будут рассмотрены различные способы автоматизации процессов идентификации. Одной из проблем, с которой столкнулись специалисты при проведении регистрации REACH, стала необходимость обеспечения признания результатов испытаний. Поэтому автоматизация процесса приобретает особую актуальность как способ обеспечить необходимую документацию и повысить доверие к результатам автоматизируемого процесса. В рамках данной главы предложен механизм обеспечения признания результатов испытаний путем автоматизации процессов проведения испытаний и получения результирующего отчета.

Исходя из опыта проведенных работ по идентификации химических веществ, можно сделать вывод, что в автоматизации и обеспечении данного процесса должны быть задействованы несколько программных продуктов. В общем, все применяемые продукты могут быть разделены на несколько блоков автоматизации.

Краткое описание данных продуктов и их роли в процессе идентификации приведено в таблице 9.

Таблица 10 — Основные блоки автоматизации процесса идентификации

Блок автоматизации	Описание
Блок управления информацией о веществе	<i>Основная задача</i> – получение информации для планирования процесса идентификации и передача полученной информации для дальнейших этапов процесса или для дальнейших процессов
Блок организации лабораторных испытаний	<i>Основная задача</i> – организация проведения испытаний в различных лабораториях и обмен информацией между лабораториями и координатором, накопление информации об используемых при идентификации методах
Блок взаимодействия с внешними информационными системами	<i>Основная задача</i> – передача данных в определенном формате для дальнейших процессов

В рамках диссертационной работы на основе разработанного подхода было составлено техническое задание на программную надстройку «LIMS-идентификация». Разработанная программная надстройка 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.

Схематическое изображение процесса идентификации с учетом этапов разработанной методики идентификации представлено на рисунке 15.



Рисунок 15 — Экранная форма стартовой страницы программной надстройки «LIMS-идентификация» для роли «Лаборатория»

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.

Предлагаемые принципы автоматизации будут рассмотрены на основе практической реализации на примере проведения работ по идентификации меламина.

Меламин как химическое вещество нашел широкое применение в промышленном органическом синтезе. Молекулярная формула меламина - $C_3N_6H_6$. По международным атомным массам 2012 года меламин имеет относительную молекулярную массу от 126,04 до 126,17. Структурная формула меламина приведена на рисунке 16.

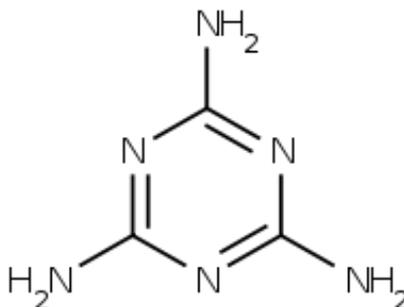


Рисунок 16 — Структурная формула меламина

Первый этап в соответствии с предложенной методикой - сбор и анализ информации об объекте идентификации, разработка проекта идентификационного профиля, осуществлялся вне предлагаемых систем автоматизации, так как этот этап подразумевает экспертное участие и не подлежит автоматизации. Однако на этом этапе могут быть использованы различные базы данных, в том числе базы данных программной надстройки «LIMS-идентификация» по методам, которые могут быть осуществлены в рамках центра распределенных испытаний и по данным об уже проведенных работах по идентификации, если такие или аналогичные работы проводились ранее.

Следующим этапом является разработка аналитической стратегии идентификации меламина. Подробное описание подходов к построению аналитической стратегии приведено в главе 2.

Планирование лабораторных испытаний по идентификации меламина проводилось с учетом основных этапов: подтверждение идентичности основного вещества и определение чистоты основного вещества. Был составлен перечень требуемых испытаний. Для идентификации были выбраны следующие направления:

- Получение инфракрасного спектра нарушенного полного отражения (ATR-IR спектр) меламина
- Определение содержания органических примесей методом анионообменной хроматографии
- Определение содержания неорганических примесей гравиметрическим методом
- Определение содержания воды методом Карла Фишера.

Полученный инфракрасный спектр образца должен был подтвердить структуру вещества, что испытуемый образец является именно меламином и не содержит существенных примесей. Вторая группа испытаний должна была определить наличие примесей (органических и неорганических), их количество и содержание в образце воды.

Проведение испытаний было решено проводить параллельно в двух лабораториях. Для проведения испытаний были выбраны лаборатория 1 и лаборатория 2. При решении такой задачи, где используются результаты испытаний, полученные несколькими лабораториями, особое значение приобретает координация работ. Именно поэтому организация проведения испытаний, контроль проведения испытаний и составление отчетности по испытаниям проводились с применением собственной разработки ФГУП «ВНИЦСМВ» с участием автора - программной надстройки LIMS

«Идентификация». Эта информационная система была разработана на базе одной из распространенных лабораторных систем управления информацией – LIMS «Labware». Доступ к данной системе осуществляется либо при помощи web-интерфейса, либо при помощи специального программного обеспечения. Web-доступ является наиболее предпочтительным способом доступа для испытательных лабораторий, так как он не требует наличия специального программного обеспечения. Таким образом, доступ легко организуется только при помощи компьютера, подключенного к сети интернет.

Программная надстройка позволяет работать с несколькими ролями – «Координатор», «Инженер», «Лаборатория», «Научный руководитель», «Куратор». Роль координатора имеет сотрудник, отвечающий за подписание договоров, в рамках которых в системе будет проводиться работа. Координатор создает в системе проект, заполняя данные заказчика и ориентировочную область работ (рисунок 17).

ПРОЕКТ : _Н 12 - 001

Недавно Файл Редактировать Выполнить Проект Результаты Элемент Опции Аудит Помощь Выполнить Посмотреть

Главная Инженер ПРОЕКТ :

Сводка Образцы Результаты

Информационная сводка

Создан:	
Дата изменения:	28-06-2012
Владелец:	
Закрыт:	Нет
Статус:	Завершен

Сводка Образцы

<<<Инфо по договору с заказчиком>>>

Заказчик:

Описание проекта:

Вещества:

Доставка:

Дата начала договора:

Дата окончания договора:

Примечание:

Рисунок 17 — Пример экранной формы ввода информации о новом проекте

После действий координатора к работе приступает инженер, его задача зарегистрировать образец и ввести в систему информацию обо всех требуемых испытаниях или выбрать из уже имеющихся испытаний, если аналогичные испытания проводились в системе ранее. При регистрации образца инженер указывает информацию о дате отбора пробы, дате поступления образца в лабораторию, предполагаемой дате завершения испытаний и лабораторию, которой назначается задание на исследование образца. В нашем случае инженер регистрирует два образца, один образец направлен в лабораторию 1, второй - в испытательную лабораторию 2 (рисунок 18).

The screenshot shows a software application window titled "Регистрация образцов - Образцы по проекту". The interface includes a sidebar on the left with buttons for "Главная", "Инженер", "ПРОЕКТ:", "ПРОЕКТ:", and "Регистраци...". The main area contains a form for registering a sample. The form includes the following fields and controls:

- Название образца: [dropdown menu]
- Сброс [button]
- Ввод! [button]
- Кол-во образцов: [input field with value 2]
- Анализы:
- Результаты:
- Квитанция:
- Этикетка:
- Сводка [tab]
- Анализируемое вещество: МЕЛАМИН [dropdown menu]
- Производитель: [input field]
- № партии: 001 [input field]
- Степень чистоты вещества, %: 99.8 [input field]
- Тип упаковки образца: P_BAG [dropdown menu]
- Тип образца: SOLID [dropdown menu]
- Комментарии: [input field]
- Лаборатория-подрядчик: Испытательная лаборатория [dropdown menu]
- Дата отбора образца: 15-05-2012 [calendar icon]
- Дата доставки пробы в лаб.: 17-05-2012 [calendar icon]
- Предполагаемая дата завершения: 31-05-2012 [calendar icon]

Рисунок 18 — Пример экранной формы регистрации нового образца в системе

После регистрации каждому образцу необходимо назначить требуемые испытания. Поскольку работа проводилась в рамках ЦРИ, испытания были распределены по лабораториям: первому образцу, направленному в лабораторию 1, назначают три вида испытаний (ATR-спектроскопия, определение содержания воды и неорганических примесей), второму образцу (лаборатория 2) –

определение содержания органических примесей. В системе должна содержаться информация по проводимым испытаниям, на основе которой лаборатория сможет провести испытания. Интерфейс ввода информации по испытаниям представлен на рисунке 19. Он включает указание ссылочных нормативных или технических документов на метод, требуемое испытательное оборудование и средства измерений, параметры проведения испытания и пр. Впоследствии на основе этой информации будет генерироваться протокол испытаний.

The screenshot shows a software application window titled "Управление таблицами: ANALYSIS - ОПР_ВОДЫ_В_МЕЛАМИНЕ". The interface includes a sidebar on the left with buttons for "Главная", "Инженер", "ПРОЕКТ:", and "Управление таблицами". The main area contains a form for "Идентификация" (Identification) with the following fields and values:

- Описание: Определение воды в меламине
- Активный:
- Версия: 1
- Описание анализа (EN): Determination of water content
- Вид испытания (RU): Определение методом Карла Фишера
- Вид испытания (EN): Karl Fischer method
- Методика (RU): Добавить заметку
- Методика (EN): Добавить заметку
- Тип теста: МЕТОДЫ_МОКРОЙ_ХИМИИ
- Файл с методикой: \\NIMS_DEV\STATIC\00000014.pdf

Рисунок 19 — Пример экранной формы внесения информации об испытании

Далее, с момента регистрации образца и назначения испытаний в процесс вступает лаборатория. Интерфейс пользователя «Лаборатория» представлен на рисунке 20 и представляет собой иллюстрированное изображение этапов жизненного цикла образцов в лаборатории. В экранной форме отображаются следующие этапы: новые образцы, образцы в работе и образцы утвержденные или отклоненные.

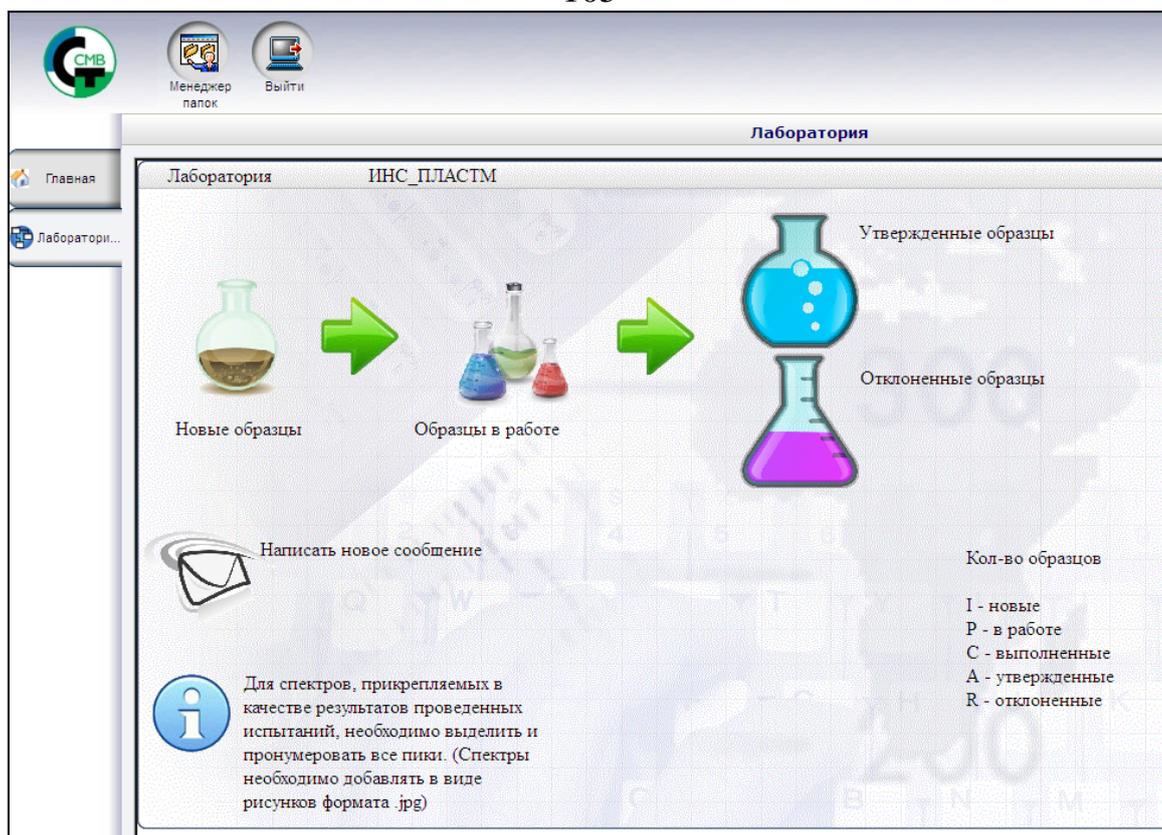


Рисунок 20 — Пример экранной формы интерфейса для роли «Лаборатория»

Лаборатория знакомится с назначенными ей заданиями и, в случае возникновения вопросов, может обсудить их с экспертно-аналитической группой ЦРИ. Обсуждение возможно, как в рамках реализованной в LIMS-идентификация системе обмена сообщений, так и при помощи традиционных средств связи. Таким образом, лаборатория может внести согласованные с ЦРИ изменения в описание испытаний.

Пример экранной формы внесения результатов испытаний представлен на рисунке 21.

Ввод результатов

Файл

Используйте клавиши Page Up и Page Down для выбора анализов

Анализ	Кол-во анализов	Статус анализа	
IR-ATR_СПЕКТР	1	Завершен	

Удерживайте нажатой клавишу Ctrl и используйте клавиши со стрелками

	Компонент	Ед.изм.	Необязательный	В отчет	Прибор	Значение
	Результаты	-	Нет	Да		2330
	Results	-	Да	Да		
	Полученный спектр	-	Нет	Да		0000000229.jpg
	Подпись к спектру	-	Нет	Да		2331
	Caption to spectrum	-	Да	Да		2336
	Библиотечный спектр	-	Да	Да		0000000230.jpg
	Подпись к библиотечному спектру	-	Да	Да		2333
	Caption to database spectrum	-	Да	Да		2335
	Спектр ?	-	п-	п-		

Результат

Значение

Прибор

Ед.изм.

Запись

Отмена

Аудит

Восстановить

Спецификация

Спец.

Образец

Анализ

Связь

Коммент.

Прочие

Рисунок 21 — Пример экранной формы внесения результатов испытаний

Данные о результатах испытаний в системе делятся на несколько элементов, так называемых компонентов испытаний. Компоненты испытаний могут быть независимыми друг от друга, а могут быть связанными. В системе применено несколько видов компонентов испытаний, различающихся способом ввода. Первый, наиболее очевидный, способ ввода – ввод конкретного числового значения. Применяется такой ввод в тех случаях, когда результат испытаний является конкретным числовым значением, как, например, значение массовой доли воды, рассчитанное по методу Фишера. В случае, если в соответствии с методикой данное значение следует рассчитывать по заданной формуле, например, наиболее часто применяемое среднее арифметическое значение нескольких испытаний, то пользователь вводит каждый результат испытаний как отдельный компонент. Система, обрабатывая результат, автоматически проводит

требуемые расчеты таким образом, что на выходе результатом будет получено подсчитанное значение.

Второй вид компонента испытаний – текстовое поле - предназначен специально для внесения пояснений или комментариев о полученных результатах. Так, в приведенном на рисунке 21 примере подобным компонентом является компонент «Результаты». В данное текстовое поле оператор вписывает результат оценки полученного спектра, например, в данном случае значением этого поля является фраза «По расположению пиков спектр аналогичен спектру меламина из ссылочных данных».

Третий вид компонента испытаний – прикрепляемые изображения - предназначен для включения в протокол каких-либо иллюстраций, например, полученных хроматограмм или спектров.

Также следует отметить, что функционал платформы, на котором разработана рассматриваемая система, позволяет обеспечить автоматический ввод в систему результатов со средств измерений.

На рисунке 21 представлен пример внесения результатов снятия ИК спектра. Вносимая информация состоит из нескольких элементов и структурирована следующим образом. Основной элемент – текстовое поле, в которое оператор с ролью «Лаборатория» пишет вывод, который сделан в результате проведения испытаний. Следующие два элемента – это поля для прикрепления графических файлов, спектров, сохраненных в формате jpeg. Каждому из этих элементов соответствует текстовое поле, в которое вносится пояснение к прилагаемому рисунку, т.е. указывается, что данный рисунок — это, к примеру, библиотечный спектр меламина.

На основании введенной информации можно сделать вывод, что исследуемое вещество – это меламин без значительных примесей, которые могли бы внести дополнительные пики в ИК спектр. Данные поля впоследствии заполняются инженером при проверке данных, внесенных лабораторией.

После того, как лаборатория внесла в систему все сведения, должно пройти утверждение образца лабораторией, т.е. подтверждение того, что внесены все результаты. При утверждении результатов пользователю доступен предварительный просмотр внесенных сведений в виде, представленном на рисунке 22.

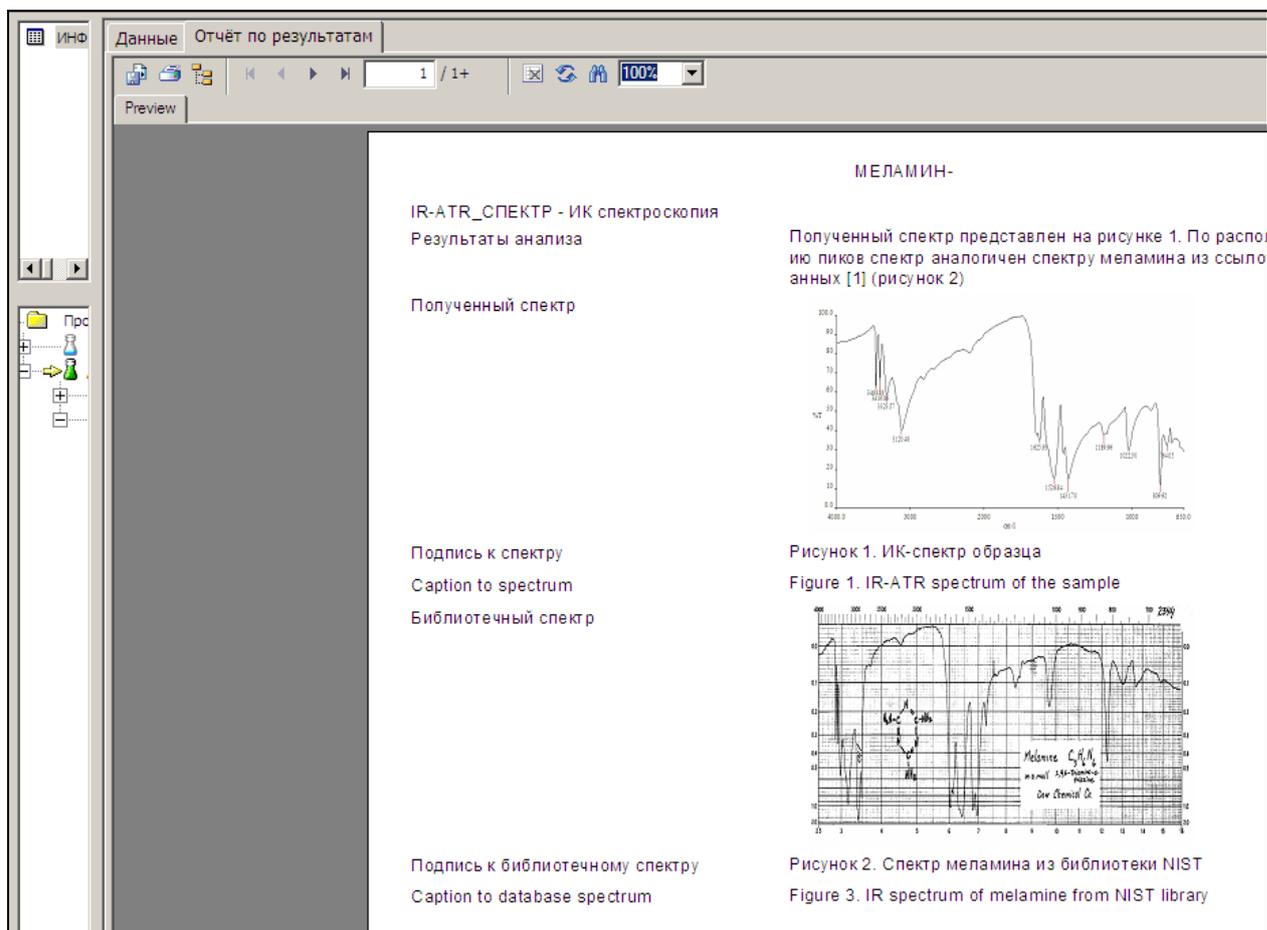


Рисунок 22 — Предварительный просмотр результата

После утверждения образца информация о завершении испытаний поступает пользователю с ролью «Инженер». Инженер проверяет внесенные сведения, при необходимости он имеет право внести некоторые незначительные корректировки или дополнительные сведения.

После проверки инженером внесенные сведения об испытаниях направляются пользователю с ролью «Научный руководитель», который после просмотра результатов утверждает или отклоняет результаты проведенных испытаний. После утверждения результатов испытаний научным руководителем,

работы лаборатории считаются принятыми. Следующий шаг, который становится доступным после действий научного руководителя – это формирование протоколов. Инженер запускает автоматическое генерирование протоколов испытаний. Интерфейс инженера при формировании протокола испытаний продемонстрирован на рисунках 23-24.

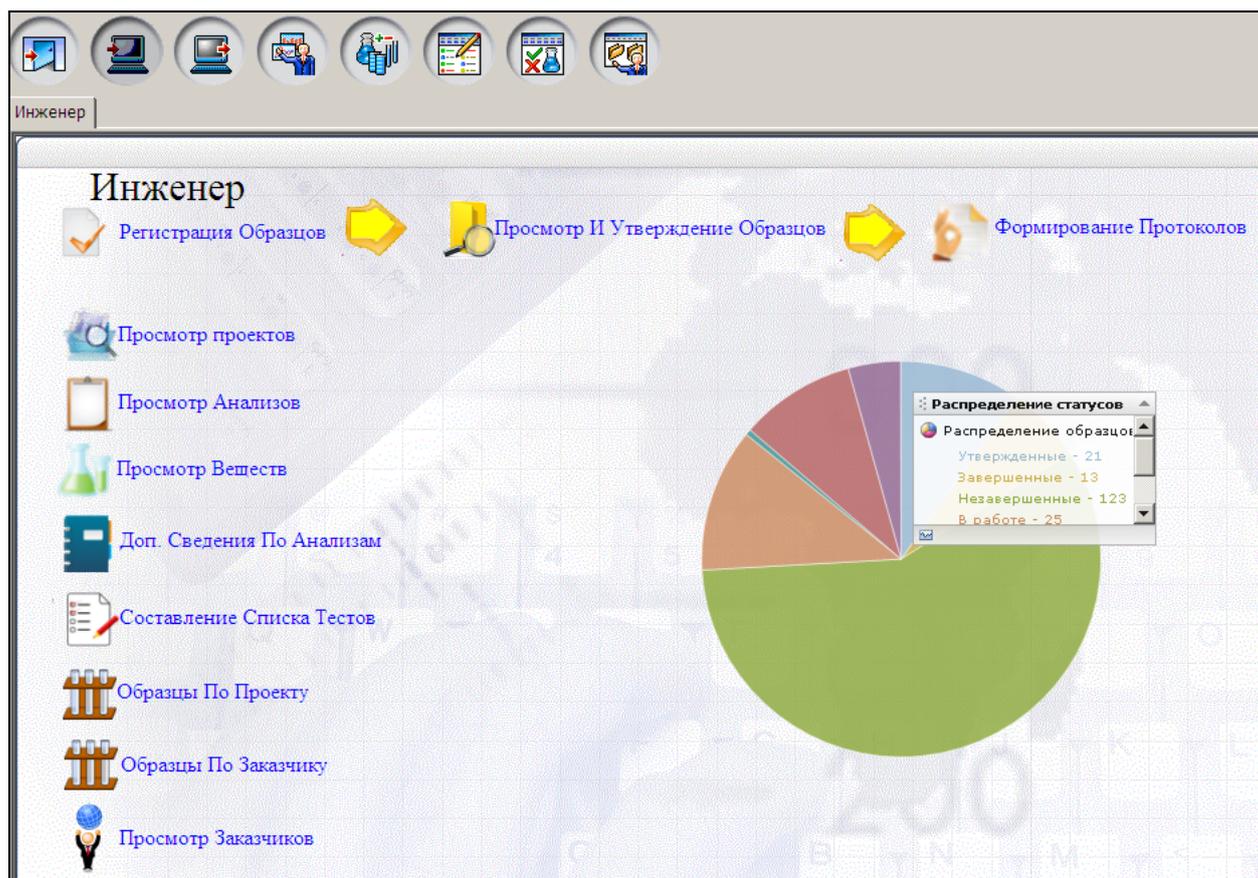


Рисунок 23 — Пример экранной формы при формировании протоколов испытаний для роли инженера

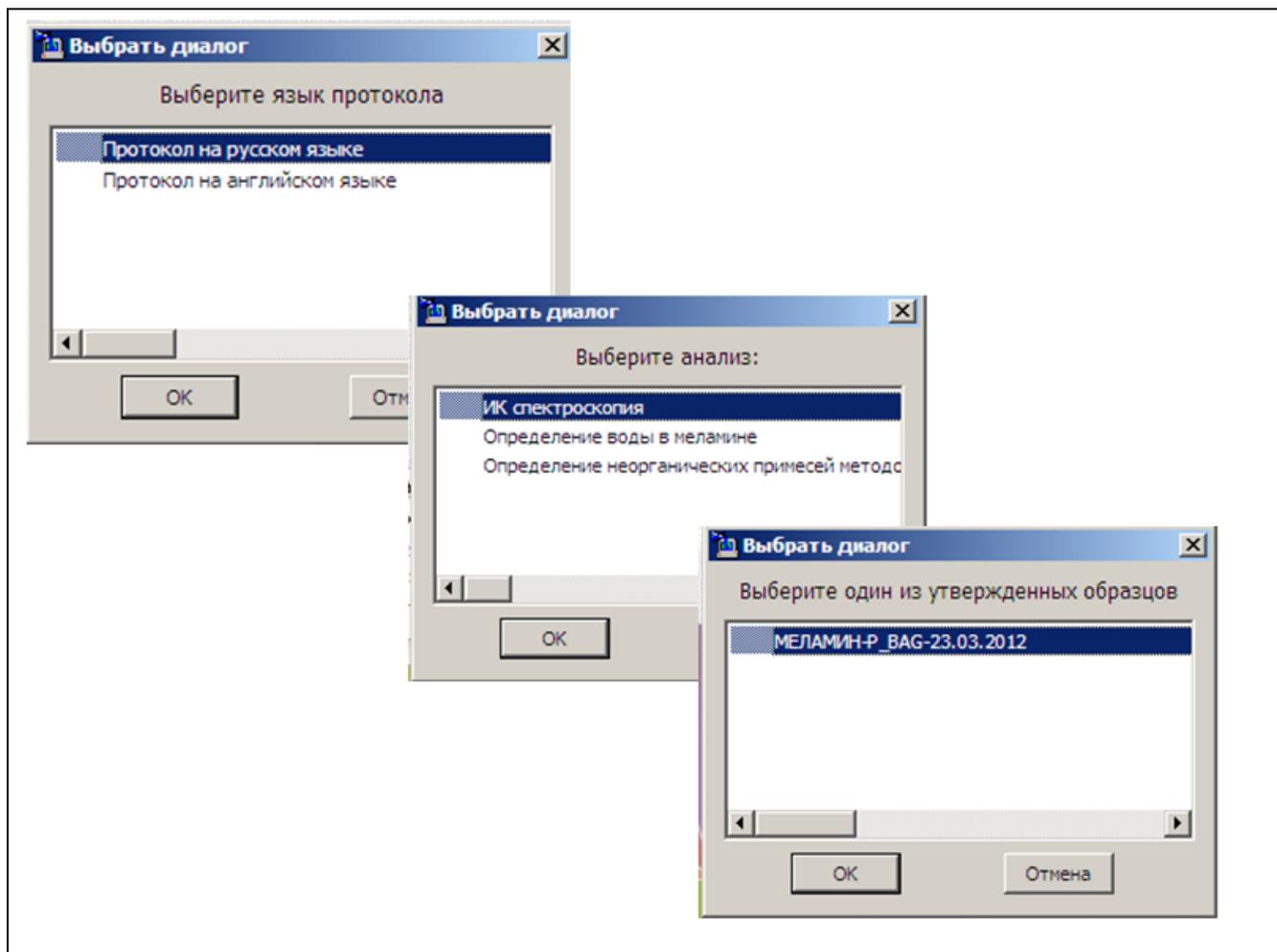


Рисунок 24 — Пример экранной формы при формировании протоколов испытаний для роли инженера

Система имеет возможность формирования протоколов в двух форматах: формат текстового документ MS Word с расширением .doc и формат электронного документа с расширением .pdf.

Основными документами, содержащими результаты проведенной идентификации, являются протоколы испытаний, а также результирующий отчет. Рассмотрим отдельно каждый из этих документов.

Протокол испытаний – это документ, содержащий результаты проведенных испытаний и соответствующую информацию. Составление проводится исключительно после полного завершения испытаний продукции.

В рамках разработки методики идентификации химической продукции разработан шаблон структуры протокола испытаний. В дальнейшем данная структура была использована в программной надстройке «LIMS-идентификация» для автоматической генерации отчетных документов. Структура отчета разработана таким образом, что обеспечивает необходимую степень информативности, а именно, позволяет полностью идентифицировать пробу, которая была предоставлена для анализа в лабораторию, и повторить проведенные испытания. Разработанная структура представлена в таблице 11.

Таблица 11 — Шаблон структуры протокола идентификационных испытаний

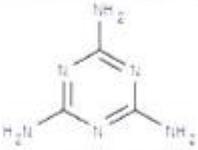
Информация о веществе	
Наименование:	
Формула:	
Номер CAS:	
Структурная формула:	
Молекулярная масса:	
Источник образца (поставщик):	
Партия №	
Образец №:	
Физическая форма образца:	
Предполагаемая степень чистоты вещества (%):	
Информация об испытании	
<u>1. Наименование испытания</u>	
1. Вид испытания:	
Используемое оборудование:	
Прибор:	
Производитель:	
Другая информация:	
2. Параметры испытания: (параметры настройки оборудования, условия проведения испытаний)	

Продолжение таблицы 11

3. Форма, в которой образец был испытан: (пробоподготовка)
4. Калибровка оборудования:
5. Информация по используемым внутренним стандартам или другим веществам:
6. Описание испытания
7 Количество приведенных испытаний и, если проведено несколько испытаний, среднее значение:
8 Результаты анализа Наименование и идентификационные номера спектров (в случае спектральных методов)
Полученные спектры или хроматограммы:
9 Перечень полученных сигналов (идентифицированные линии спектра или пики хроматограмм) :
Другие сигналы:
10 Дата:
11 Библиографические сведения:

Часть информации вводится при планировании испытания – это информация о методике проведения испытания, параметры испытания и т.д. В случае, если аналогичное испытание уже проводилось, данную информацию можно использовать и для последующих испытаний. Данная информация также может корректироваться на этапе внесения результатов испытаний непосредственно самой лабораторией. Второй вид данных – это данные о веществе, они вводятся при регистрации в системе заявки на проведение идентификации и автоматически встраиваются во все протоколы, проводимые для данной продукции. Самостоятельно изменить эти данные лаборатория не может. Третий вид данных – данные, которые вносятся непосредственно при испытании продукции. К данной информации относятся численные значения содержания, объяснение результатов испытания, спектры или хроматографии, полученные при испытании и их объяснения.

Результат автоматического формирования протокола испытаний – первая страница протокола приведена на рисунке 25.

Основная информация о веществе	
Наименование:	Меламин
Формула:	$C_3H_6N_6$
Номер CAS:	108-78-1
Структурная формула:	
Молекулярная масса:	126,12
Источник образца (Поставщик):	ОАО
№ партии:	1
№ образца:	1166
Дата отбора:	15.02.2012
Физическая форма образца:	твердый
Степень чистоты вещества (%):	99,8

ИК спектроскопия

Вид испытания: ИК нарушенного полного внутреннего отражения

Спец оборудование: Spectrum One
 Прибор: ИК-Фурье спектрофотометр Spectrum One
 Производитель: Perkin Elmer
 Другая информация:

Параметры испытания:	Количество проходов	1;
	Время	30 с;
	Разрешение	4 см ⁻¹
	Температура	21°C
	Давление	Атмосферное 746 мм рт. ст.

Описание испытания: Снятие ИК спектра проводят в соответствии с инструкцией оператора

Форма, в которой образец был испытан: порошок

Калибровка оборудования: В соответствии с руководством пользователя

Информация по используемым внутренним стандартам: не использовали

Проведение испытания: Снятие ИК спектра проводили в соответствии со стандартной методикой с использованием универсальной насадки ART 1 Brounse Di/ZnSe

Количество проведенных испытаний: 1

Рисунок 25 — Первая страница протокола, автоматически сгенерированного системой

На основе описанного выше испытания был сделан вывод, что испытуемый образец является образцом меламин и в его составе отсутствуют какие-либо примеси в значительном количестве.

Вторую часть исследовательской задачи с применением этой же системы решала лаборатория 2. Аналогично с описанным выше механизмом лаборатория ввела результаты испытаний, которые затем, после утверждения, были включены в протокол испытаний. Результат определения органических примесей приведен на рисунке 26.

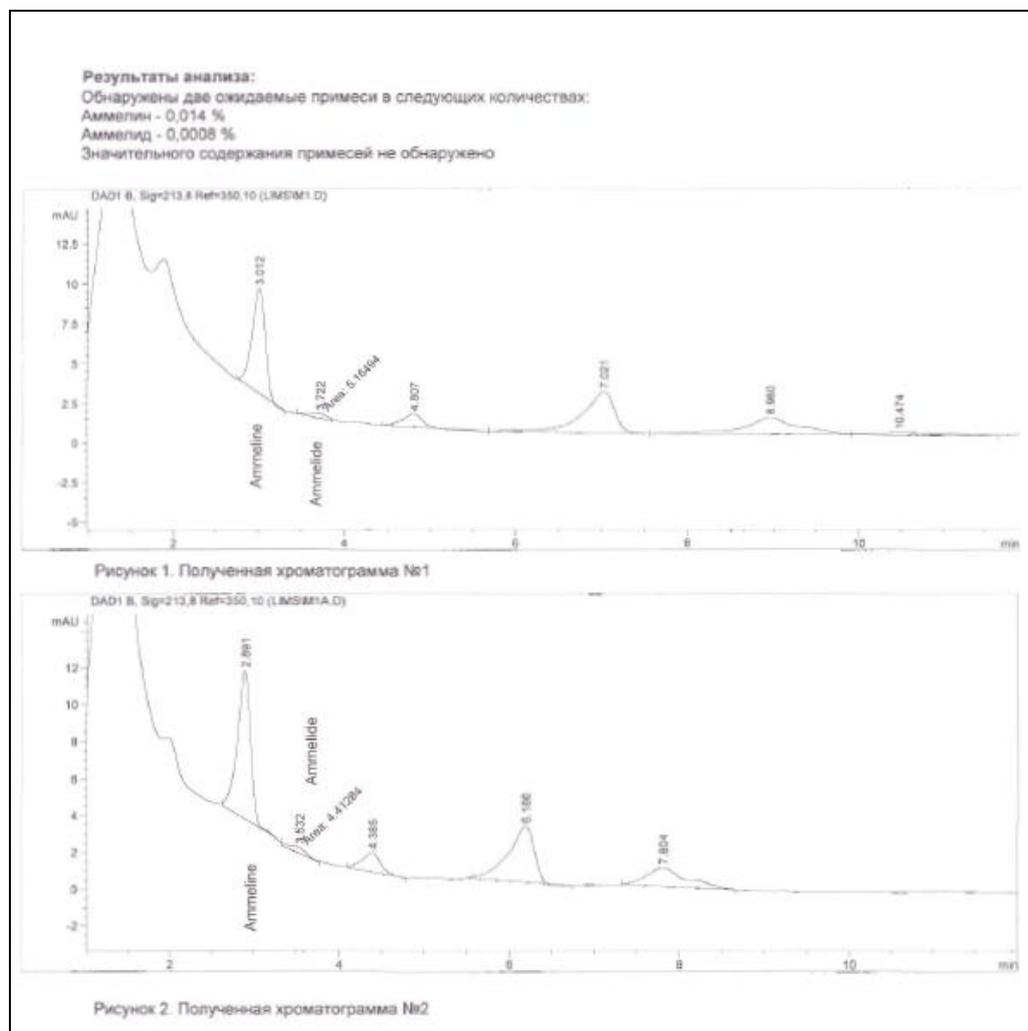


Рисунок 26 — Результат определения органических примесей

На основе результатов данного испытания были сделаны выводы о том, что органические примеси в образце присутствуют в незначительных количествах. Содержание ожидаемых примесей, продуктов гидролиза меламина, а именно циануровой кислоты, аммилина и аммилида оказалось не значительным, менее 0,1 %.

Результатом каждого проведенного испытания по идентификации является протокол испытания. Но целостной картины отчет по испытаниям предоставить

расширенный функционал по мониторингу проведения испытаний. Они имеют функциональную возможность просмотреть, на каком этапе находится в настоящее время проект, сколько ещё времени остается до планируемого завершения проекта. Информация может быть представлена в наглядном виде при помощи различных диаграмм и схем, например, круговая диаграмма соотношения образцов по статусу, показывающая степень готовности проекта (рисунок 28).



Рисунок 28 — Иллюстрированное представление готовности работ по проекту

В четвертой главе, посвящённой автоматизации процессов идентификации получены следующие результаты. Описана предложенная автором программная надстройка «LIMS-идентификация», которая является способом автоматизации процесса организации и проведения испытаний, анализа результатов, оформления заключений лабораторных испытаний для целей идентификации. Предложенное решение по автоматизации позволяет обеспечить контроль на каждом этапе процесса и тем самым дает основания гарантировать правильность выполнения всех этапов, что, в свою очередь, обеспечивает качество и признание итоговых результатов. Помимо этого, автоматизация процессов позволяет формализовать и

стандартизировать формы отчетности по результатам идентификации химической продукции.

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

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

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.

Список литературы

1. ГОСТ 30333-2007. Паспорт безопасности химической продукции. Общие требования. М. Стандартинформ, 2008. — 11 с.
2. Strategic approach to international chemicals management SAICM, texts and resolutions of the International Conference on Chemicals Management
3. Чепурной И. П. Идентификация и фальсификация продовольственных товаров//М.: Издательско-торговая корпорация «Дашков и Ко», 2008. — 460 с.
4. ГОСТ 32595-2013. Топливо авиационное для газотурбинных двигателей Джет А-1 (JET А-1). Технические условия. М. Стандартинформ, 2014. — 19 с.
5. Федеральный закон от 27.11.2010 N 311-ФЗ "О таможенном регулировании в Российской Федерации"
6. Андреева Е. И. Идентификация товаров в таможенных целях// Российский внешнеэкономический вестник (1-2016) с 112- 118
7. 50th Joint Meeting of the Chemicals Committee and the Working Party on Chemicals, Pesticides and Biotechnology, Environment directorate joint meeting of the chemicals committee and the working party on chemicals, pesticides and biotechnology assistance with governance (Implementation of the OECD Council Acts), Terminology and application of OECD test guidelines, 11-13 June 2013, at the OECD Conference Centre, 2 rue André Pascal, Paris, beginning at 9h30 on 11 June.
8. Технический регламент ЕАЭС «О безопасности химической продукции» (ТР ЕАЭС 041/2017)
9. Федеральный закон "О техническом регулировании" от 27.12.2002 N 184-ФЗ
10. ГОСТ Р 51293-99. Идентификация продукции. Общие положения. М. Стандартинформ, 2008. — 7 с.
11. ГОСТ Р 53137-2008. Соки и соковая продукция. Идентификация. Общие положения. М. Стандартинформ, 2008. — 28 с.
12. Правила проведения сертификации химической продукции (утв. постановлением Госстандарта РФ от 3 декабря 1999 г. N 61)
13. ГОСТ 31340-2007. Предупредительная маркировка химической продукции. Общие требования. М. Стандартинформ, 2008. — 37 с.
14. Технический регламент ЕАЭС «О требованиях к минеральным удобрениям» (ТР ЕАЭС 039/2016)
15. Проект Технического регламента ЕАЭС «О безопасности синтетических моющих средств и товаров бытовой химии»

16. Проект Технического регламента ЕАЭС «О безопасности лакокрасочных материалов»
17. ГОСТ Р 51691-2008. Материалы лакокрасочные. Эмали. Общие технические условия. М. Стандартинформ, 2009. — 14 с.
18. ГОСТ Р ИСО 22241-2-2012. Двигатели дизельные. Восстановитель оксидов азота AUS 32. Часть 2. Методы испытаний. М. Стандартинформ, 2013. — 36 с
19. ГОСТ Р ИСО 22241-1-2012. Двигатели дизельные. Восстановитель оксидов азота AUS 32. Часть 1. Требования к качеству. М. Стандартинформ, 2013. — 12с
20. ГОСТ 7850-2013 «Капролактамы. Технические условия» М. Стандартинформ, 2008. — 12с
21. Постановлением Правительства Российской Федерации № 869 от 12.11.1992 г. «О государственной регистрации потенциально опасных химических и биологических веществ»
22. Регламент (ЕС) №1907/2006 Европейского Парламента и Совета ЕС от 18 декабря 2006 касающийся правил регистрации, оценки, санкционирования и ограничения химических веществ (REACH), учреждения Европейского Агентства по химическим веществам.
23. Абрамова М. И., Косоруков И.А. Процедура регистрации по REACH// Методы оценки соответствия, №9 2008г. сентябрь
24. RIP 3.10: Guidance for identification and naming of substances under REACH and CLP, ECHA-16-B-37.1-EN, European Chemicals Agency, 2017
25. The OECD Harmonised Templates for Reporting Chemical Test Summaries // URL: <http://www.oecd.org/ehs/templates/> (дата обращения: 15.09.2018)
26. Косоруков И.А., Збитнева Е. В.; Муратова Н. М. Роль стандартных форматов описания в обмене информации//Компетентность №6 2016 г.
27. IUCLID Home URL: <https://iuclid6.echa.europa.eu/get-iuclid-data> (дата обращения: 15.09.2018).
28. ГОСТ Р ИСО 9001-2015. Системы менеджмента качества. Требования. М. Стандартинформ, 2016. — 28 с
29. ГОСТ Р ЕН 9100-2011 «Системы менеджмента качества организаций авиационной, космической и оборонных отраслей промышленности. Требования. М. Стандартинформ, 2012. — 27с
30. ГОСТ Р ЕН 9120-2011. Системы менеджмента качества организаций авиационной, космической и оборонных отраслей промышленности. Требования к дистрибьюторам продукции. М. Стандартинформ, 2012. — 30 с

- 31 ГОСТ 701-89 «Кислота азотная концентрированная. Технические условия»
- 32 ГОСТ Р 54927-2012 «Лист полимерный композитный специального назначения. Общие технические требования»
- 33 Ветохин С.Ю., Муратова Н.М., Абрамова М.И., Скобелев Д.О. "Проблемы стандартизации композитных материалов", Мир стандартов, №4(55), 2011
- 34 ГОСТ 2084-77 Бензины автомобильные. Технические условия
- 35 ASTM D5134 - 13(2017) Standard Test Method for Detailed Analysis of Petroleum Naphthas through n-Nonane by Capillary Gas Chromatography
- 36 ISO 3830:1993, Petroleum products -- Determination of lead content of gasoline -- Iodine monochloride method
- 37 ASTM D3341 – 16 Standard Test Method for Lead in Gasoline—Iodine Monochloride Method
- 38 ASTM D5059 – 14 Standard Test Methods for Lead in Gasoline by X-Ray Spectroscopy
- 39 ISO 5164:2014 Petroleum products -- Determination of knock characteristics of motor fuels -- Research method
- 40 ASTM D5002 - 18e1 Standard Test Method for Density, Relative Density, and API Gravity of Crude Oils by Digital Density Analyzer
- 41 ASTM D6729 – 14 Standard Test Method for Determination of Individual Components in Spark Ignition Engine Fuels by 100 Metre Capillary High Resolution Gas Chromatography
42. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий
- 43 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" No. 1, часть 1. 2012. Том 78
44. Д.О. Скобелев, И.А. Косорукова, Е.И. Выбойченко, Е.Н. Веснина Координационно-информационный испытательный центр – некоторые аспекты его аккредитации «Мир стандартов» No. 7 (68) октябрь 2012 г.
45. ГОСТ 6221-90. Аммиак безводный сжиженный. Технические условия. М. Стандартиформ, 2008. — 11 с
46. И. А. Косоруков, Идентификация химической продукции. Используемая терминология. «Мир стандартов» № 4 (75), май 2013 г.