

Методика идентификации химической продукции

Определена единая методика идентификации химической продукции, основанная на параметрах идентификации. Основными идентификационными параметрами являются химический состав и структура химических веществ, представляющих данную продукцию. К вспомогательным параметрам относятся классификационная группировка, марка (сорт), эксплуатационные характеристики, назначение продукции

Р

И.А. Косоруков

заместитель начальника отдела химии Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ»), Москва, Россия

М.Л. Рахманов

заместитель генерального директора по научной работе открытого акционерного общества «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС»), Москва, Россия, д-р техн. наук, профессор

Н.М. Муратова

заместитель директора по науке ФГУП «ВНИИ СМТ», Москва, Россия, n.muratova@vniismt.ru, канд. хим. наук

разработка единой методики, унифицирующей возможные действия по идентификации химической продукции, является актуальной задачей, прежде всего для обеспечения качества и безопасности продукции.

По итогам большого количества работ, связанных с подтверждением идентификации химической продукции, была создана методика идентификации данной продукции (далее — методика), применение которой позволит обеспечить единый подход к проведению лабораторных испытаний с целью идентификации.

Методика предусматривает 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 определенным марке или сорту;

- ▶ идентификацию необходимо проводить в степени, достаточной для соотнесения продукции с общепринятыми номерами, например номерами в базах данных Европейского союза (номер ЕС) и Химической реферативной службы Американского химического общества (номер CAS);

- ▶ в ходе идентификации должны быть определены все риски, связанные с обращением этой продукции;

- ▶ идентификация должна обеспечить основание для подтверждения качества химической продукции.

Методика включает в себя следующие этапы:

- ▶ сбор и анализ информации об объекте идентификации, подбор идентификационных параметров и разработка идентификационного профиля;

- ▶ разработку аналитической стратегии идентификации;

- ▶ планирование испытаний, измерений, исследований;

- ▶ организацию проведения испытаний, измерений, исследований;

- ▶ обработку результатов с предоставлением результирующего отчета.

Блок-схема проведения работ в соответствии с методикой приведена на рисунке. На первом этапе необходимо выполнить следующие процедуры:

- ▶ анализ сопроводительной документации на продукцию;

- ▶ анализ нормативного документа или технической документации на продукцию;

- ▶ определение химических веществ, составляющих химическую продукцию;

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

На основе анализа полученной информации осуществляется выбор необходимых идентификационных параметров, которые позволяют в полной мере охарактеризовать рассмотренный объект идентификации. Идентификационные параметры для химической продукции можно разделить на две основные группы. Первая группа — это параметры, связанные с производителем или поставщиком продукции. Вторая группа — идентификационные параметры, характеризующие химический состав и физико-химические свойства продукции.

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,

ключевые слова

идентификация, анализ, химический состав и физико-химические свойства продукции, испытания в аккредитованной лаборатории



Блок-схема проведения работ в соответствии с методикой [The flowchart of work according to the identification method]

свойства которых могут отличаться в зависимости от вида кристаллизационной решетки, помимо химического состава, необходимо определять параметры кристаллизационной решетки. В качестве дополнительных, косвенных, параметров возможно использовать физико-химические характеристики продукции, служащие обычно подтверждением чистоты химических веществ. (Например, при анализе азотной кислоты на основании данных об ее плотности можно делать выводы об ее концентрации.)

Очень часто химический состав не имеет определяющего характера, к примеру, у 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.

Результатом первого этапа является идентификационный профиль химической продукции или химического вещества — документ, содержащий информацию об идентификационных параметрах. Если для полной характеристики химической продук-

ции химического состава недостаточно, то для идентификации необходимо использовать физико-химические свойства и при составлении идентификационного профиля учитывать идентификационные параметры, определяемые физико-химическими показателями.

Следующий этап методики — разработка аналитической стратегии идентификации. Аналитическая стратегия идентификации представляет собой подход к реализации идентификационного профиля и разработке способов подтверждения идентификационных параметров, предшествующий планированию и проведению лабораторных испытаний с целью 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 сле-

справка

ISO/IEC 17025 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (как и идентичный ему российский ГОСТ ИСО/МЭК 17025 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий») — стандарт менеджмента качества лабораторий и тестовых организаций. Английская версия документа впервые принята в 1999 году. Стандарт выдвигает ряд требований, которые должны выполнять испытательные и калибровочные лаборатории, если они хотят продемонстрировать техническую компетентность и способность получать технически обоснованные результаты

Определение физико-химических параметров [Determination of physical and chemical parameters]

дует использовать комбинацию дополняющих друг друга аналитических испытаний. Выбор дополнительных методов и/или методик определяется природой химического вещества, так как одни методы целесообразно применять для органических веществ, другие — для неорганических. В ряде случаев (вещества переменного состава) необходимо проанализировать дополнительную информацию (например, сырье, использовавшееся при производстве продукции, применявшиеся технологии и т.д.). Определение ряда физико-химических параметров (плотность, удельный вес, концентрация и др.) позволяет объекту идентификации к определенному сорту или марке либо дать дополнительные подтверждения химического состава.

На основе разработанной аналитической стратегии идентификации осуществляют планирование и организацию испытаний, измерений и исследований. Основная задача этих этапов — обеспечить выполнение указанной стратегии. Ресурсы данного этапа — стандарты на методы испытаний, аттестованные методики испытаний, методические документы, инструкции.

Как уже было рассмотрено, основными идентификационными параметрами являются химический состав и структура химических веществ, пред-

ставляющих 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, комбинационного рассеяния и др.), а для определения химического состава наиболее информативными остаются хроматографические методы анализа.

Для обеспечения подтверждения полученных результатов планирование и организация испытаний должны соответствовать определенным условиям. Одно из таких условий — проведение исследований в аккредитованных лабораториях. Лаборатории, аккредитованные на соответствие международному стандарту ISO/IEC 17025, являются общепризнанным гарантом качества проведения подобных процедур. Однако большое количество испытаний для целей идентификации может быть нестандартным для испытуемой продукции, так как в область аккредитации лаборатории включены испытания по показателям качества и безопасности, а для целей идентификации продукции часто требуются другие, скорее исследовательские методы.

Следующее условие — использование международно признанных и стандартизованных методик. Следование данному условию позволяет обеспечить результаты испытания большей воспроизводимостью, возможностью подтвердить их в других лабораториях. Рассматривая данное условие, стоит помнить (выше мы уже упоминали об этом), что испытания/исследования по идентификации зачастую относятся к исследовательской деятельности, кроме того, иногда бывает затруднительно найти международно признанную или стандартизованную методику. В таких случаях возмож-



но проведение испытания/исследования согласно инструкции к средству измерения. При этом целесообразно привести подробное описание процесса испытания/исследования в самом протоколе. Описание должно быть настолько подробным, чтобы, используя его, можно было воспроизвести данное испытание/исследование в другой лаборатории.

Результаты испытаний (измерений, исследований) должны толковаться однозначно. В случае возможного двойного толкования необходимы подтверждающие испытания. Подтверждение результатов испытаний увеличивает степень надежности результатов, что особенно важно для ключевых характеристик. Причем желательно или проводить испытания в другой лаборатории, или организовать испытания в той же лаборатории, но альтернативными методами или методиками.

В большинстве случаев отдельно взятые результаты испытаний (измерений, исследований) не могут обеспечить правильную идентификацию. Для составления целостного представления о химическом составе и структуре вещества требуется тщательный анализ всех результатов. Целесообразно оформление специальных документов (обобщающих отчетов), содержащих анализ проведенных работ 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 результатов испытаний;
- ▶ проведение подтверждающих исследований;
- ▶ интерпретация и проверка полученных результатов технически квалифицированными специалистами. ■

*Статья поступила
в редакцию 16.11.2016*

Methods of Chemical Products' Identification

I.A. Kosorukov, Deputy Head of Chemistry Department, FSUE VNII SMT, Moscow, Russia

Prof. Dr. M.L. Rakhmanov, Deputy General Director, All-Russia Scientific Research Institute for Certification, Moscow, Russia

Dr. N.M. Muratova, Deputy Science Director, FSUE VNII SMT, Moscow, Russia

key words

identification, analysis, chemical composition and physical-chemical properties of product, tests in an accredited laboratory

We have defined a single methodology for the identification of chemical products (in particular options). We consider that the main identification parameters are the chemical composition and chemicals structure of products. We have attributed a classification grouping, mark (grade), operating characteristics and appointment of products to the auxiliary parameters.

We have reviewed the main method's stages of chemical products' identification. We have also paid attention to tests' organization conditions, which are necessary to provide confirmation of the results, including the use of accredited laboratories and internationally approved standardized methods. We consider it is important to observe the following conditions in the test results' processing (measurements, research) for purposes of identification: the lack of ambiguity test results; confirmatory research activity; interpretation and validation of the results conducted by technically qualified personnel.