

УТВЕРЖДАЮ



Руководитель ДПЛГГВС и ТРГА  
Минтранса России

А. В. Елистратов  
2003 г.

СОГЛАСОВАНО

Цо Генеральный директор  
ФБТИ ЦИАМ им. П. И. Баранова



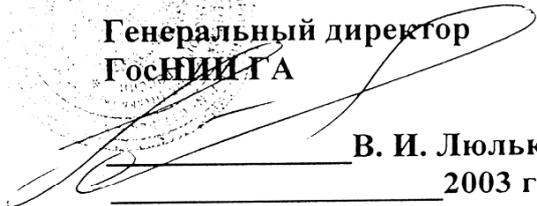
В. А. Скибин  
2003 г.

Заместитель руководителя  
ДПЛГГВС и ТР ГА Минтранса Рос-  
сии

  
В.И.Самохин  
17/12 2003г.

СОГЛАСОВАНО

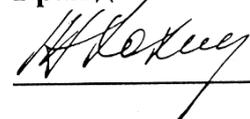
Генеральный директор  
ГосНИИ ГА



В. И. Люлько  
2003 г.

СОГЛАСОВАНО

Главный метролог  
Гражданской авиации

  
Ж. Н. Хохлова  
2003 г.

## МЕТОДИКА

ОТРАСЛЕВАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА  
ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ ДИАГНОСТИРОВАНИИ  
СОСТОЯНИЯ АД МЕТОДОМ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА В  
ГРАЖДАНСКОЙ АВИАЦИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Часть 1. Использование Государственных стандартных образцов.

МОСКВА 2003 г.

## **РАЗРАБОТЧИКИ**

**От ДПЛГГВС и ТРГА:**

**Хохлова Ж. Н.**

**От ФГУП ЦИАМ им. П. И. Баранова**

**Степанов В. А., д. т. н.**

**От ЗАО «Южполиметалл-Холдинг»**

**Сазонов А. Г., к. т. н.**

## СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	4
1. Основные положения и условия применения системы использования ГСО при диагностировании АД методом рентгеноспектрального анализа масла.....	5
2. Государственные стандартные образцы состава и содержания металлов для градуировки средств диагностирования авиационных ГТД по продуктам изнашивания рентгеноспектральными методами (комплект).....	6
Описание разработанных ГСО.....	6
Инструкция по применению ГСО.....	9
Приложение:	
1. Титул Технического задания на разработку ГСО.	
2. Сертификат об утверждении типа ГСО.	
3. Описание типа ГСО.	
4. Паспорт ГСО.	

## ВВЕДЕНИЕ

В настоящем документе рассматривается принятая и утвержденная система обеспечения единства измерений при диагностировании АД методом контроля состава продуктов изнашивания в маслах рентгеноспектральным анализом.

Введение данной системы ставит своей целью выполнение Авиационных требований в части «обеспечения единой технической политики отрасли, в том числе в организации системного контроля и аттестации лабораторий ТД и НК организаций по ТО и Р...», а также обеспечения Федерального закона от 27.12.2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании».

В настоящее время анализ продуктов изнашивания осуществляется разнотипными анализаторами типа «БАРС», «БРА-17», «Спектроскан», «ПРИЗМА». Градуировка их осуществляется стандартными образцами, имеющими низшую категорию признания - стандартный образец предприятия (СОП). Реальное обеспечение в этих условиях единства и точности измерений, а значит и закона № 4871-1 от 27.04.93 «Об обеспечении единства измерений» практически невозможно.

В 2002 г. ведущими профильными институтами, метрологическими службами и руководством Государственной службы гражданской авиации Минтранса России и Военно-воздушных сил Минобороны РФ были коллегиально разработаны и утверждены «Технические требования к государственным стандартным образцам состава и содержания металлов, осажденных на фильтр для градуировки средств диагностирования авиационных ГТД по продуктам изнашивания рентгеноспектральными методами» (Приложение № 1).

В 2003 г. по данным «Техническим требованиям» Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (ФГУП УНИИМ) были разработаны, изготовлены и сертифицированы Государственные стандартные образцы на 19 металлов и неметаллов - **ГСО 8465-2003 – 8486-2003** (Государственные стандартные образцы массовой доли элементов (алюминия, магния, кремния, железа, меди, титана, цинка, серебра, хрома, марганца, никеля, кобальта, кадмия, свинца, молибдена, ванадия, олова, вольфрама, кальция), осажденных на фильтр из водного раствора).

Таким образом, была создана метрологическая база для обеспечения единства измерений и диагностических выводов в трибодиагностике АД. Кроме этого в 2002 г. в РФ было введено прямое действие основополагающего Международного стандарта ИСО 5725 (ГОСТ Р ИСО 5725 1 ÷ 6), обеспечивающего методическую основу единства измерений. Использование ГСО как «опорных значений» и ГОСТ Р ИСО 5725 1 ÷ 6 – 2002 были положены в основу данной системы.

## **1. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ И УСЛОВИЯ ПРИМЕНЕНИЯ СИСТЕМЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ГОСУДАРСТВЕННЫХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ (ГСО) ПРИ ДИАГНОСТИРОВАНИИ АД МЕТОДОМ РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА МАСЛА**

С момента введения данной системы, она является обязательной для применения в структурных подразделениях организаций Гражданской авиации, занятых технической диагностикой и неразрушающим контролем авиационной техники и распространяется на используемые в отрасли и зарегистрированные как специальные средства измерения рентгеноспектральные анализаторы: «БАРС», «Спектроскан», «ПРИЗМА», «БРА-17» и т. д. Использование анализаторов без градуировок и поверки с применением ГСО при рентгеноспектральном анализе масла не допускается.

Государственные стандартные образцы (ГСО) используются на всех стадиях обслуживания рентгеноспектральных анализаторов:

а) При градуировке (калибровке) – периодически в соответствии с нормативно-технической документацией (НТД) на анализатор.

б) При внутреннем контроле метрологических характеристик – постоянно, в соответствии с нормативными документами лаборатории.

в) При внешнем контроле метрологических характеристик – периодически, в соответствии с отраслевыми нормативными документами, НТД на анализатор и при аккредитации лабораторий.

г) При испытаниях с целью утверждения типа средств измерения, разработке методик измерений и т. д. – по мере необходимости.

### Разработчики ГСО

- ФГУП Уральский научно-исследовательский институт метрологии (ФГУП УНИИМ)

620219, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4

- ЗАО «Южполиметалл-Холдинг»

117638, г. Москва, Варшавское шоссе, д. 56

### Изготовитель ГСО

ФГУП Уральский научно-исследовательский институт метрологии

620219, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4

### Владелец и держатель ГСО

ЗАО «Южполиметалл-Холдинг»

117638, г. Москва, Варшавское шоссе, д. 56

1.4. ЗАО «Южполиметалл-Холдинг» по согласованию с ним поручается выполнение работ по хранению, учету, распространению, заказу на последующий повторный выпуск, продлению срока действия Сертификата об утверждении типа и расширение номенклатуры ГСО.

Координаты для связи:

Тел./факс: (095) 113-11-77, 317-31-55, 317-31-66

E-mail: [analizator@list.ru](mailto:analizator@list.ru)

## **2. ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ СОСТАВА И СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ, ОСАЖДЕННЫХ НА ФИЛЬТР ДЛЯ ГРАДУИРОВКИ СРЕДСТВ ДИАГНОСТИРОВАНИЯ АВИАЦИОННЫХ ГТД ПО ПРОДУКТАМ ИЗНАШИВАНИЯ РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНЫМИ МЕТОДАМИ**

### ОПИСАНИЕ РАЗРАБОТАННЫХ ГСО.

Единичный стандартный образец концентрации металла (группы металлов) представляет собой раствор ГСО состава раствора ионов металла (группы металлов), нанесенных на фильтрованную бумагу по ТУ 6-09-1678-86 диаметром 12 мм, которая крепится на алюминиевое кольцо с внешним диаметром 35 мм, внутренним диаметром 18 мм и толщиной 1,5 мм при помощи скотча.

В целом все единичные СО объединены в набор СО. Набор состоит из 19 комплектов СО, трех комплексных образцов и образца с чистым фильтром. В каждый комплект СО входят 5 одноэлементных образцов с аттестованными характеристиками, указанными в таблице 1. В набор входят также 3 комплексных (многоэлементных) образца и один «чистый» образец с аттестованными характеристиками, указанными в таблице 1.

Аттестуемая характеристика – содержание алюминия, магния, кремния, железа, меди, титана, цинка, серебра, хрома, марганца, никеля, кобальта, кадмия, свинца, молибдена, ванадия, олова, вольфрама, кальция в микрограммах на фильтрах и граммах на тонну. Номинальные значения аттестуемой характеристики для каждого из образцов, составляющих комплект ГСО соответствуют значениям, приведенным в таблице 1.

Допускается установленное, аттестованное отклонение от номинальных значений на величину не более  $\pm 10\%$ . Каждый экземпляр СО индекса с 2 по 20 готовится и аттестуется только по одному компоненту. Экземпляр СО номер 21 (комплексный образец) готовится и аттестуется по 10 компонентам. Экземпляры СО номер 22,23 (комплексные образцы) готовятся и аттестуются по 4 компонентам. Экземпляр СО индекса 1 (чистый фильтр) готовится и аттестуется на отсутствие контролируемых металлов.

Таблица 1. Значения аттестуемых характеристик содержания металлов в СО комплекта.

№ п. п.	ГСО №	Элемент	Массовая доля элемента, млн <sup>-1</sup> , г/т.							Образцов в комплекте
			0	0,1	0,3	1,0	3,0	5,0	10,0	
1		Чистый фильтр	+							1
2	8465-2003	Fe		+	+	+		+	+	5
3	8466-2003	Cu		+	+	+	+	+		5
4	8467-2003	Ag		+	+	+	+	+		5
5	8468-2003	Ti		+	+	+	+	+		5
6	8469-2003	Cr		+	+	+	+	+		5
7	8470-2003	Mn		+	+	+	+	+		5
8	8471-2003	Al		+	+	+	+	+		5
9	8472-2003	Mg		+	+	+	+	+		5
10	8473-2003	Si		+	+	+	+	+		5
11	8474-2003	Zn		+	+	+	+	+		5
12	8475-2003	Ni		+	+	+	+	+		5
13	8476-2003	Co		+	+	+	+	+		5
14	8477-2003	Cd		+	+	+	+	+		5
15	8478-2003	Pb		+	+	+	+	+		5
16	8479-2003	Mo		+	+	+	+	+		5
17	8480-2003	V		+	+	+	+	+		5
18	8481-2003	Sn		+	+	+	+	+		5
19	8482-2003	W		+	+	+	+	+		5
20	8483-2003	Ca		+	+	+	+	+		5
21	8484-2003 (МО-1)	Комплексный (много-элементный) образец с содержанием г/т Al Fe Cd Co Mn Cu Mo Ni Pb Zn								1
			0,5							
			1,0							
			0,5							
			1,9							
			0,5							
			1,0							
			1,0							
			1,9							
			1,0							
			0,5							

№ п. п.	ГСО №	Элемент	Массовая доля элемента, млн <sup>-1</sup> , г/т.						Образцов в комплекте	
			0	0,1	0,3	1,0	3,0	5,0		10,0
22	<b>8485-2003 (МО-2)</b>	Комплексный (многоэлементный) образец с содержанием г/т V Mo Ti Cr	2,0 1,0 2,0 1,0							1
23	<b>8486-2003 (МО-3)</b>	Комплексный (многоэлементный) образец с содержанием г/т Fe Cu Ni Co	1,0 1,0 1,0 1,0							1
<b>ИТОГО:</b>									<b>99</b>	

Относительная погрешность аттестованных значений при доверительной вероятности 0,95, % - 2,5.

Срок годности – 3 год.

## 2.2. ИНСТРУКЦИЯ ПО ПРИМЕНЕНИЮ ГСО

Данный раздел является обязательным приложением к Паспорту ГСО.

### НАЗНАЧЕНИЕ ГСО.

ГСО предназначены для градуировки, калибровки (поверки) анализаторов рентгенофлуоресцентных энергодисперсионных, используемых в структурных подразделениях организаций гражданской авиации, занятых технической диагностикой и неразрушающим контролем авиационной техники, при диагностировании авиационных ГТД по продуктам изнашивания рентгеноспектральными методами. ГСО концентрации металлов, осажденных на фильтр предназначены также для контроля метрологических характеристик спектрометров (анализаторов) при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; для метрологической аттестации методик выполнения измерений (МВИ) концентрации металлов, осажденных на фильтр; для контроля погрешностей МВИ в процессе их применения.

### ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ, УСЛОВИЯ ПРИМЕНЕНИЯ:

Каждый экземпляр СО представляет собой раствор ГСО раствора ионов металлов, нанесенный на фильтровальную бумагу по ТУ 6-09-1678-86 диаметром 12 мм, которая крепится на алюминиевое кольцо с внешним диаметром 35 мм, внутренним диаметром 18 мм и толщиной 1,5 мм при помощи скотча.

Комплект СО помещен в кассету с пятью отделениями. Каждое отделение позволяет размещать один образец. Комплексные (многоэлементные) образцы и образцы с чистым фильтром помещены в отдельные кассеты.

Работа с СО не требует соблюдения специальных мер безопасности.

Аттестованные образцы с нарушенной целостностью поверхности и с просроченным сроком годности к использованию не допускаются

### ПОДГОТОВКА К ПРИМЕНЕНИЮ:

Каждый образец из состава комплекта СО, изъятый из упаковочной кассеты, помещают в пробоприемное устройство анализатора для измерения.

### ПОРЯДОК ПРИМЕНЕНИЯ СО.

1. Аттестованное значение СО приводится в двух единицах измерения:  $\text{млн}^{-1}$  (мкг) и г/т.

1.1 Аттестованное значение СО в весовых единицах,  $\text{млн}^{-1}$  (мкг), говорит о количестве металла, осажденного на данном экземпляре СО.

1.2 Аттестованное значение СО в объемных единицах, г/т, приведены в расчете применения системы пробоподготовки, обеспечивающей образование отпечатка 12 мм на фильтре при прокачке через фильтр 15 мл жидкости (масла и др.) плотностью  $1 \text{ г/см}^3$ . Таким образом, аттестованные значения концентрации (г/т) соответствуют следующим условиям пробоподготовки:

1. Диаметр получаемого отпечатка – 12 мм.
2. Объем прокачки –  $15 \text{ см}^3$ .
3. Плотность жидкости –  $1 \text{ г/см}^3$ .

Отличие условий изготовления реального отпечатка масла на фильтре (где плотность масла отличается от 1 г/т, и могут варьироваться диаметр отпечатка и объем прокачки)\* может и должно быть учтено при градуировке анализаторов (спектрометров). При едином устройстве и методике пробоподготовки, отличия в градуировках будут определяться типом масла.

Поправки в градуировки вносятся коэффициентами пересчета.

2. Градуировка анализаторов (спектрометров) проводится в соответствии с НТД анализатора (спектрометра).

2.1. Градуировка анализаторов (спектрометров) с использованием комплекта одноэлементных СО и образца СО с чистым фильтром.

Градуировка анализаторов по каждому металлу производится по шести значениям концентраций

(0 0,1 0,3 1,0 3,0 5,0) г/т,

для элемента «железо» (0 0,1 0,3 1,0 5,0 10,0) г/т.

Точка «0» присваивается при измерении образца СО с чистым фильтром.

Расчетное (присваиваемое) значение концентрации для каждой конкретной градуировки рассчитывается по следующей формуле:

$$C_{\text{рас}} = C_{\text{атт}} \times K, \quad \text{где}$$

$C_{\text{рас}}$  - расчетное (присваиваемое) значение концентрации, г/т;

$C_{\text{атт}}$  – аттестованное значение СО, г/т;

$K$ - коэффициент пересчета.

Коэффициент пересчета рассчитывается по следующей формуле:

$$K = K_1 \times K_2 \times K_3, \quad \text{где}$$

$K_1$  - коэффициент, учитывающий диаметр отпечатка

$K_2$  - коэффициент, учитывающий объем прокачки

$K_3$  - коэффициент, учитывающий плотность прокачиваемой жидкости (масла)

$K_1 = 1$  при диаметре отпечатка =12 мм. При ином диаметре отпечатка следует рассчитать коэффициент  $K_1$ , как соотношение площадей реального отпечатка и отпечатка ГСО с диаметром 12 мм, по следующей формуле:

$$K_1 = \left( \frac{\varnothing_{\text{отп.}}}{12 \text{ мм}} \right)^2, \quad \text{где } \varnothing_{\text{отп.}} - \text{реальный диаметр отпечатка, мм}$$

\* В лабораториях спектрального анализа масел гражданской авиации (ГА) и ВВС МО РФ используются системы пробоподготовки различной конструкции широкого спектра производителей. Также различаются и Методики приготовления отпечатков рабочих масел в ГА и МО. Конструкции систем пробоподготовки обеспечивают получение отпечатка масла на фильтре после прокачки различного диаметра (диаметр отпечатка от 10 мм до 18 мм, в зависимости от конструкции). Методика приготовления отпечатков рабочих масел в ГА предписывает прокачивать через фильтр 25 мл рабочих масел, в то время как по Методике ... ВВС объем прокачки составляет 15 мл. Кроме того, номенклатура масел, используемых в маслосистемах ГТД, весьма широка. Плотность масел, применяемых в маслосистемах ГТД, в зависимости от марок варьирует от 0,80 до 1,1 г/см<sup>3</sup> и выше.

Например, при  $\varnothing$  отпечатка 15 мм коэффициент  $K_1$  будет равен

$$K_1 = \left( \frac{15 \text{ мм}}{12 \text{ мм}} \right)^2 = 1,5625$$

$K_2 = 1$  при объеме прокачки 15 мл. При ином объеме прокачки следует рассчитать коэффициент  $K_2$  по следующей формуле:

$$K_2 = \frac{15 \text{ мл}}{V_{\text{пр.}}}, \text{ где } V_{\text{пр.}} - \text{реальный объем прокачки, мл}$$

Например, при объеме прокачки 25 мл значение коэффициента  $K_2$  будет равно

$$K_2 = \frac{15 \text{ см}^3}{25 \text{ см}^3} = 0,6000$$

$K_3 = 1$  при плотности прокачиваемой жидкости (масла) =  $1 \text{ г/см}^3$ . При иной плотности прокачиваемой жидкости следует рассчитать  $K_3$  по следующей формуле:

$$K_3 = \frac{1 \text{ г/см}^3}{\rho_{\text{ж}}}, \text{ где } \rho_{\text{ж}} - \text{реальная плотность жидкости, г/см}^3$$

Например, при плотности жидкости  $0,875 \text{ г/см}^3$  (масло МС-8П) значение  $K_3$  будет равно

$$K_3 = \frac{1 \text{ г/см}^3}{0,875 \text{ г/см}^3} = 1,1428$$

Таким образом, ГСО являются универсальными образцами и обеспечивают корректный пересчет на условия пробоподготовки и параметры прокачиваемого масла.

**Пример.**

В лаборатории применяется устройство пробоподготовки, обеспечивающее получение отпечатка масла диаметром 18 мм. Методика предписывает для приготовления отпечатка (образца-излучателя) прокачивать 25 мл масла. Анализируемое масло – ВНИИНП-50-1-4ф, плотность которого составляет  $0,926 \text{ г/см}^3$ .

Для образца СО железа с аттестованным значением концентрации  $10,1 \text{ г/т}$  расчетное (присваиваемое) значение концентрации составит:

$$C_{\text{рас}} = C_{\text{атт}} \times K$$

$$K = K_1 \times K_2 \times K_3$$

$$K_1 = \left( \frac{18 \text{ мм}}{12 \text{ мм}} \right)^2 = 2,25$$

$$K_2 = \frac{15 \text{ см}^3}{25 \text{ см}^3} = 0,6000$$

$$K_3 = \frac{1 \text{ г/см}^3}{0,926 \text{ г/см}^3} = 1,08$$

$$K = 2,25 \times 0,6 \times 1,08 = 1,458$$

$$C_{\text{рас}} = 10,1 \times 1,458 = 14,726 \text{ г/т.}$$

## 2.2. Использование комплексных (многоэлементных) образцов СО.

Комплексные (многоэлементные) образцы СО используются для проверки правильности проведения градуировочных процедур.

Расчетное (присваиваемое) значение концентрации для каждого металла в комплексном (многоэлементном) образце СО рассчитывается по процедуре в соответствии с 2.1. настоящего раздела.

В случае получения погрешности при измерении комплексного (многоэлементного) образца СО по какому-либо металлу, превышающую нормируемую в НТД на данный анализатор (спектрометр), процедуру градуировки следует повторить.

В случае получения отрицательных результатов (погрешность определения превышает нормированную по НТД) при последующих процедурах градуировки, необходимо рассмотреть вопрос о пригодности данного анализатора (спектрометра) к применению в методе измерений содержания металлов в маслах.

2.3. Поверку анализаторов (спектрометров) с помощью комплекта СО проводят в соответствии с НТД на анализатор (спектрометр).

## УСЛОВИЯ ХРАНЕНИЯ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ СО

СО хранят в чистых полиэтиленовых кляссерах в отсутствии пыли, влаги, различного вида вибраций и воздействия агрессивных сред при нормальных климатических условиях.

Транспортировку СО допускают любым видом транспорта при условии сохранности СО.