

УТВЕРЖДАЮ



Руководитель ДПЛГВС и ТРГА
Минтранса России

_____ А. В. Елистратов
_____ 2003 г.

Заместитель _____ руководителя
ДПЛГВС и ТР ГА Минтранса Рос-
сии _____

В.И.Самохин

_____ 1412 _____ 2003г.

СОГЛАСОВАНО

Уб Генеральный директор
ФГУП ЦИАМ им. П. И. Баранова



_____ В. А. Скибин
_____ 2003 г.

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 2. Контроль деятельности лабораторий по анализу содержания
металлов в рабочих маслах авиационных двигателей.

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.

Летаев В. Б.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	4
1. Основные положения и терминология.....	4
2. Внутренний контроль деятельности лабораторий по анализу содержания металлов в рабочих маслах авиационных двигателей.....	7
3. Внешняя оценка деятельности лабораторий по анализу содержания металлов в рабочих маслах авиационных двигателей.....	10
Приложение:	
1. Внутренний контроль деятельность лаборатории при измерении ГСО Fe 3.0	

ВВЕДЕНИЕ

Часть 2 «Контроль деятельности лабораторий по анализу содержания металлов в рабочих маслах авиационных двигателей» является продолжением части 1 «Использование Государственных стандартных образцов» «Отраслевой системы обеспечения единства измерений при диагностировании состояния авиационных двигателей (АД) методом спектрального анализа в Гражданской Авиации Российской Федерации».

В данном разделе регламентируется комплекс мероприятий, позволяющих обеспечить системный контроль и оценку деятельности лабораторий, осуществляющих рентгенофлуоресцентный анализ содержания металлов в рабочих маслах АД (далее – лабораторий). Контроль (внутренний и внешний) показателей работы лабораторий и оценка компетентности лабораторий при этом осуществляется на основе объективных количественных оценок точности (правильности и прецизионности) выполняемых лабораториями измерений.

Необходимо отметить, что получаемые оценки являются комплексными и оценивают:

компетентность персонала;

правильность реализации методик выполнения работ;

техническое состояние и адекватность используемой техники для реализации рентгенофлуоресцентного анализа содержания металлов в рабочих маслах АД.

Материалы, полученные при анализе деятельности лабораторий, регламентируемого настоящим разделом, являются основанием для их аттестации по данному роду деятельности.

Материалы настоящего раздела основаны на положениях ГОСТ Р ИСО 5725-2002, части 1-6.

1. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ И ТЕРМИНОЛОГИЯ

1.1. Изложенные в данном разделе материалы представляют собой упрощенную и адаптированную под конкретную задачу контроля деятельности лабораторий методику, основанную на базовых положениях ГОСТ Р ИСО 5725-2002.

1.2. Общие критерии внутренней оценки деятельности лаборатории приведены в ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2000. Лаборатория должна работать на достойном уровне и осуществлять удовлетворительный внутренний контроль качества. Для проведения внутреннего контроля деятельности лаборатории необходимо

наличие Государственных стандартных образцов (ГСО). Никаких специальных организационных и технических мероприятий для проведения внутреннего контроля не требуется. Полностью методы внутреннего контроля приведены в разделе 6 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

1.3. Внешний контроль деятельности лабораторий проводится с целью получения количественных и качественных оценок реализуемого лабораториями метода измерений, а также соответствия точностных характеристик применяемой лабораториями измерительной аппаратуры требованиям по правильности и прецизионности проведения анализа рабочих масел авиационных двигателей. Контроль осуществляется путем проведения контрольных экспериментов по анализу ГСО, содержание металлов в которых лабораториям заранее неизвестно. Методика внешнего контроля изложена в части 3 настоящего раздела, полностью методика изложена в части 7 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

1.5. Терминология, применяемая в данном разделе, приводится в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002.

1.5.1. **Результат измерений** - значение характеристики, полученное выполнением регламентированного метода измерений.

1.5.2. **Принятое опорное значение** - значение, которое служит в качестве согласованного для сравнения и получено как:

- теоретическое или установленное значение, базирующееся на научных принципах;
- приписанное или аттестованное значение, базирующееся на экспериментальных работах какой-либо национальной или международной организации;
- согласованное или аттестованное значение, базирующееся на совместных экспериментальных работах под руководством научной или инженерной группы;
- математическое ожидание измеряемой характеристики, то есть среднее значение заданной совокупности результатов измерений (лишь в случае, когда первые три метода установления принятого опорного значения недоступны).

1.5.3. **Точность** - степень близости результата измерений к принятому опорному значению.

1.5.4. **Правильность** - степень близости среднего значения, полученного на основании большой серии результатов измерений (или результатов испытаний), к принятому опорному значению.

1.5.5. **Систематическая погрешность** - разность между математическим ожиданием результатов измерений и истинным (или в его отсутствие – принятым опорным) значением.

1.5.6. **Систематическая погрешность лаборатории при реализации конкретного метода измерений** - разность между математическим ожиданием результатов измерений (или результатов испытаний) и истинным (или в его отсутствие – принятым опорным) значением измеряемой характеристики.

1.5.7. **Систематическая погрешность метода измерений** - разность между математическим ожиданием результатов измерений, полученных во всех лабораториях, и истинным (или в его отсутствие – принятым опорным) значением измеряемой характеристики.

1.5.8. **Лабораторная составляющая систематической погрешности** - разность между систематической погрешностью лаборатории при реализации конкретного метода измерений и систематической погрешностью метода измерений.

1.5.9. **Прецизионность** - степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных в конкретных регламентированных условиях.

Повторяемость - Прецизионность в условиях повторяемости.

1.5.11. **Условия повторяемости** - условия, при которых независимые результаты измерений (или испытаний) получаются одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования, в пределах короткого промежутка времени.

1.5.12. **Стандартное (среднеквадратичное) отклонение повторяемости (сходимости)** - стандартное (среднеквадратичное) отклонение результатов измерений (или испытаний), полученных в условиях повторяемости (сходимости).

1.5.13. **Воспроизводимость** - прецизионность в условиях воспроизводимости.

1.5.14. **Условия воспроизводимости** - условия, при которых результаты измерений (или испытаний) получают одним и тем же методом, на идентичных объектах испытаний, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования.

1.5.15. **Совет экспертов** – вновь организуемая при ГС ГА, предусмотренная ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002, структура, организующая работы в соответствии с «Отраслевой системой...». По ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002 «Совет экспертов должен состоять из экспертов, хорошо знакомых с методом проведения измерений и его применением».

2. ВНУТРЕННИЙ КОНТРОЛЬ ДЕЯТЕЛЬНОСТИ ЛАБОРАТОРИЙ ПО АНАЛИЗУ СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ В РАБОЧИХ МАС- ЛАХ АВИАЦИОННЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ.

2.1. Основные положения

2.1.1. Внутренний контроль деятельности лаборатории проводится с целью обеспечения качества деятельности лаборатории. ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 регламентирует следующую процедуру проведения внутреннего контроля:

2.1.1.1. В соответствии с разделом 6 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, для контроля стабильности результатов измерений в пределах лаборатории используются контрольные карты Шухарта.

2.1.1.3. Проверка стабильности деятельности лаборатории проводится ежеквартально.

2.1.1.4. Для выполнения проверки стабильности методом контрольных карт Шухарта ежедневно (в рабочие дни) в течение месяца проводится серия измерений ГСО.

Измерения должны проводиться для каждого из имеющихся в лаборатории ГСО, представляющих различные наборы металлов и различные концентрации этих металлов в образцах в соответствии с методикой измерений, принятой для конкретного прибора, имеющегося в лаборатории.

Измерения могут проводиться в любое время суток, любым оператором и независимо от того, проводились ли в этот день иные измерения с использованием проверяемого прибора, а также – планируются ли они в дальнейшем.

2.1.1.5. Перед началом проведения серии измерений, согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, табл. 7, подготавливается форма для внесения результатов измерений (см. приложение 1).

Ежедневно в течение месяца, в соответствии с методикой измерений, принятой для конкретного прибора, проводится по одному измерению образца. Результаты измерений заносятся в графу «Результат анализа».

2.1.1.6. Рассчитывается оценка систематической погрешности как разность между измеренным и истинным (принятым для конкретного ГСО) значениями концентраций металла в образце. Результаты расчета заносятся в графу таблицы «Оценка систематической погрешности».

2.1.1.7. Рассчитывается текущее расхождение как абсолютное значение разности между текущим измерением и измерением, выполненным на следующий день анализа. Результаты заносятся в графу таблицы «Оценка по расхождениям».

После завершения всех измерений последняя строка таблицы для данной графы остается незаполненной.

2.1.1.8. Для построения контрольной карты Шухарта для оценки систематической погрешности (x-карты) рассчитываются пределы действия и предупреждения:

Средняя линия – нулевая или равна нулю

Пределы действия:

$$UCL = +3\sigma_{I(TO)};$$

$$LCL = -3\sigma_{I(TO)};$$

Пределы предупреждения:

$$UCL = +2\sigma_{I(TO)};$$

$$LCL = -2\sigma_{I(TO)};$$

где $\sigma_{I(TO)}$ – стандартное отклонение, полученное на основании результатов измерений за предыдущий квартал. При первой проверке, когда данных за предыдущий квартал еще нет, в качестве этого значения используется среднее значение оценки систематической погрешности за текущий квартал.

Значение $\sigma_{I(TO)}$ определяется по формуле

$$\sigma_{I(TO)} = w_{cp}/d_2;$$

где d_2 – табличное значение. При числе наблюдений в подгруппе, равном 2, это значение, согласно табл. 4 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, равно 1.128;

w_{cp} – среднее значение текущего расхождения.

2.1.1.9. Для построения контрольной карты Шухарта для оценки текущих расхождений рассчитываются:

Средняя линия $d_2\sigma_{I(TO)}$;

Пределы действия:

$$UCL = D_2\sigma_{I(TO)};$$

LCL – отсутствует;

Пределы предупреждения

$$UCL = D_2(2)\sigma_{I(TO)};$$

LCL – отсутствует;

где D_2 и $D_2(2)$ – табличные значения, равные соответственно 3.686 и 2.834, приведенные в табл. 4 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (в приведенном в таблице 7 указанного ГОСТа примере расчета значение D_2 ошибочно указано равным 3.396).

2.1.1.10. На основании полученных результатов измерений и рассчитанных значений пределов действия и предупреждения строятся карты Шухарта для оценки систематической погрешности и оценки текущих расхождений.

Считается, что если никакие точки графиков не выходят за границы пределов действия, то лаборатория обеспечивает требуемую стабильность измерений.

2.1.2. Особо следует отметить, что полученные пределы действия и предупреждения, рассчитанные по приведенной выше методике, характеризуют исключительно лабораторную стабильность измерений, поскольку стандартное отклонение, полученное на основании результатов измерений за предыдущий квартал $\sigma_{I(TO)}$ основывается на данных измерений, полученных в конкретной лаборатории. В общем случае, значение $\sigma_{I(TO)}$ может быть ниже или выше значения стандартного отклонения повторяемости, назначенного Советом экспертов для конкретного ГСО. Чтобы соотнести результаты, полученные в лаборатории, с предельными границами, назначенными для образца, на карту Шухарта дополнительно наносятся верхние и нижние пределы предупреждения и действия, рассчитанные, соответственно, как $\pm 2S_r$ и $\pm 3S_r$, где S_r – стандартное отклонение повторяемости, назначенное Советом экспертов для конкретного ГСО и приводимое в паспорте на него. Выход оценки систематической погрешности за **внутрилабораторный** предел действия сигнализирует о нестабильности измерений в лаборатории, но, если выбросы отдельных точек не выходят за пределы действия, назначенные для образца (а тем более – за предел предупреждения для образца), то результаты деятельности лаборатории можно считать приемлемыми.

Следует внимательно отслеживать динамику изменений в картах Шухарта при последующих внутрилабораторных проверках, особенно если число выбросов за внутрилабораторные пределы предупреждения и действия со временем будет увеличиваться, и при необходимости, – выявить причины ухудшения стабильности измерений и принять соответствующие меры.

Выход отдельных точек карты Шухарта за пределы действия, назначенные для образца, свидетельствует о неприемлемости результатов измерений в данной лаборатории.

Специалистами Совета экспертов разработана компьютерная программа, реализующая приведенную выше методику внутреннего контроля деятельности лабораторий, позволяющая после ввода исходных результатов измерений проводить автоматический расчет и построение карт Шухарта с выводом табличных и графических результатов расчета на печать, а также оценивать динамику изменения стандартного отклонения $\sigma_{I(TO)}$ при проведении последующих проверок. Результаты измерений, выполненные в текущем квартале для всех имеющихся в лаборатории ГСО, а также справочная таблица по назначенным Советом экспертов для всех ГСО дисперсиям повторяемости и воспроизводимости сохраняются

в базе данных, что позволяет проводить текущий контроль, не дожидаясь окончания серии измерений.

2.2. Пример проведения расчетов и построения карт Шухарта с использованием данной программы по проведенной серии измерений, выполненных гипотетической лабораторией для ГСО с концентрацией железа 2.9 г/т, приведен в приложении 1.

В приведенном примере восьмое измерение находится вне пределов действия, назначенных для образца, в то время как остальные результаты измерений укладываются в диапазон, заданный для образца, хотя некоторые точки х-карты выходят за границы внутрилабораторного предела предупреждения.

Поскольку все остальные точки х-карты находятся внутри границ внутрилабораторного предела действия, данные восьмого измерения, скорее всего, являются случайным выбросом и могут не приниматься во внимание.

3. ВНЕШНЯЯ ОЦЕНКА ДЕЯТЕЛЬНОСТИ ЛАБОРАТОРИЙ ПО АНАЛИЗУ СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ В РАБОЧИХ МАСЛАХ АВИАЦИОННЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ.

3.1. Основные положения.

3.1.1. Настоящий раздел посвящен внешней оценке деятельности лабораторий, использующих один и тот же метод измерения – рентгенофлуоресцентный анализ. Оценка прецизионности метода измерений производится в форме стандартных отклонений повторяемости (сходимости) и воспроизводимости.

3.1.2. Для проведения оценки качества применения метода измерения различными лабораториями производится сопоставление результатов измерений, полученных в каждой лаборатории с эталонными значениями анализируемых образцов. С этой целью в лаборатории, подвергаемые проверке, рассылаются образцы, представляющие несколько уровней с заранее неизвестными этим лабораториям содержаниями элементов на каждом уровне, изготовленные в пределах одной партии.

Каждая лаборатория выполняет по два измерения каждого из полученных образцов и пересылает полученные результаты в Совет экспертов, уполномоченный проводить оценку качества деятельности контролируемых лабораторий.

Совет экспертов должен состоять из экспертов, хорошо знакомых с методом проведения измерений и его применением. Задачи, решаемые Советом экспертов, определяются Положением о Совете экспертов, разработанным согласно ГОСТ Р ИСО-5725-2-2002.

3.1.3. Совет экспертов сводит данные, полученные от всех контролируемых лабораторий в единую таблицу (см. таблицу 1 раздела 3.1.5) и, согласно методике, описанной в разделе 7 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, определяет средние значения измерений по каждой из лабораторий и расхождения в базовых элементах как абсолютное значение разности между измерениями. Результат расчетов заносится в таблицу (см. таблицу 2 раздела 3.1.5).

3.1.4. По результатам расчетов производится оценка внутрилабораторной прецизионности и оценка систематической погрешности по каждой лаборатории. На основании полученных данных Совет экспертов делает вывод о соответствии или несоответствии каждой из лабораторий, подвергаемых проверке, требованиям повторяемости результатов при реализации данного метода измерений и дает рекомендации о возможности аттестации данной лаборатории на применение метода рентгенофлуоресцентного анализа для диагностирования состояния АД.

Оценка внутрилабораторной прецизионности производится путем сопоставления расхождений, полученных для каждой из лабораторий, со стандартным отклонением повторяемости (сходимости) ГСО в соответствии с неравенством:

$$(y_{i1}-y_{i2})^2/2 S_r^2 \leq \chi^2_{(1-\alpha)}(v), \quad (1)$$

где $\chi^2_{(1-\alpha)}(v)$ – это $(1-\alpha)$ -квантиль χ^2 – распределения с $v = n-1$ степенями свободы;

S_r^2 - значение стандартного отклонения воспроизводимости для конкретного ГСО.

Значение $\chi^2_{(1-\alpha)}(v)$ является табличным. При отсутствии других установок уровень значимости α предполагается равным 0.05 (ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, п.7.2.3.1.2). Для двух измерений ($n=2$) $v = n-1 = 1$; значение $1-\alpha = 1-0.05 = 0.95$ и, согласно таблице χ^2 – распределения, $\chi^2_{(0.95)}(1) = 3.841$.

Таблицы $\chi^2_{(1-\alpha)}(v)$ - распределения приводятся в справочниках по статистике.

Приведенное выше неравенство должно быть справедливым для 95% из всех уровней представления концентраций металлов в образцах. Как правило, общее количество уровней по каждому металлу невелико (например, концентрации 0.1, 0.3, 1.0, 3.0, 5.0, 10.0 г/т), а это означает, что неравенство должно выполняться на всех уровнях.

Оценка систематической погрешности при двух измерениях производится согласно критерию приемлемости:

$$|\bar{y}_i - \mu| < 2 \cdot \sqrt{S_R^2 - S_r^2}/2, \quad (2)$$

где μ – истинное (принятое) значение концентрации металла в образце,

$\bar{y}_i = (y_{i1} + y_{i2})/2$ – среднее измеренное значение концентрации металла в образце, полученное i -й лабораторией,

S_R^2 и S_r^2 – значения стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости для конкретного стандартного образца, определенные в ходе проведения межлабораторного эксперимента для данного метода измерений.

Решение о назначении и пересмотре значений дисперсий повторяемости и воспроизводимости принимает Совет экспертов.

3.1.5. Ниже приводится пример оценки деятельности 10 гипотетических лабораторий при измерении ими анонимного, неизвестного им образца, реальное, известное Совету экспертов содержание железа в котором составляет $\mu = 1.45$ г/т.

Таблица 1. Результаты измерений, представленные лабораториями

Лаборатория i	Данные наблюдений	
	y_{i1}	y_{i2}
1	1.22	1.54
2	1.6	1.32
3	1.2	1.86
4	1.40	1.77
5	1.35	1.65
6	1.65	1.45
7	2.32	1.98
8	1.23	1.46
9	3.17	2.66
10	1.74	1.89

Таблица 2. Средние значения и расхождения в базовых элементах

Лаборатория I	Среднее значение $\bar{y} = (y_{i1} + y_{i2})/2$	Расхождение $ y_{i1} - y_{i2} $	Оценка по критерию приемлемости значения систематической погрешности $ \bar{y} - \mu $ (1)	Оценка по расхождениям
				$\frac{(y_{i1} - y_{i2})^2}{2S_r^2}$ (2)
1	1.38	0.320	0.070	1.506
2	1.46	0.280	0.010	1.153
3	1.53	0.660	0.080	6.406
4	1.585	0.370	0.135	2.013
5	1.500	0.30	0.050	1.324
6	1.550	0.20	0.100	0.588
7	2.150	0.34	0.700	1.700
8	1.345	0.23	0.105	0.778
9	2.915	0.510	1.465	3.825
10	1.815	0.150	0.365	0.331

Значения S_R^2 и S_r^2 для данного образца были определены ранее Советом экспертов по методике, указанной в ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002 и равны, соответственно, 0.042 и 0.034.

Пороговое значение для оценки прецизионности по расхождениям (1) составляет (см. выше) $\chi^2_{(0.95)}(1) = 3.841$.

Пороговое значение для оценки по критерию приемлемости значения систематической погрешности (2) составляет

$$2 * \sqrt{(S_R^2 - S_r^2)/2} = 2 * \sqrt{0.042 - 0.034/2} = 0.316.$$

Из таблиц видно, что для лаборатории №3 превышено значение χ^2 – критерия ($6.406 > 3.841$), т.е. лаборатория не обладает требуемой степенью прецизионности измерений.

В лабораториях №№ 7, 9 и 10 оценка систематической погрешности измерений превышает пороговое значение, т.е. эти три лаборатории имеют неудовлетворительную систематическую погрешность измерений.