

## МЕЖЛАБОРАТОРНЫЕ СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ИСПЫТАНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ИСПЫТАТЕЛЬНЫХ ЛАБОРАТОРИЯХ МИНОБОРОНЫ РОССИИ

**К.В. Шаталов\***, начальник научно-испытательного центра  
квалификационной оценки топлив и масел,

**И.И. Сорокова**, инженер

ФАУ «25 ГосНИИ химмотологии Минобороны России», Москва, 121467 Россия

\*Автор для переписки, e-mail: shkv2006@rambler.ru

**П**риведен порядок проведения и алгоритм обработки результатов межлабораторных сравнительных испытаний, проводимых в лабораториях горючего Министерства обороны Российской Федерации. Представлен пример выполнения расчетов при аттестации образцов для контроля и оценки качества результатов испытаний, полученных по итогам межлабораторных сравнительных испытаний.

**Ключевые слова:** межлабораторные сравнительные испытания, испытательная лаборатория, результаты испытаний, оценка качества, нефтепродукты.

Лабораторный контроль качества нефтепродуктов, поставляемых в Вооруженные Силы РФ, осуществляют 20 крупных независимых испытательных лабораторий (лаборатории горючего военных округов), способных проводить анализы всей номенклатуры нефтепродуктов (топливо, масло, смазки, специальные жидкости) по 43 показателям качества, а также более 120 лабораторий складов (баз) горючего и авиационно-технических частей (далее – войсковые лаборатории), способных проводить анализы нефтепродуктов по 18 показателям качества.

Важнейшей задачей любой испытательной лаборатории является получение достоверных результатов. Лаборатория должна гарантировать качественное проведение испытаний и располагать процедурами демонстрации своей способности стабильно получать результаты испытаний с требуемой точностью [1].

В международной практике признано, что наиболее действенной формой подтверждения испытательной лабораторией качества результатов измерений является участие в межлабораторных сравнительных испытаниях (МСИ) [2]. Проверка квалификации испытательной лаборатории посредством МСИ является одной из форм управления качеством результатов испытаний [3] и подтверждения технической компетентности лаборатории при аккредитации и инспекционном контроле [1], а также средством повышения качества результатов испытаний, получаемых в лаборатории.

В лабораториях горючего Вооруженных Сил РФ МСИ нефтепродуктов проводятся более 50 лет, с начала 1960-х годов. МСИ нефтепродуктов, проводимые в Министерстве обороны, а затем и в системе лабораторий горючего гражданской авиации, длительное время были единственным способом, позволяющим выявлять погрешности испытаний, их причины, а также осуществлять выбор мер по их значительному уменьшению и даже исключению отдельных типов погрешностей.

Информация, получаемая в процессе МСИ нефтепродуктов, неоднократно позволяла находить недостатки применяемых методик испытаний, совершенствовать их или даже заменять на принципиально новые (изм. № 1 к ГОСТ 5985-79; ГОСТ В 17145-82; ГОСТ 17147-80). Организатором проведения МСИ в Вооруженных силах РФ в течение всего этого времени был и остается ФАУ «25 ГосНИИ химмотологии Минобороны России».

В настоящее время порядок проведения и алгоритм обработки результатов МСИ в лабораториях Министерства обороны РФ определены в «Инструкции по контролю точности испытаний горючего», утвержденной в 1990 году [4]. Однако данная Инструкция потеряла актуальность в связи с выпуском стандартов серии ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений», а также рекомендаций Росстандарта по МСИ [3] и [5]. Поэтому возникла необходимость внесения изменения в порядок проведения и алгоритм обработки результатов МСИ, проводимых в лабораториях горючего Министерства обороны РФ.

На основании анализа рекомендаций Росстандарта [3], [5], а также сложившейся практики проведения МСИ с лабораториями горючего Министерства обороны РФ была предложена новая организационная схема и алгоритм обработки результатов.

В связи с тем, что лаборатории горючего Министерства обороны РФ по своим производственным возможностям делятся на две категории – лаборатории горючего военных округов, контролирующие качество нефтепродуктов в объеме полного анализа, и войсковые лаборатории, контролирующие качество нефтепродуктов в объеме контрольного анализа, было принято решение организовать МСИ на двух уровнях.

На первом уровне координатором МСИ является ФАУ «25 ГосНИИ химмотологии Минобороны России», а участниками являются лаборатории горючего военных округов. МСИ первого уровня организуются и проводятся один раз в два года (рис. 1).

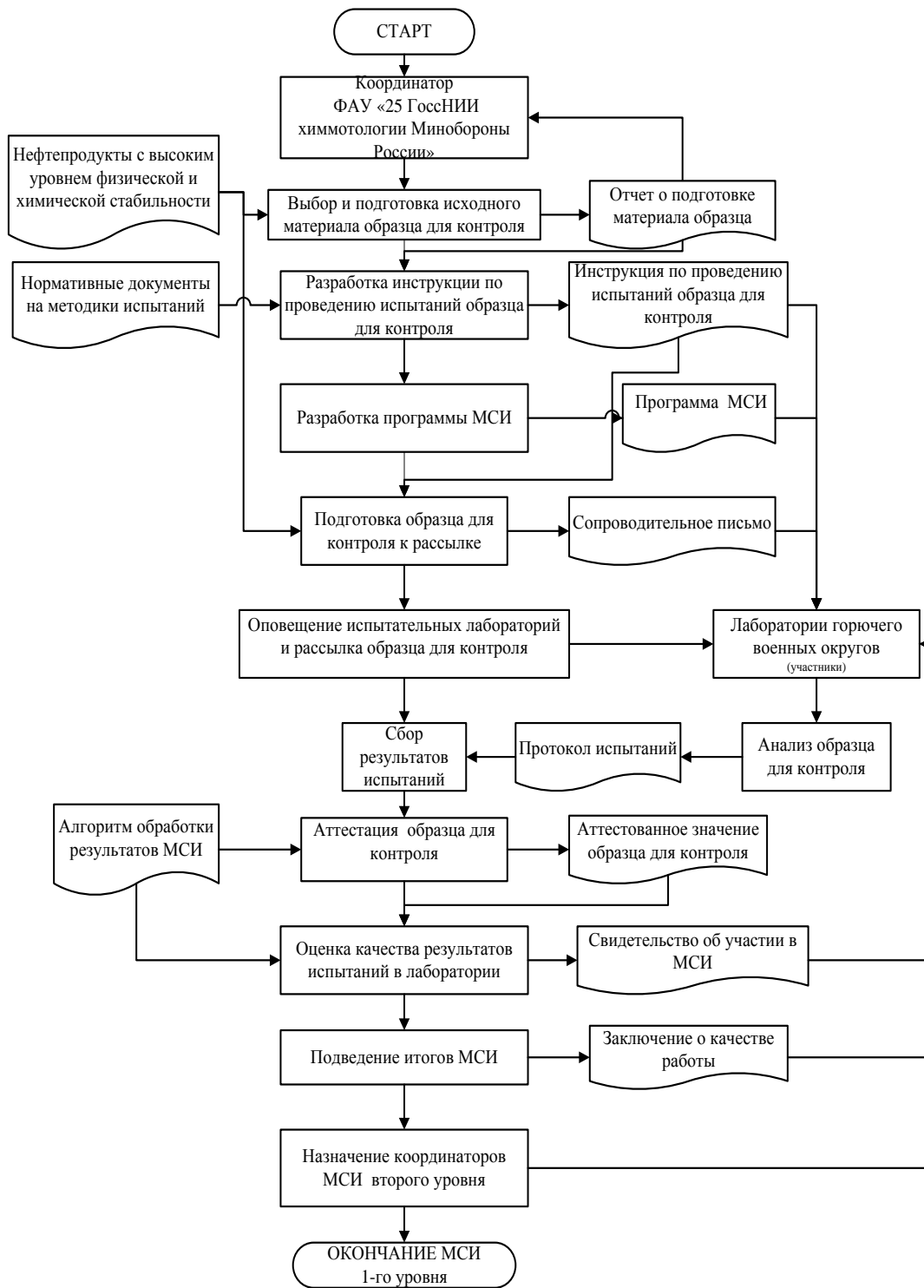


Рис. 1. Порядок проведения МСИ в лабораториях горючего Министерства обороны РФ на первом уровне.

По результатам МСИ первого уровня ФАУ «25 ГосНИИ химмотологии Минобороны России» назначает координаторов МСИ второго уровня из числа лабораторий горючего военных округов после подтверждения их технической компетентности в подготовке и реализации программ МСИ в соответствии с [6]. Проверка технической компетентности координаторов МСИ второго уровня проводится группой аудиторов ФАУ «25 ГосНИИ химмотологии Минобороны России» в виде:

- экспертизы представленной документации (аттестат аккредитации, область аккредитации, Положение о лаборатории, Паспорт лаборатории, Руководство по качеству);

- оценки готовности лаборатории к реализации программ МСИ (с выездом в лабораторию).

На втором уровне координаторами МСИ являются лаборатории горючего военных округов, а участниками – войсковые лаборатории горючего. МСИ второго уровня организуются и проводятся ежегодно (рис. 2).

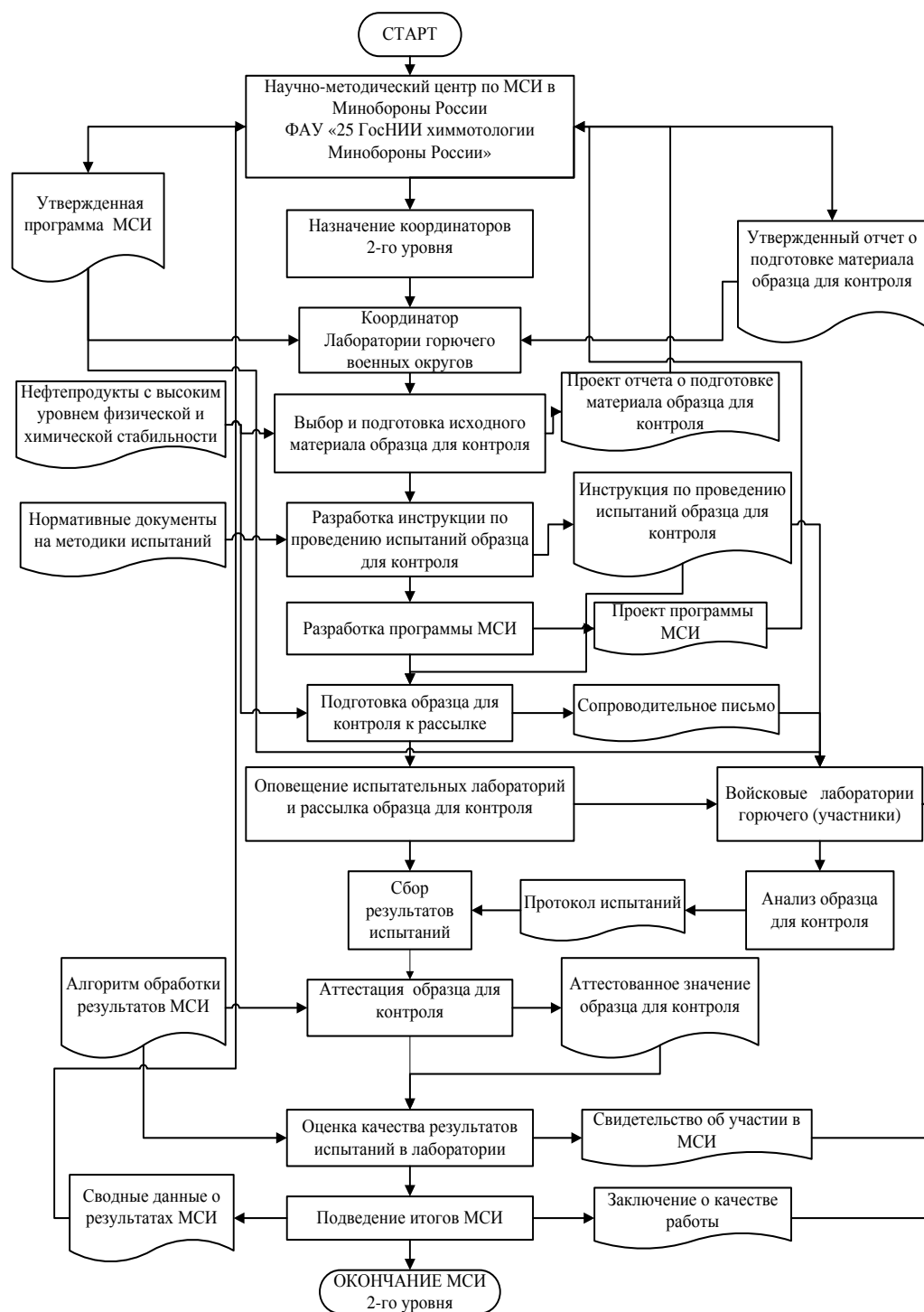


Рис. 2. Порядок проведения МСИ в лабораториях горячего Министерства обороны РФ на втором уровне.

В качестве образцов для контроля в ходе МСИ используют товарные нефтепродукты, имеющие достаточный уровень физической и химической стабильности – дизельное топливо, топливо для реактивных двигателей (авиационный керосин), моторные и авиационные масла и т. п. Образец для контроля может представлять собой:

- нефтепродукт с естественным уровнем значений контролируемого показателя качества;
- нефтепродукт, в котором естественный уровень контролируемого показателя качества изменен путем обработки (разбавление, смешение с другим нефтепродуктом и т. п.).

Основными критериями при выборе конкретного нефтепродукта в качестве образцов для контроля являются:

- необходимость прослеживания динамики изменения качества испытаний одних и тех же нефтепродуктов по одним и тем же показателям;
- устранение выявленных в процессе ранее проведенных МСИ фактов неудовлетворительного качества проведения испытаний;
- использование нефтепродуктов с максимально широким перечнем контролируемых

показателей качества;

- использование тех нефтепродуктов, которые чаще всего анализируются в испытательных лабораториях-участницах МСИ.

Как правило, для того чтобы охватить контролем все (или большинство) методов испытаний, освоенных в испытательных лабораториях, для проведения МСИ лабораториями Министерства обороны РФ используются нефтепродукты разных типов, например, в лаборатории могут направляться образцы дизельного топлива и моторного масла, или авиационного керосина и гидравлической жидкости.

Аттестованные значения образца для контроля и доверительные границы погрешности аттестованных значений устанавливаются в процессе проведения МСИ в соответствии с алгоритмом, представленном на рис. 3 [7].

Оценку результатов каждой испытательной лаборатории проводят по алгоритму, представленному на рис. 4 [7].

В МСИ принимало участие 20 лабораторий горючего военных округов (таблица). В качестве примера реализации разработанных алгоритмов представлены результаты аттестации образца топлива ТС-1 и оценки качества испытаний в лабораториях-участницах по показателю «температура вспышки в закрытом тигле».

Экспериментальные данные, полученные испытательными лабораториями в ходе проведения МСИ при определении температуры вспышки в закрытом тигле по ГОСТ 6356 в топливах для реактивных двигателей ТС-1

Шифр ИЛ	$X_{(i)}, ^\circ\text{C}$	$d0_i, ^\circ\text{C}$	$U_i$	$w_i$	$dl_i, ^\circ\text{C}$
1	2	3	4	5	6
1 ОЛ	36.5	3.35	0.64	0.342	3.08
2 ОЛ	40.0	0.15	0.03	0.998	0.42
3 ОЛ	38.0	1.85	0.36	0.763	1.58
4 ОЛ	39.7	0.15	0.03	0.998	0.12
5 ОЛ	39.5	0.35	0.07	0.991	0.08
6 ОЛ	42.0	2.15	0.41	0.687	2.42
7 ОЛ	40.0	0.15	0.03	0.998	0.42
8 ОЛ	40.5	0.65	0.13	0.969	0.92
9 ОЛ	38.0	1.85	0.36	0.763	1.58
10 ОЛ	40.0	0.15	0.03	0.998	0.42
11 ОЛ	46.0	6.15	1.18	0	6.42
12 ОЛ	39.0	0.85	0.16	0.947	0.58
13 ОЛ	40.0	0.15	0.03	0.998	0.42
14 ОЛ	41.0	1.15	0.22	0.905	1.42
15 ОЛ	40.0	0.15	0.03	0.998	0.42
16 ОЛ	36.0	3.85	0.74	0.204	3.58
17 ОЛ	39.5	0.35	0.07	0.991	0.08
18 ОЛ	38.0	1.85	0.36	0.763	1.58
19 ОЛ	41.0	1.15	0.22	0.905	1.42
20 ОЛ	38.0	1.85	0.36	0.763	1.58

По формуле (3) (здесь и далее см. рис. 3) вычисляем медиану результатов  $\tilde{X}$  ( $\tilde{X} = 39.85^\circ\text{C}$ ).

По формуле (4) вычисляем абсолютное отклонение результатов измерений от медианы  $d0_i$  (таблица, столбец 3) и отличные от нуля абсолютные отклонения результатов измерений от медианы упорядочиваем по возрастанию.

Так как общее число абсолютных отклонений результатов измерений от медианы четное, то по формуле (6) вычисляем медиану абсолютных ненулевых отклонений  $MAD0$  ( $MAD0 = 1^\circ\text{C}$ ).

По формуле (7) вычисляем величину критического отклонения результатов от медианы  $C_k$  ( $C_k = 3^\circ\text{C}$ ).

Так как имеются три значения  $d0_i$  ( $d0_1 = 3.35$ ;  $d0_{11} = 6.15$ ;  $d0_{16} = 3.5$ ), превышающие величину критического отклонения результатов от медианы  $C_k$ , то для вычисления аттестованного значения проводим расчет весовых коэффициентов каждого полученного результата по формулам (8)–(10) (таблица, столбцы 4, 5).

По формуле (11) вычисляем аттестованное значение образца для контроля  $\tilde{A}$  ( $\tilde{A} = 39.58^\circ\text{C}$ ).

По формуле (12) вычисляем абсолютное отклонение результатов измерений от аттестованного значения  $dl_i$  (таблица, столбец 6) и отличные от нуля абсолютные отклонения результатов измерений от аттестованного значения упорядочиваем по возрастанию.

Так как общее число абсолютных отклонений результатов измерений от аттестованного значения четное, то по формуле (14) вычисляем медиану абсолютных ненулевых отклонений  $MAD1$  ( $MAD1 = 1.17^\circ\text{C}$ ).

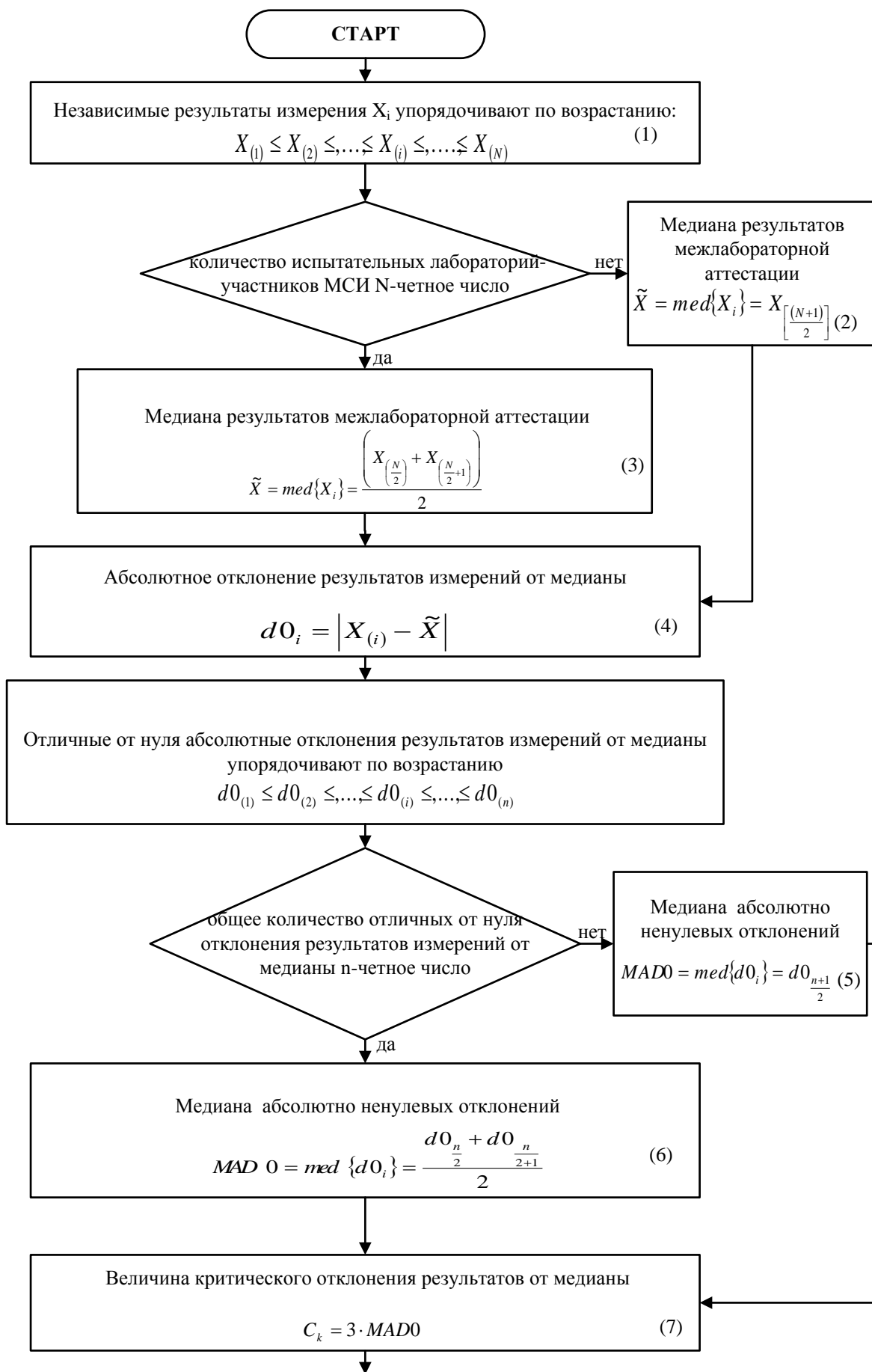
По формуле (15) вычисляем среднеквадратическое отклонение результатов межлабораторной аттестации  $S_{\tilde{A}}$  ( $S_{\tilde{A}} = 1.73^\circ\text{C}$ ).

По формуле (16) вычисляем характеристику погрешности межлабораторной аттестации  $\Delta_{\tilde{A}}$  ( $\Delta_{\tilde{A}} = 0.86^\circ\text{C}$ ).

Аттестованное значение образца для контроля (топливо для реактивных двигателей ТС-1) составляет  $39.6^\circ\text{C}$ , погрешность аттестованного значения  $0.9^\circ\text{C}$ .

Для оценки качества испытаний в лабораториях-участницах МСИ по формулам (17)–(19) (см. рис. 4) проверяем расчет среднего квадратического отклонения результатов анализа  $S$  ( $S = 2.12^\circ\text{C}$ ) и норматива контроля воспроизводимости  $K$  ( $K = 2.18^\circ\text{C}$ ). Так как рассчитанное значение  $S$  меньше норматива контроля  $K$ , то случайная погрешность во всех испытательных лабораториях-участницах МСИ была признана удовлетворительной.

По формуле (20) рассчитываем среднее квадратическое отклонение результатов испытаний от аттестованного значения образца для контроля  $S_{\Delta}$  ( $S_{\Delta} = 2.121^\circ\text{C}$ ).



(продолжение)

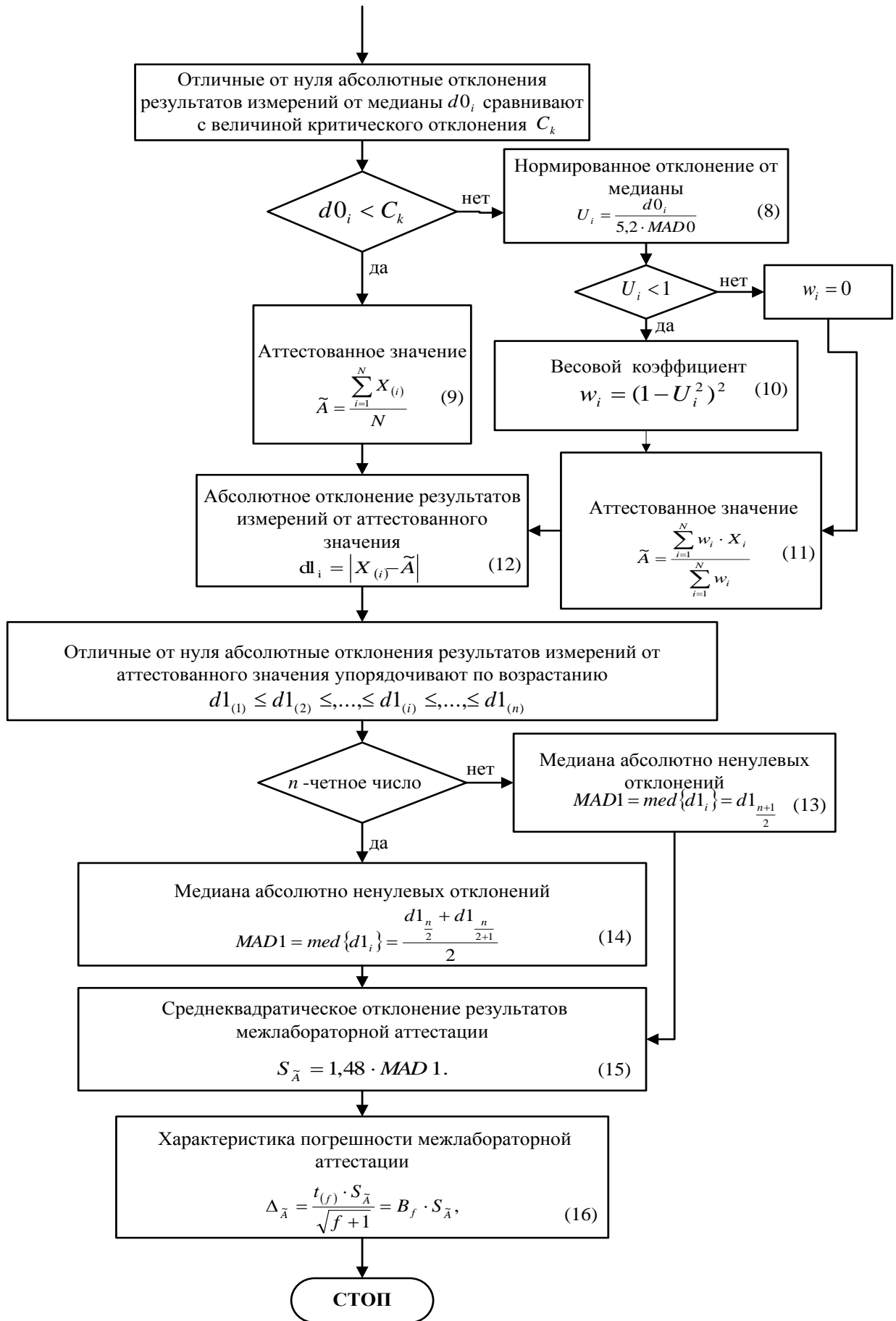


Рис. 3. Алгоритм аттестации образца для контроля.

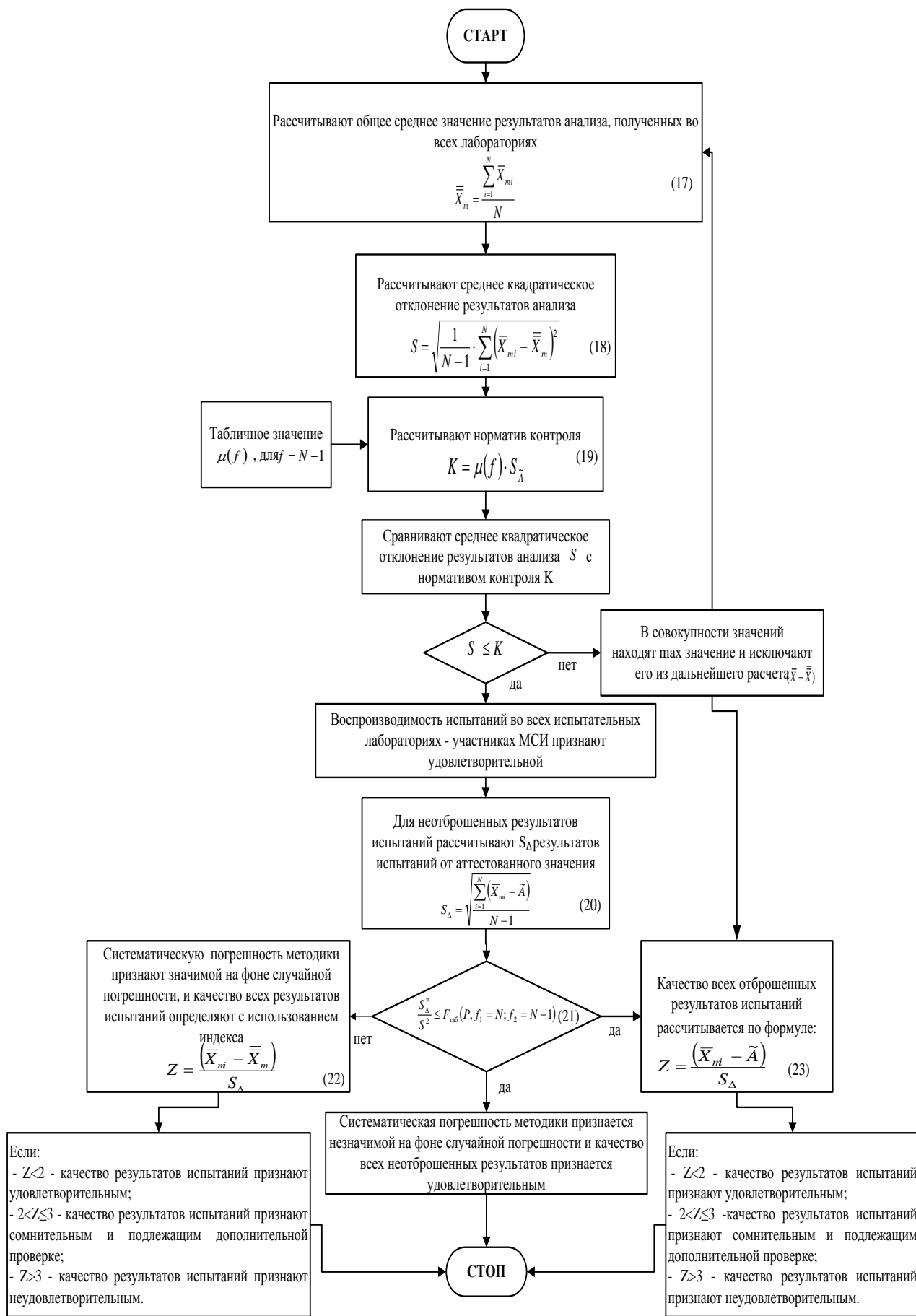


Рис. 4. Порядок оценки результатов испытательной лаборатории.

Так как отношение  $\frac{s_{\Delta}^2}{s^2} \left( \frac{s_{\Delta}^2}{s^2} = 1.0 \right)$  меньше значения критерия Фишера двухстороннего ( $F(P = 0.95; f_1 = 20; f_2 = 19) = 2.51$ ), то систематическая погрешность испытаний в лабораториях-участницах признается удовлетворительной.

Представленный алгоритм обработки результатов и процедуры проведения МСИ гармонизированы с требованиями рекомендаций Росстандарта [3, 5], что позволяет рассматривать ведомственную систему Министерства обороны РФ как часть общероссийской системы меж-

лабораторных сравнительных испытаний. Кроме того, предложенные организационные процедуры учитывают особенности функционирования лабораторий горючего и позволят реализовать современные общероссийские требования к проведению МСИ в Министерстве обороны РФ. Реализация нового порядка и проведения и алгоритма обработки результатов МСИ даст возможность сопоставлять качество испытаний в лабораториях горючего Министерства обороны РФ и в лабораториях организаций нефтепродуктообеспечения.

#### ЛИТЕРАТУРА:

1. Панева В.И. Роль МСИ в обеспечении качества аналитических измерений, используемых в области оценки соответствия // Стандартные образцы. 2009. № 3. С. 3–14.
2. Трубачева Л.В., Лоханина С.Ю. Межлабораторные сравнительные испытания как средство подтверждения технической компетентности лабораторий Удмуртской республики, проводящих испытания нефти // Вестник Удмуртского университета. 2011. № 1. С. 99–110.
3. Р 50.4.006-2009. Рекомендации по аккредитации. Межлабораторные сравнительные испытания при аккредитации и инспекционном контроле испытательных лабораторий. Методика и порядок проведения. М.: Стандартинформ, 2009. 41 с.
4. Методические рекомендации по химмотологии № 280. М.: ФАУ «25 ГосНИИ химмотологии Минобороны России», 1990. 39 с.
5. Р 50.2.011. Рекомендации по метрологии. Государственная система обеспечения единства измерений. Проверка квалификации испытательных (измерительных) лабораторий, осуществляющих испытания веществ, материалов и объектов окружающей среды (по составу и физико-химическим свойствам), посредством межлабораторных сличений. М.: Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии, 2005. 54 с.
6. ГОСТ Р 8.692-2009. Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к компетентности провайдеров проверок квалификации испытательных лабораторий посредством межлабораторных сравнительных испытаний. М.: Стандартинформ, 2010. 32 с.
7. ГОСТ 8.532-2002. Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ. Минск: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 2002. 9 с.

## INTER-LABORATORY COMPARATIVE TESTING OF PETROLEUM PRODUCTS IN TEST LABORATORIES OF RUSSIAN DEFENSE MINISTRY

**K.V. Shatalov<sup>®</sup>, I.I. Sorokovova**

*FAA "25 GosNII of Chemmotology at the Ministry of Defense of Russia", Moscow, 121467 Russia*

<sup>®</sup> *Corresponding author e-mail: shkv2006@rambler.ru*

*The paper contains the procedure of performing and the algorithm of processing the results of comparative tests conducted in petroleum laboratories of the Russian Defense Ministry. Presented herewith is an example of calculations made during attestation of samples for the purpose of control and evaluation of quality of test results obtained in the course of inter-laboratory comparative tests.*

**Keywords:** *Inter-laboratory comparative tests, testing laboratory, test results, evaluation of quality, petroleum products.*