

УДК 006.91:(620.1.05+543).519.2

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИСПЫТАТЕЛЬНОГО ОБОРУДОВАНИЯ АНАЛИТИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПРЯМЫХ И КОСВЕННЫХ МЕТОДОВ ОЦЕНКИ НОРМИРУЕМЫХ ТОЧНОСТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК

В.П.Ёлтышев, А.С.Тетюрев
ФГУП Уральский научно-исследовательский институт
620000, Екатеринбург, Красноармейская 4, ГСП-824
alex@uniim.ru

Поступила в редакцию 14 июня 2005 г.

В статье рассмотрены основные подходы к метрологическому обеспечению испытательного оборудования аналитических лабораторий с использованием прямых и косвенных методов оценки нормируемых точностных характеристик.

Ёлтышев Валерий Петрович – старший научный сотрудник ФГУП УНИИМ.

Область научных интересов: метрологическое обеспечение технических средств аналитических лабораторий, аккредитация аналитических лабораторий.

Автор более 40 опубликованных работ.

Тетюрев Алексей Станиславович – инженер 1-ой категории ФГУП УНИИМ.

Область научных интересов: метрологическое обеспечение технических средств аналитических лабораторий, аккредитация аналитических лабораторий.

Автор 13 опубликованных работ

Ценность результата химического анализа зависит от степени достоверности, которую можно от него ожидать. Как показывает практика, почти все химики-аналитики принимают принципы обеспечения качества, которые хотя и не гарантируют в настоящее время качество выдаваемых результатов измерений, но, будучи серьезно обоснованными, увеличивают надежность этих результатов.

Подобающее обеспечение качества дает возможность лаборатории показать, что она имеет условия и оборудование, достаточные для проведения химического анализа, и что все работы выполняются компетентным персоналом в контролируемых условиях и в соответствии с документально подтвержденными аттестованными методиками [1].

В связи с увеличением доли автоматизации всех процессов в производстве продукции, контроле ее качества возникает необходимость в более пристальном внимании к техническим средствам, которые все больше и больше заменяют руки человека.

Повсеместное внедрение систем менеджмента измерений в соответствии с [2] позволяет в пол-

ной мере оценить весь парк имеющихся технических средств и грамотно управлять им для обеспечения достоверности получаемых результатов измерений. Данная система является весьма важным инструментом для достижения целей, связанных с улучшением качества продукции.

Основной задачей метрологических служб будет являться метрологическое обеспечение технических средств и непрерывный контроль за их применением.

В данной статье будут рассмотрены проблемы метрологического обеспечения испытательного оборудования, используемого аналитическими лабораториями.

К испытательному оборудованию относятся технические устройства, предназначенные для воспроизведения условий испытаний продукции [3]. Условия испытаний, как совокупность воздействующих внешних факторов, регламентируются техническими условиями (ТУ) на продукцию, а допустимые диапазоны режимов испытаний и требования к точности их установления (регулирования) указаны в нормативной документации (НД) на методы испытаний.

Присвоение конкретной единице оборудования статуса испытательного производят исходя из его назначения – воспроизведение условий испытаний. Например, испытания нефтепродуктов включают в себя определение вязкости при температуре + 100 °С с помощью капиллярных вискозиметров в жидкостной бане (термостате). В данном случае баня относится к испытательному оборудованию. Условия испытаний + 100°С, допустимый диапазон отклонений температуры $\pm 0,5$ °С.

Испытательное оборудование, находящееся в аналитической лаборатории, должно быть введено в эксплуатацию в соответствии с требованиями эксплуатационной документации [4], что должно быть подтверждено записью в паспорте конкретного экземпляра оборудования или актами введения в эксплуатацию (протоколами или др. способом).

Испытательное оборудование в процессе эксплуатации подлежит регламентному техническому обслуживанию, включая регулировки и настройки, а также первичной и периодической аттестации. Порядок проведения аттестации и организация работ установлены в [5].

Программа первичной и методика периодической аттестации испытательного оборудования разрабатываются и утверждаются предприятием, в структуру которого входит аналитическая лаборатория. Согласование этих документов при

необходимости осуществляется с региональными представительствами Агентства по техническому регулированию и метрологии РФ.

Программа и методика аттестации (совмещенные в одном документе) оборудования должны содержать следующие разделы:

- область применения;
- перечень аттестуемых характеристик;
- средства аттестации;
- условия аттестации;
- проверка требований безопасности;
- порядок экспериментальных работ и алгоритмы расчета;
- оформление результатов аттестации.

Номенклатура проверяемых характеристик при аттестации испытательного оборудования выбирается в соответствии с методикой испытаний, методикой выполнения измерений (МВИ) или согласно технической документации на оборудование. Основной интерес, с точки зрения оценки точностных характеристик испытательного оборудования, представляют порядок проведения экспериментальных работ и алгоритмы расчета точностных характеристик.

В силу того, что часто к испытательному оборудованию аналитических лабораторий относят термонагревательные устройства, центрифуги, прессы, то проверка нормированных точностных характеристик будет заключаться в их непосредственной оценке. На сегодняшний момент существует два алгоритма оценки этих характеристик: метод прямых измерений параметров воспроизводимых характеристик и метод косвенной оценки с использованием алгоритмов контроля погрешности результатов (МВИ).

При реализации процедур, указанных в программе и методике аттестации, как правило, применяют методы прямых измерений для установления диапазона аттестуемых технических характеристик и определения точностных характеристик оборудования (измерения температуры, давления, частоты вращения и пр.). По сути, проверяется соответствие фактических режимов работы испытательного оборудования требуемым.

Однако, в тех случаях, когда испытательное оборудование, которое по своей конструкции не позволяет демонтировать встроенные в него средства измерений для поверки или установить внутри рабочие эталоны для прямых измерений параметров воспроизводимых условий испытаний, может быть реализован способ альтернативной оценки соответствия точностных характеристик требованиям нормативной или технической

документации. Экспериментальная проверка этого соответствия осуществляется с использованием алгоритмов контроля погрешности результатов измерений с помощью стандартных образцов или аттестованных смесей.

В случае реализации метода прямых измерений точностных характеристик испытательного оборудования, как правило, используются средства измерения прямого применения [6], которые позволяют контролировать непосредственно выходной сигнал в тех единицах, в которых точностные характеристики нормируются. В этом случае испытательное оборудование выводят на требуемые режимы работы. Средства измерений или их датчики размещают непосредственно в рабочей зоне испытательного оборудования в точках, которые в полной мере позволяют оценить точностные характеристики. Проводят измерения точностных характеристик испытательного оборудования. Количество измерений, необходимых для достоверной оценки точностных характеристик, устанавливают при разработке программы и методики аттестации испытательного оборудования или регламентируют исходя из времени проведения испытания в соответствии с НД МВИ. В процессе измерений регистрируются показания штатных приборов испытательного оборудования одновременно с показаниями контрольных средств измерений.

Вычисляют отклонения полученных результатов от контрольных значений по формуле:

$$\Delta_j = |I_j - I_k|, \quad (1)$$

где I_j - результат измерения, полученный в j -той точке рабочего пространства оборудования; I_k - значение по показаниям контрольного средства измерения.

Полученные значения не должны превышать значений, указанных в технической документации на испытательное оборудование или значений, установленных в программе и методике аттестации испытательного оборудования.

Если оценку точностных характеристик необходимо провести в относительном виде, то формула (1) примет вид:

$$\Delta_j = \frac{|I_j - I_k|}{I_k} \cdot 100\%. \quad (2)$$

При оценке точностных характеристик испытательного оборудования с использованием алгоритмов контроля погрешности результатов методик выполнения измерений могут применяться следующие средства измерений:

- стандартные образцы (СО) состава или (и)

свойств материалов по [7], типы СО, применяемые для контроля точности измерений, указаны в НД МВИ, в которых применяется аттестуемое оборудование;

- аттестованные смеси (АС), приготовленные в соответствии с [8], состав АС указывается в НД МВИ в разделе контроля погрешности (точности);
- средства измерений, указанные в НД МВИ;
- химические реактивы согласно НД МВИ;
- средства измерений (СИ) в составе аттестуемого оборудования.

Для оценки точностных характеристик с использованием образцов для контроля применяют СО или АС, типы которых указаны в НД МВИ в разделе «Контроль точности результатов измерений». Алгоритм оценки в этом случае следующий:

Испытательное оборудование выводят на требуемые режимы работы. СО размещают в рабочем пространстве согласно инструкции по эксплуатации оборудования или в соответствии НД МВИ. Далее проводят обработку образцов по режимам (в условиях), указанным в НД МВИ. Полученные после обработки формы (пробы) подвергают измерениям в соответствии с МВИ. Измерения осуществляют с помощью СИ, указанных в НД МВИ. Результаты измерений представляют согласно НД МВИ.

Вычисляют отклонения полученных результатов от аттестованных значений СО (АС) по формуле:

$$\Delta_j = |X_j - C| \quad (1)$$

где X_j - результат измерения, полученный в j -той точке рабочего пространства оборудования; C - аттестованные значения СО (АС).

Полученные значения Δ_j сравнивают с величиной K

$$\Delta_j \leq K, \quad (4)$$

где K - норматив контроля погрешности, который указан в свидетельстве об аттестации МВИ.

При выполнении неравенства (4) следует, что оцениваемые точностные характеристики не вносят значимой систематической погрешности в результат измерений. Таким образом, условия и режимы работы испытательного оборудования удовлетворяют требуемым.

Если условие (4) не выполняется, что свидетельствует о наличии источников систематических погрешностей, эксперимент повторяют, увеличив число образцов вдвое. При повторном превышении указанного норматива результаты оценки точностных характеристик считают неудовлетворительными, а условия и режимы ра-

боты испытательного оборудования не удовлетворяют требуемым.

Для оценки точностных характеристик с использованием метода добавок необходимо подготовить рабочие пробы для анализа. Провести обработку, выполнить измерения, определить контролируемый показатель в пробах согласно НД МВИ.

В оставшиеся от анализа пробы делают добавки C (добавка должна составлять (50-150) % от содержания анализируемого компонента в пробе). Пробы с добавками обработать, так же, как предыдущие пробы на том же оборудовании. После обработки выполнить измерения согласно НД МВИ.

Рассчитывают значение величины K_x по формуле:

$$K_x = X^* - X - C, \quad (5)$$

где X^* – содержания определяемого компонента в пробе с известной добавкой; X – содержания определяемого компонента в пробе без добавки (холостая проба); C – значение введенной добавки.

Проверяют неравенство:

$$K_x \leq K_d, \quad (6)$$

где K_d – характеристика погрешности для доверительной вероятности $P=0.95$, которую рассчитывают по формуле

$$K_d = \sqrt{(\Delta_{x^*})^2 + (\Delta_x)^2}, \quad (7)$$

где Δ_{x^*} , Δ_x – значения погрешности результатов измерений, соответствующие содержанию компонента в пробе с добавкой и рабочей пробе.

Решение о соответствии точностных характеристик требуемым принимают так же, как в случае с использованием образцов для контроля.

Документальное подтверждение положительных результатов первичной аттестации испытательного оборудования представляется протоколом первичной аттестации, который должен содержать экспериментальные данные и выводы по всем пунктам программы аттестации. Протокол подписывают члены комиссии.

На основании протокола первичной аттестации испытательного оборудования оформляют аттестат в соответствии с [5], который подписывает руководитель предприятия, проводившего аттестацию.

Периодическая аттестация проводится в сроки, рекомендованные комиссией или указанные в методике периодической аттестации испытательного оборудования. Периодическая аттестация проводится лабораторией с привлечением метрологической службы предприятия и других специалистов. Протокол периодической аттестации утверждает руководитель предприятия.

Аттестаты, протоколы аттестации хранятся в лаборатории. На испытательном оборудовании укрепляется шильдик с указанием сроков периодической аттестации. В лаборатории также должны находиться программа первичной и методика периодической аттестации испытательного оборудования.

Таким образом, представленные алгоритмы позволяют в полной мере оценить точностные характеристики испытательного оборудования. В первую очередь, стоит отметить, что метод косвенной оценки с использованием СО и АС позволяет аттестовать испытательное оборудование без демонтажа его составляющих, что в свою очередь продлевает срок эксплуатации оборудования и сохраняет его целостность, что непосредственно влияет на воспроизводимость условий испытаний, не говоря об экономических аспектах дела. Особенно эти алгоритмы актуальны для сложных испытательных стендов или установок, где количество воспроизводимых параметров испытаний достаточно велико.

ЛИТЕРАТУРА

- ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2000 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: ИПК Издательство стандартов, 2002. 24 с.
- ISO 10012:2003 Системы менеджмента измерений. Требования к измерительным процессам и измерительному оборудованию. М.: Госстандарт России, 2004. 36 с.
- ГОСТ 16504-81. Система государственных испытаний продукции. Испытания и контроль качества продукции. Основные термины и определения. М.: Издательство стандартов, 1981. 28 с.
- ГОСТ 2.601-95 Единая система конструкторской документации. Эксплуатационная документация. М.: ИПК Издательство стандартов, 2001. 41 с.
- ГОСТ Р 8.568-97 Государственная система обеспечения единства измерений. Аттестация испытательного оборудования. М.: ИПК Издательство стандартов, 1997. 6 с.
- РМГ 29-99 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения. М.: ИПК Издательство стандартов, 2000. 46 с.
- ГОСТ 8.315-97 Государственная система обеспе-

чения единства измерений. Стандартные образцы. Основные положения. М.: ИПК Издательство стандартов, 1998. 20 с.

8. РМГ 60-2003 «Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке. М.: ИПК Издательство ста

* * * * *

METROLOGICAL SUPPORT OF ANALYTICAL LABORATORY TEST EQUIPMENT USING DIRECT AND INDIRECT METHODS TO ASSESS THE ACCURACY CHARACTERISTICS TO BE STANDARDIZED

V.P. Eltyshev, A.S. Tetjurev

The article considers the basic approaches to metrological support of analytical laboratory test equipment with the use of direct and indirect methods to assess the accuracy characteristics to be standardized.
