

7. Монин А.С. Статистическая гидромеханика. Теория турбулентности / А.С. Монин, А.М. Яглом. – СПб: Гидрометеиздат, 1992. – 618 с.
8. Рахметуллина С.Ж. Численное решение задачи распространения примеси с учетом фотохимических / С.Ж. Рахметуллина, Е.М. Турганбаев, А. Куанышева // Вестник ВКГТУ. – 2009. – № 3. – Усть-Каменогорск: ВКГТУ им. Д. Серикбаева, 2009.

Получено 02.02.10

УДК 006.86

Г.А. Реутова

ВКГТУ им. Д. Серикбаева, г. Усть-Каменогорск

**ИННОВАЦИОННАЯ МЕТРОЛОГИЯ В ПРИМЕНЕНИИ К КОНТРОЛЮ НЕФТЕПРОДУКТОВ
В НИЦ «САТиМ» ВКГТУ им. Д. СЕРИКБАЕВА**

Вступление Казахстана в мировое сообщество требует реструктуризации и гармонизации национальной системы технического регулирования с целью перехода на международную практику работ в области оценки соответствия результатов испытаний продукции нормативным показателям.

Актуальность вопросов точности и достоверности оценки свойств объектов испытаний существенно возрастает в случаях, когда испытания проводят для оценивания свойств отдельных категорий продукции, имеющей особое значение. К такой продукции, в частности, относятся нефтепродукты, используемые как эксплуатационные автомобильные материалы. Отклонение фактических значений параметров топлива и смазочных материалов от установленных норм влечет снижение эффективности работы автотранспорта, с повышением доли вредных веществ в отработавших газах. Надёжность, долговечность, экономичность автомобилей и экология окружающей среды зависят от качества нефтепродуктов при эксплуатации техники. Поэтому поступление на рынок топлива со специфическими свойствами требует систематического контроля на возможность его использования с учетом требований охраны окружающей среды.

Контроль качества топлива на соответствие требованиям нормативной документации выполняется в специализированных аккредитованных испытательных лабораториях, в частности в научно-производственном центре по сертификационным испытаниям автомобильных топлив и масел - «САТиМ» ВКГТУ им. Д. Серикбаева, возглавляемого профессором, доктором технических наук Ж.О. Кульсеитовым.

Технический прогресс в нефтеперерабатывающей промышленности позволил значительно улучшить качество бензинов, дизельных топлив. Возросло производство высокоэффективных моторных и трансмиссионных масел, пластических смазок и других нефтепродуктов, значительно изменился ассортимент нефтепродуктов, вырабатываются новые высококачественные сорта масел для бензиновых и дизельных двигателей. Одной из важных задач химмотологии – науки об эксплуатационных свойствах, качестве и рациональном применении в технике топлива, смазочных материалов и специальных жидкостей – является создание методов квалификационной оценки нефтепродуктов и совершенствование методов их испытаний [1].

Вопрос оценивания соответствия показателей качества бензинов, дизельных топлив, масел (моторных, трансмиссионных, промышленных) установленным нормам имеет практическую значимость. Оценивание проводится применительно к бензинам, реализуемым по г. Усть-Каменогорску и Восточно-Казахстанской области в рамках природо-

охранных программ по заказу Государственного учреждения «Управление природных ресурсов и регулирования природопользования Восточно-Казахстанской области».

В настоящее время в связи с возрастающей ролью результатов испытаний автомобильных бензинов при оценивании соответствия их нормативным документам, проблема их метрологического обеспечения приобретает все более важное значение. Постоянно растут требования к качеству испытаний, поскольку на их основе применяются решения о запрете реализации бензинов. Это решение, как правило, влечет существенные материальные издержки и финансовые потери хозяйствующих объектов. Точность и достоверность результатов измерений в соответствии с требованиями СТ РК ИСО/МЭК 17025 количественно отражена неопределённостью результата испытаний нефтепродуктов, рассчитанную на основе концепции неопределённости, тем самым исключая погрешность как показатель отклонения результата измерения от истинного значения измеряемой величины.

В соответствии с [2] «неопределённость» является единственной признанной на международном уровне мерой доверия к результатам измерений как следствие развития теоретической инновационной метрологии.

Следует заметить, что уровень точности определяется критериями технической и экономической целесообразности. С одной стороны, увеличение точности измерения приводит к удорожанию самого измерения в несколько раз, с другой – снижение точности измерения в производстве ниже определенной нормы приводит к браку продукции или услуги. При назначении точности измерений важно также учитывать их значимость. В одних случаях недостаточная точность получаемой измерительной информации имеет небольшое или локальное значение, в других – играет исключительно важную роль: от точности измерений может зависеть научное открытие или жизнь и здоровье людей.

В связи с отсутствием в странах ВТО единого метода для оценивания точности измерений, возник технический барьер, связанный с противоречиями, обусловленными используемым в настоящее время методом оценивания точности на основе теории погрешности.

Актуальность выполненной работы заключается в устранении указанного технического барьера в Республике Казахстан путем внедрения единого метода для оценивания точности измерений на основе концепции неопределённости. Это способствует признанию результатов измерений на международном уровне. Для нефтепродуктов, подвергающихся контролю, выделены показатели, которые наиболее полно характеризуют его качество при периодическом контроле и поддержании на уровне в соответствии с требованиями нормативной документации. Итогом процесса испытаний является результат, который выражен в количественном или качественном виде с представлением в итоге оценки достоверности результата в виде стандартной суммарной и расширенной неопределённости с соответствующим уровнем доверия.

Научно-производственный центр «САТиМ» выполняет комплекс сертификационных испытаний: для бензинов – по 12 показателям, для дизельных топлив – по 16 показателям, для масел (моторных, трансмиссионных, турбинных, промышленных, компрессорных, для холодильных машин) - по 14 показателям.

В соответствии с требованиями СТ РК ИСО/МЭК 17025 в НПЦ «САТиМ» разработан и внедряется метод расчета неопределённости применительно к оцениванию точности результатов измерений основных нормативных показателей.

В действующих стандартах Республики Казахстан предложены методы испытаний нефтепродуктов по основным нормативным показателям, в которых обработка результатов измерений выполнена с использованием аппарата теории вероятностей, разработан-

ной Фишером. До настоящего времени при оценивании точности измерений используется погрешность в виде сходимости и воспроизводимости [3]. Однако модели погрешности, значения доверительных вероятностей и формирование доверительных интервалов в разных странах отличаются друг от друга. Это приводит к определенным трудностям при сличении результатов измерений, полученных в лабораториях разных стран. Поэтому для устранения этой проблемы ведущие международные метрологические организации, к которым присоединилась Республика Казахстан, предложили новую концепцию представления результатов измерений, содержащую правила для стандартизации, калибровки, аккредитации испытательных лабораторий метрологических служб с их описанием в документе «Руководство для выражения неопределенности измерений»[4].

Концепция неопределенности является результатом развития инновационной теоретической метрологии на основе математического аппарата теории Байеса и в настоящий момент наиболее полно отвечает современным требованиям технического прогресса. Широкое внедрение концепции неопределенности в различные области человеческой деятельности, такие, как медицина, аналитическая химия, охрана окружающей среды, способствует развитию новых направлений в анализе результатов измерений, создает основу для инновационных научных и прикладных исследований.

Основным положением концепции неопределенности является отказ от использования таких понятий, как истинное и действительное значения измеряемой величины, случайная и систематическая погрешности с введением нового термина «неопределенность» - параметра, связанного с результатом измерений и характеризующего дисперсию значений измеряемой величины.

При оценивании неопределенности результатов любых испытаний и исследований используются следующие основные понятия:

- Неопределенность измерения - это параметр, связанный с результатом измерения, который характеризует дисперсию значений, обоснованно приписанных измеряемой величине.
- Стандартная неопределенность – неопределенность результата измерений, выраженная в виде среднего квадратического отклонения.
- Суммарная стандартная неопределенность - стандартная неопределенность результата измерений, полученного через значения двух величин, равная положительному квадратному корню суммы членов, причем результат измерений изменяется при изменении этих величин.
- Расширенная неопределенность – величина, определяющая интервал вокруг результата измерений, в пределах которого, можно ожидать, находится большая часть распределения значений, которые с достаточным основанием могли бы быть приписаны измеряемой величине.
- Коэффициент охвата – числовой коэффициент, используемый как множитель суммарной стандартной неопределенности для получения расширенной неопределенности.

В общем виде алгоритм поэтапного расчета при разработке различных методик оценивания неопределенности измерений представлен в табл. 1 с учётом вида распределения вероятностей (табл. 2).

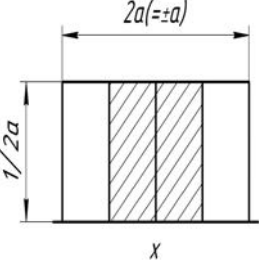
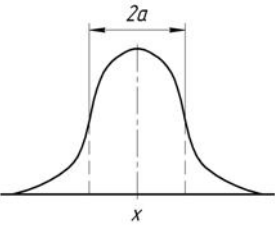
Таблица 1

Алгоритм поэтапного расчёта неопределённости измерений

Этап	Формулы для расчета	
1 Составление модели измерения	$Y = f(X_1, X_2, X_3, \dots, X_i)$, где X_i – входная величина	
2 Определение оценки измеряемой величины	$y = f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_i)$, где x_i – входная оценка для величины X_i	
3 Оценивание стандартной неопределённости	<p>Тип А:</p> $\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n q_k,$ $s^2(q_k) = \frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (q_k - \bar{q})^2,$ $s^2(\bar{q}) = \frac{s^2(q_k)}{n},$ $u(x_i) = u(\bar{q}) = s(\bar{q}),$ <p>где q_k - наблюдения величины X_i</p>	<p>Тип В:</p> $x_i = \frac{1}{2}(a_+ + a_-);$ <p>для нормального распределения:</p> $u(x_i) = 1,48a(p = 50\%),$ $u(x_i) = a(p = 68,3\%);$ <p>для прямоугольного распределения:</p> $u^2(x_i) = \frac{a^2}{3};$ <p>для треугольного распределения:</p> $u^2(x_i) = \frac{a^2}{6}$
4 Оценивание суммарной стандартной неопределённости	<p>Для независимых величин:</p> $u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N u_i^2(y),$ $u_i(y) = c_i u(x_i),$ $c_i = \left. \frac{\partial f}{\partial x_i} = \frac{\partial f}{\partial X_i} \right _{x_1, x_2, \dots, x_N}$	<p>Для коррелированных величин:</p> $u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i) +$ $+ 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N c_i c_j u(x_i) u(x_j) r(x_i, x_j)$
5 Определение расширенной неопределённости	$U = k \cdot u_c(y)$, где k - коэффициент охвата, $k_p = t_p(v_{eff})$; $v_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i}}$ - формула Велча-Саттерсвейта, для оценивания по типу А: $v = n - 1$; для оценивания по типу В: $v = \infty$. Приблизительный подход: $k = 2$ ($p = 95\%$); $k = 3$ ($p = 99\%$)	

Таблица 2

Виды распределения вероятностей

Форма	Случаи применения	Стандартная неопределенность
Прямоугольное распределение		
	<p>1 Об измеряемой величине известно, что ее значение наверняка лежит в определенной области и что каждое значение между границами этой области может с одинаковой вероятностью приниматься в расчет.</p> <p>2 Оценка дана в форме максимального диапазона ($\pm a$), и форма распределения неизвестна.</p>	$u(x) = \frac{a}{\sqrt{3}}$
Треугольное распределение		
	<p>1 Информация о величине x не так ограничена, как в случае прямоугольного распределения. Значения в центре интервала более вероятны, чем вблизи его границ.</p> <p>2 Оценка дана в форме максимального диапазона ($\pm a$), и форма распределения описывается симметричным распределением вероятностей.</p>	$u(x) = \frac{a}{\sqrt{6}}$
Нормальное распределение		
	<p>1 Оценка проводится исходя из повторных наблюдений случайной величины.</p> <p>2 Неопределенность дана в виде стандартного отклонения s или σ, относительного стандартного отклонения s/x или коэффициента вариации CV (%) без указания вида распределения.</p> <p>3 Неопределенность дана в виде 95 % (или иного) доверительного интервала ($x \pm c$) без указания вида распределения.</p>	$u(x) = s$ $u(x) = s$ $u(x) = x(s/x)$ $u(x) = \frac{CV\%}{100} \cdot x$ $u(x) = c/2$ <p style="text-align: center;">(при 95 %)</p> $u(x) = c/3$ <p style="text-align: center;">(при 99,7%)</p>

Оценка неопределенности по типу А – метод оценивания неопределенности путем статического анализа ряда наблюдений. Исходными данными являются результат много-

кратных измерений.

Оценка неопределенности по типу В – метод оценивания неопределенности заимствованных априорных величин. Правильное использование фонда доступной информации для оценивания стандартной неопределенности по типу В требует интуиции, основанной на опыте и общих знаниях, и является мастерством, которое приходит с практикой. Следует признать, что оценка стандартной неопределенности по типу В может быть такой же надежной, как и оценка по типу А, особенно в измерительной ситуации, когда оценивание по типу А основывается на небольшом числе статистически независимых наблюдений.

При вычислении стандартной неопределенности по типу В нужно определиться с выбором функции распределения вероятностей заимствованной величины, чтобы перейти от априорной информации о заимствованной величине к оценке стандартной неопределенности $u_B(x_i)$.

Оценивание неопределенности результатов измерений в лабораториях является серьезным техническим барьером на пути к компетентности лабораторий и взаимному признанию результатов испытаний по причинам:

- нехватки специалистов, знакомых с концепцией неопределенности измерений, математической статистикой;

- сложности и достоверности больших объемов вычислений, возникающих в практических задачах оценивания неопределенности измерений, что требует значительных ресурсов лаборатории;

- отсутствие методик в испытательных лабораториях, которые описывают процесс оценивания неопределенности, так как основной характеристикой оценки точности результата измерения до настоящего времени традиционно является погрешность. Аналитически произвести пересчет оценок доверительных границ погрешности измерений в оценки расширенной неопределенности измерений даже для прямых измерений затруднительно, а для косвенных измерений он требует обязательного профессионализма в выполнении методики испытаний, так как в расчёте неопределённости должно быть использовано максимально возможное число источников неопределенности, которые могут быть выявлены только специалистом в области выполняемых испытаний [5].

Бюджет неопределенности должен содержать перечень максимально возможных и значимых источников неопределённости для каждой входной величины с указанием для каждого источника способа оценивания неопределённости, используемого для получения оценки суммарной стандартной неопределённости выходной величины (параметра, неопределённости которого определяется)[6,7].

В соответствии с требованиями СТ РК ИСО/МЭК 17025 в лаборатории «САТиМ» были рассчитаны неопределённости измерений октанового числа по моторному и исследовательскому методам при определении детонационной стойкости бензинов, неопределённости измерения объёмной доли бензола методом газовой хроматографии, неопределённости измерения кислотности бензинов и дизельного топлива с использованием цветного индикаторного титрования, неопределённости измерения кислотного числа индустриального масла титриметрическим методом, неопределённости измерения массовой доли серы в бензинах ламповым методом, неопределённости измерения концентрации свинца в бензине спектрофотометрическим методом (табл.3).

Таблица 3

Неопределённость измерений по нормативным видам испытаний

Виды испытаний	Единицы	$u_c(y)$, 68 %	$U(y)$, 95 %	НД на метод измерения испытания
Детонационная стойкость по моторному методу	ед. ОЧ	0,14	0,28	ГОСТ 511-82
Детонационная стойкость по исследовательскому методу	ед. ОЧ	0,13	0,26	ГОСТ 8226-82
Концентрация свинца	г/дм ³	$1,3 \cdot 10^{-4}$	$3,0 \cdot 10^{-4}$	ГОСТ 28828-90
Объёмная доля бензола	%	0,042	0,084	ГОСТ 2904-91
Кислотность	мг КОН/100 см ³	0,014	0,028	ГОСТ 5985-79
Кислотное число	мг КОН/г	0,027	0,054	ГОСТ 5985-79
Массовая доля серы	%	0,064	0,12	ГОСТ 19121-73

Результаты расчетов отражены в докладах конференций международного и республиканского статуса [8-11] и в материалах аккредитации НПЦ «САТиМ» как необходимое условие компетентности лаборатории для успешной аккредитации, которая прошла в феврале 2009 года с получением аттестата аккредитации 18 февраля 2009 года. Практическая значимость выполненной работы заключается в необходимости испытательной лаборатории представлять результаты испытаний с обязательной информацией достоверности в виде неопределённости результатов измерений с соответствующим уровнем доверия.

Список литературы

1. Кузнецов А.В. Топливо и смазочные материалы. – М.: Колос, 2005, 199 с.
2. СТ РК ИСО/МЭК 17025-2007 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» МИ 1317 – 86 «Государственная система обеспечения единства измерений. Результаты и характеристики погрешности измерений. Формы и способы представления. Способы использования при испытаниях образцов продукции и контроле их параметров»
3. Руководство по выражению неопределенности измерения. – Пер. с англ. / Под ред. В.А. Слаева / ГП ВНИИМ им. Д.И. Менделеева. – СПб., 1999. – 198 с.
4. Конканов М.Д. Программное обеспечение «Q counter» для оценки неопределенности измерений / М.Д. Конканов, А.Т. Канаев // Новости Госстандарта. – 2008.–№ 2. – С.20-21.
5. Оценка неопределенности в измерениях: Практическое пособие / Н.Ю. Ефремова. – Минск: БелГИМ, 2003. – 34 с.
6. Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК. Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях 2-е издание, 2000 / Перевод с английского Р.Л. Кадиса, Г.Р. Нежиховского, В.Б. Симина; Под общ. ред. Л.А. Конопелько. – СПб.: ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 2002. – 65 с.
7. Климова Е.С. К оценке неопределённости измерения содержания серы в бензинах при контроле нефтепродуктов на подтверждение соответствия качества / Е.С. Климова, Г.А. Реутова, Е.В. Курган // Тр. XIII Междунар. науч.-практ. конф. студентов и молодых учёных «Современная техника и технологии». – Томск: ТПУ, 2007. – Том III. – С.122-123.
8. Курган Е.В. Оценивание неопределенности кислотно-основного титрования при анализе светлых нефтепродуктов в присутствии цветного индикатора / Е.В. Курган, А.Н. Нико-

- лаева, Г.А. Реутова // Материалы XII Междунар. экол. студ. конф. «Экология России и сопредельных территорий». – Новосибирск: НГУ, 2007. – С. 5.
9. Николаева А.Н. Обеспечение качества испытаний автомобильных топлив на соответствие их требованиям нормативной документации / А.Н. Николаева, Г.А. Реутова // Материалы VIII Респ. науч.-техн. конф. студентов, аспирантов и молодых ученых «Роль технических вузов в становлении инновационной экономики». – Усть-Каменогорск: ВКГТУ, 2008. – Часть III. – С. 167-170.
10. Яковлев В.С. Оценка качества измерений детонационной стойкости бензинов в соответствии с требованиями международного стандарта ИСО/МЭК 17025-2007 / В.С. Яковлев, Г.А.Реутова // Тр. Междунар. науч.-практ. конф. «Инновационная роль науки в подготовке современных кадров». – Караганда: КарГТУ, 2008.

Получено 11.02.10

