

中华人民共和国民用航空行业标准

MH/T 6096—2013

民用航空油料检测实验室能力验证程序

Proficiency testing procedures for commercial aviation oil testing laboratory

2013 - 08 - 26 发布

2013 - 11 - 01 实施

中国民用航空局 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 内容和程序 1

附录 A（资料性附录） 能力验证计划运作相关资料..... 11

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由中国民用航空局航空器适航审定司提出。

本标准由中国民航科学技术研究院归口。

本标准起草单位：中国航空油料集团公司。

本标准主要起草人：孙刚、陈宏彪、崔建政、李禄生、李明、王晨。

MH

民用航空油料检测实验室能力验证程序

1 范围

本标准规定了民用航空油料检测实验室能力验证的内容及程序。
本标准适用于民用航空油料检测实验室能力验证。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

ISO13528 用于通过实验室间比对进行的能力验证的统计方法

3 术语和定义

3.1

实验室间比对 **interlaboratory comparison**

按照预先设定的条件，由两个或多个实验室对相同或类似样品进行检测的组织、实施和评价。

3.2

能力验证 **proficiency testing**

利用实验室间比对，按照预先制定的准则评价参加者的能力。

3.3

离群值 **outlier**

在一组数据中，明显偏离群体的过大或过小值。

3.4

稳健统计方法 **robust statistical method**

在给定的概率模型和条件下，对少量偏离数据不敏感的统计方法。

4 内容和程序

4.1 能力验证提供者的资质要求

能力验证提供者应具有实施实验室间比对和获得指定能力验证样品的能力。符合以下条件之一的单位可成为能力验证提供者：

- a) 获得国家认证认可管理机构授权实施实验室能力验证工作的单位；
- b) 获得管理机构授权实施实验室能力验证工作的单位。

4.2 能力验证方案的内容

能力验证提供者应在能力验证开始之前制定文件化的方案，说明本次能力验证的目标以及基本情况，并提供以下信息：

- a) 能力验证提供者的名称和地址；
- b) 参与能力验证方案设计和实施人员的姓名、地址和联系方式；
- c) 能力验证检测项目及其试验方法；
- d) 能力验证样品制备、质量控制、存储和分发方法；
- e) 能力验证计划各阶段时间表；
- f) 能力验证样品均匀性和稳定性的检测程序；
- g) 所采用统计分析方法的详细描述；
- h) 能力评价准则。

4.3 检测项目

民用航空油料能力验证检测项目可从下列范围中选择：

- a) 民用航空油料相关产品标准所规定的项目；
- b) 民航系统相关质量标准所规定的项目。

不宜选择不稳定的项目（如航空喷气燃料电导率试验）、样品不容易制备均匀的项目（如航空喷气燃料固体颗粒污染物含量、颗粒计数等），若必须选取则应建立相应的程序以保证能力验证结果的准确。

4.4 样品容器

4.4.1 可盛装能力验证样品的容器包括环氧树脂内涂层容器、硼硅（耐火）玻璃瓶、聚四氟乙烯（PTFE）瓶、线性高密度聚乙烯瓶、镀锡侧焊缝钢容器等，应根据能力验证检测项目的要求，选择相应的容器并清洗干燥后使用。

4.4.2 对于热氧化安定性、水分离指数、电导率、润滑性、铜片腐蚀等检测项目，应按下述要求选择容器并在装样前用待装样品至少冲洗三遍：

- a) 热氧化安定性试验应选用环氧树脂内涂层容器；
- b) 水分离指数试验应选用下列容器之一：
 - 1) 环氧树脂内涂层容器；
 - 2) 硼硅（耐火）玻璃瓶，装样前用水、丙酮冲洗和空气吹干；
- c) 电导率试验应选用下列容器之一：
 - 1) 环氧树脂内涂层容器；
 - 2) 硼硅（耐火）玻璃瓶，装样前用水、丙酮冲洗和空气吹干或依次通过热水、去离子水冲洗并吹干；
- d) 润滑性试验应选用环氧树脂内涂层容器；
- e) 铜片腐蚀试验应选用下列容器之一：
 - 1) 环氧树脂内涂层容器；
 - 2) 深色的或用锡箔或其他不透明材料包裹的硼硅（耐火）玻璃瓶。

4.5 样品制备

4.5.1 应根据能力验证项目对样品的要求获得、制备和储存样品。

4.5.2 能力验证样品被测项目的检测结果宜与日常检测结果相似，且检测结果应在相关试验方法的有效范围内。

4.5.3 应充分考虑各种因素制备足够数量的能力验证样品。

4.6 样品的均匀性和稳定性

4.6.1 基本要求

在实施能力验证时，应保证样品的均匀性和稳定性，以防止样品之间或样品本身的变异导致不满意结果的出现。

4.6.2 样品均匀性的评价

4.6.2.1 从能力验证样品中随机抽取 10 个或 10 个以上样品，且抽取的样品数不小于总样品数的 10%，进行均匀性检验。若能力验证样品总数小于 10 个，则需对所有样品进行均匀性检验。

4.6.2.2 从能力验证检测项目中选择有代表性和对不均匀性敏感的项目进行均匀性检验，也可选择其他具有相关性且对样品不均匀性敏感的项目进行。

4.6.2.3 对抽取的每个样品，在重复条件下至少测量 2 次。重复测量的样品应分别单独取样。为了减小测量中定向变化的影响（漂移），样品的所有重复测量应按随机次序进行。每个样品的重复测量不应连续进行，即应在完成所有样品的一次测量后，打乱样品再进行下一次测量。对检验中出现的异常值，在未查明原因之前，不应随意剔除。

4.6.2.4 计算样品间不均匀性的标准偏差（SS）的方法如下：

a) 抽取 i 个样品（ $i = 1, 2, \dots, m$ ），每个样品在重复条件下测量 j 次（ $j = 1, 2, \dots, n$ ）；

b) 按公式（1）计算每个样品的测量平均值（ $\bar{x}_i$ ）：

$$\bar{x}_i = \sum_{j=1}^n x_{ij} / n_i \dots\dots\dots (1)$$

式中：

i ——样品的顺序编号；

j ——重复测量次数的顺序编号；

n ——单个样品重复测量的次数；

c) 按公式（2）计算全部样品测量的总平均值（ $\bar{\bar{x}}$ ）：

$$\bar{\bar{x}} = \sum_{i=1}^m \bar{x}_i / m \dots\dots\dots (2)$$

式中：

i ——样品的顺序编号；

j ——重复测量次数的顺序编号；

m ——抽取的总样品数；

d) 按公式（3）计算测量总次数（ N ）：

$$N = \sum_{i=1}^m n_i \dots\dots\dots (3)$$

式中:

n ——单个样品重复测量的次数;

m ——抽取的总样品数;

i ——样品的顺序编号。

- e) 按公式(4)计算样品间自由度 (f_1):

$$f_1 = m - 1 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m ——抽取的总样品数。

- f) 按公式(5)计算样品内自由度 (f_2):

$$f_2 = N - m \dots\dots\dots (5)$$

式中:

N ——测量总次数;

m ——抽取的总样品数。

- g) 按公式(6)计算样品间平方和 (SS_1):

$$SS_1 = \sum_{i=1}^m n_i (\bar{x}_i - \bar{x})^2 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

i ——样品的顺序编号;

n ——单个样品重复测量的次数;

$\bar{x}_i$ ——每个样品的测量平均值;

$\bar{x}$ ——全部样品测量的总平均值;

- h) 按公式(7)计算样品间均方 (MS_1):

$$MS_1 = \frac{SS_1}{f_1} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

SS_1 ——样品间平方和;

f_1 ——样品间自由度;

- i) 按公式(8)计算样品内平方和 (SS_2):

$$SS_2 = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2 \dots\dots\dots (8)$$

式中：

i ——样品的顺序编号；
 j ——重复测量次数的顺序编号；
 n ——单个样品重复测量的次数；
 m ——抽取的总样品数；
 x ——测量结果；
 $\bar{x}_i$ ——每个样品的测量平均值；

- j) 按公式(9)计算样品内均方 (MS_2)：

$$MS_2 = \frac{SS_2}{f_2} \dots\dots\dots (9)$$

式中：

SS_2 ——样品内平方和；

f_2 ——样品内自由度；

- k) 按公式(10)计算样品间不均匀性的标准偏差 (S_s)：

$$S_s = \sqrt{(MS_1 - MS_2)/n} \dots\dots\dots (10)$$

式中：

MS_1 ——样品间均方；

MS_2 ——样品内均方；

n ——单个样品重复测量的次数；

- 1) 按公式(11)进行计算，若公式成立则可认为样品在此次能力验证中是均匀的。

$$S_s \leq 0.3\sigma \dots\dots\dots (11)$$

式中：

S_s ——样品间不均匀性的标准偏差；

σ ——此次能力验证中能力评价标准偏差的目标值。

注： σ 与统计学中的标准偏差相类似，由于均匀性评价一般都在样品发出前进行，实际操作中可选取以前轮次的能力验证得到的估计值（标准化四分位距或标准偏差等）、由精密度试验得到的值（试验方法规定的重复性或再现性值）等。

4.6.3 样品稳定性的评价

4.6.3.1 对于某些性质较不稳定的检测样品，运输和时间对检测的特性量可能会产生影响。因此需要进行稳定性检验。当检测样品有多个待测特性量时，应选择容易发生变化和有代表性的特性量进行稳定性检验。

4.6.3.2 稳定性检验的样品应从能力验证样品中随机抽取，抽取的样品数应不少于 3 个。

4.6.3.3 应在样品发送之前和所有参加者完成能力验证样品检测后进行稳定性检验。对抽取的每个样品，在重复条件下至少测量 2 次。重复测量的样品应分别单独取样。为了减小测量中定向变化的影响（漂移），样品的所有重复测量应按随机次序进行。每个样品的重复测量不应连续进行，即应在完成所有样品的一次测量后，打乱样品再进行下一次测量。对检验中出现的异常值，在未查明原因之前，不应随意剔除。

4.6.3.4 按公式（12）进行计算，若公式成立则可认为样品在此次能力验证中是稳定的。

$$|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0.3\sigma \dots\dots\dots (12)$$

式中：

- $\bar{x}$ ——均匀性检验的总平均值；
- $\bar{y}$ ——稳定性检验时，对随机抽出样品的测量平均值；
- σ ——该能力验证计划的能力评价标准偏差目标值。

4.7 样品发送

属于危险品的民用航空油料，应选择有资质的危险品运输单位发送样品。

4.8 信息沟通

- 4.8.1 应向参加者发送能力验证通知、检测结果报告单和样品接收状态回执（参见附录 A）。
- 4.8.2 能力验证通知是发给各参加者并要求其严格遵照执行的操作说明，其主要内容应包括但不限于：检测样品的描述、检测项目、检测方法、结果产生方式、保密要求、报送检测结果的最终期限以及有关人员的联络方式等。

4.9 检测结果报告

参加者应在截止日期之前，将检测结果报告单传真及电邮到能力验证提供者，同时将该报告单原件及相关原始记录复印件特快专递到能力验证提供者。无故未按时提交结果报告单的实验室，其结果将不列入统计，时间以寄出邮戳为准。

4.10 数据分析和能力评定

4.10.1 数据的分析和记录

- 4.10.1.1 应运用适当的方法记录和分析参加者提交的结果。应检查数据输入、统计分析和报告的有效性。
- 4.10.1.2 应使用稳健统计方法或检出统计离群值的适当方法，使离群值对统计量的影响降至最低。

4.10.2 能力验证的统计方法

4.10.2.1 能力验证的结果可以多种形式表示,包含不同的数据类型且以不同的统计分布为基础。分析这些结果时,应根据不同情况选择适用的统计方法,详见 ISO 13528。也可使用具有统计依据并向参加者进行了详细描述的其他方法。

4.10.2.2 指定值可由下列数值确定:

- a) 根据特定能力验证物品配方(如制造或稀释)确定的已知值;
- b) 根据定义的检测或测量方法确定的有证参考值(针对定量检测);
- c) 根据对能力验证物品和可溯源到国家标准或国际标准的标准物质、标准样品或参考标准的并行分析、测量或比对确定的参考值;
- d) 由参加者确定的公议值,如:中位值、剔除离群值的平均值等。

4.10.2.3 离群值按下列方法进行统计处理:

- a) 明显错误的结果,如计量单位错误、小数点错误或者错报为其他能力验证物品的结果,在与参加者核实后,应从数据集中剔除,单独处理。这些结果不再计入离群值检验或稳健统计分析;
- b) 当使用参加者的结果确定指定值时,应使用稳健统计方法或计算前剔除离群值,使离群值的影响降到最低;
- c) 如果结果作为离群值被剔除,则仅在计算统计量时剔除该结果。但这些结果仍应当在能力验证中予以评价,并进行能力评定。

4.10.3 稳健 Z 比分数统计方法

4.10.3.1 进行单样品比对时,按公式(13)计算稳健 Z 比分数(Z):

$$Z = \frac{x - X}{\sigma} \dots\dots\dots (13)$$

式中:

x ——不同实验室的结果;

X ——指定值;

σ ——能力评定标准差。

注: σ 可由以下方法确定:

- 与能力评价的目标和目的相符,由专家判定或法规规定(规定值);
- 根据以前轮次的能力验证得出估计值或由经验得出预期值(经验值);
- 由统计模式得出估计值(通用模式);
- 由精密度试验得出结果;
- 由参加者结果得出传统标准差或稳健标准差。

4.10.3.2 进行双样品比对时,统计方法如下:

a) 按照公式(14)计算标准化和值(s):

$$s = (A + B) / \sqrt{2} \dots\dots\dots (14)$$

式中:

A ——样品A的结果;

B ——样品B的结果。

b) 按照公式(15)计算标准化差值(d):

$$d = (A - B) / \sqrt{2} \dots\dots\dots (15)$$

式中:

A ——样品A的结果;

B ——样品B的结果。

c) 按照公式(16)计算实验室间 Z 比分数 (ZB) :

$$ZB = \frac{s - S}{\sigma_s} \dots\dots\dots (16)$$

式中:

s ——不同实验室的标准化和值;

S ——标准化和值的中位值或剔除离群值的平均值;

σ_s ——标准化和值的稳健标准差。

d) 按照公式(17)计算实验室内 Z 比分数 (ZW) :

$$ZW = \frac{d - D}{\sigma_d} \dots\dots\dots (17)$$

式中:

d ——不同实验室的标准化差值;

D ——标准化差值的中位值或剔除离群值的平均值;

σ_d ——标准化差值的稳健标准差。

4.10.3.3 用统计方法得出指定值和稳健标准差时,常以中位值作为指定值、标准化四分位间距作为稳健标准差。

中位值是一组从小到大排列数据的中间值,即有一半的结果大于它,一半的结果小于它。如果结果数是奇数,则中位值是单一的中间值;如果结果数是偶数,则中位值是两个中间值的平均值。

示例:如果有9个值,中位值是第5个值,如果有10个值,则中位值是第5和第6个值的平均值。

标准化四分位间距 ($NormIQR$) 是一个结果变异性的量度,与标准偏差相类似,将数据从小到大排列后按照公式(18)~公式(23)进行计算:

$$A = \frac{1}{4}(N-1) \dots\dots\dots (18)$$

式中:

A ——数据A;

N ——总结果数。

$$B = \frac{3}{4}(N-1) \dots\dots\dots (19)$$

式中:

B ——数据B;

N ——总结果数。

$$Q_H = X_{\{[B]+1\}} + (B - [B])(X_{\{[B]+2\}} - X_{\{[B]+1\}}) \dots\dots\dots (20)$$

式中:

Q_H ——高四分位数值(高于结果四分之三处的最近值);

X ——结果数据;

B ——由公式（19）计算得到的数据 B 的值。

注：[]代表其中数值的整数部分。

$$Q_L = X_{\{[A+1]\}} + (A - [A])(X_{\{[A]+2\}} - X_{\{[A]+1\}}) \dots\dots\dots (21)$$

式中：

Q_L ——低四分位数值（低于结果的四分之一处的最近值）；

X ——结果数据；

A ——由公式（18）计算得到的数据 A 的值。

注：[]代表其中数值的整数部分。

$$IQR = Q_H - Q_L \dots\dots\dots (22)$$

式中：

IQR ——四分位间距；

Q_H ——高四分位数值；

Q_L ——低四分位数值。

$$NormIQR = IQR \times 0.7413 \dots\dots\dots (23)$$

式中：

$NormIQR$ ——标准化四分位间距；

IQR ——四分位间距。

4.10.4 能力评定

4.10.4.1 应根据能力度量所涉及的特性建立能力评定准则，用于能力评定的方法如下：

a) 用统计方法确定 Z 比分数（值），其准则应当适用于每个 Z 比分数（值），例如：

- 1) $|z| \leq 2.0$ 表明结果“满意”，无需采取进一步措施；
- 2) $2.0 < |z| < 3.0$ 表明结果“有疑问”，产生警戒信号；
- 3) $|z| \geq 3.0$ 表明结果“不满意”，产生措施信号；

注：某些实验室出具的数据，在能力验证中为离群结果，但可能仍在其相关标准规定的允差范围之内，以此结果对实验室的能力进行判定时，通常不作“合格”与否的结论，而是使用“满意、不满意”或“离群”的概念；

b) 专家公议，由顾问组或其他有资格的专家直接确定各实验室结果是否与预期目标相符合，专家达成一致是评估定性测量结果的典型方法；

c) 与目标的符合性，根据试验方法性能指标和参加者的操作水平等预先确定准则；

d) 参加者的公议：由一定百分比的参加者或由某个参考标准组提供的比分数值或结果的范围。如：

- 1) 中心百分比（80%，90%或 95%）满意，或
- 2) 单侧百分比（最低 90%）满意。

4.10.4.2 可使用图示法（如直方图、误差柱状图和 Z 比分数次序图）表示：

——参加者结果的分布；

——多个检测项目数据间的关系；

——不同方法的分布比较。

4.11 能力验证报告

4.11.1 能力验证报告应清晰、全面，包含所有参加者结果的资料，并指出每个参加者的能力。如果不能为参加者提供所有原始资料，可以提供一个结果汇总，例如，以表格或图形的形式。

4.11.2 除非不适用或能力验证提供者有正当理由，否则报告应包括以下内容：

- a) 提供者的名称和详细联系信息；
- b) 协调者的姓名和详细联系信息；
- c) 报告批准人的姓名、职位、签名或等效标识；
- d) 报告发布日期；
- e) 报告的页码和清晰的结束标记；
- f) 结果保密程度的声明；
- g) 对能力验证物品的清晰描述，包括能力验证物品制备、均匀性和稳定性评定的必要细节；
- h) 参加者的结果；
- i) 统计数据，包括指定值、可接受结果的范围和图形表示；
- j) 用于确定指定值的方法；
- k) 用于确定能力评定标准差或其他评定准则的方法；
- l) 能力验证提供者对参加者的能力评述；
- m) 数据统计分析的方法；
- n) 基于本轮能力验证结果的评述或建议。

4.11.3 当有必要发布一个能力验证计划修正版的报告时，应包括以下内容：

- a) 唯一性的标识；
- b) 所要替换或修改的原始报告的引用；
- c) 修改原因的说明。

4.12 保密

4.12.1 除非参加者宣布放弃保密，能力验证提供者应对能力验证参加者的身份保密，其身份应仅为参与能力验证运作的相关人员所知。

4.12.2 参加者向能力验证提供者提供的信息都应视为保密信息。

注：参加者可以选择在能力验证计划范围内放弃保密，以便能够互相交流和帮助，例如为了提高能力。出于管理或认可的目的，参加者也可以放弃保密。

4.12.3 若某个利益相关方要求能力验证提供者直接向其提供能力验证结果，应在计划开始前告知参加者。

4.12.4 例外情况下，若管理机构要求能力验证提供者直接向其提供能力验证结果，提供者应通知受影响的参加者。

附 录 A
(资料性附录)
能力验证计划运作相关资料

A.1 能力验证计划通知

能力验证通知

实验室:

能力验证是由单位负责实施的民用航空油料实验室能力验证。

关于本次能力验证工作的相关说明如下:

1、样品已于年 月 日发出,若在年 月 日还未收到样品,请联系本次能力验证计划的联系人。

2、本次能力验证计划的样品采用,性状为,用包装。

3、在收到样品时,请对样品是否完好进行确认,将确认信息填写在“样品接收状态回执”中并尽快传真到本次能力验证计划的实施单位。

4、本次能力验证计划要求实验室按照日常检测程序,在重复性条件下检测样品项目的结果。推荐的试验方法为,结果数值修约要求为。若无法采用推荐的试验方法,也可选用其他符合要求的方法并在备注中注明。

5、应保存“检测结果报告单”和试验原始记录备查。

6、请于年 月 日前,将测定结果报告单传真及电邮到实施单位,同时将该报告单原件及相关原始记录复印件特快专递到实施机构。无故未按时提交结果报告单,则结果将不列入本次计划统计,时间以寄出邮戳为准。

7、为对贵实验室的相关信息保密,本次能力验证计划为贵实验室指定的代码为,在最终的结果报告中使用该代码代表贵实验室。

联络方式:

地址:邮编:电话:

传真:Email:联系人:

图A.1 能力验证计划通知

A.2 检测结果报告单

如图A.2所示：

能力验证检测结果报告单

单位代码：

项目（修约要求）	试验方法	试验结果	备注

负责人(签字)：

单位（盖章）：

图A.2 检测结果报告单

A.3 样品接收状态回执

如图A.3所示。

能力验证样品接收状态回执

单位：

接收日期： 年 月 日

包装：☐完好

容器：☐完好

样品外观：☐正常

☐破损

☐破损

☐异常

其他：

图A.3 样品接收状态回执