

УДК 621.317

Н.Ю. Ефремова, С.А. Качур

## **ОСОБЕННОСТИ АНАЛИЗА ДАННЫХ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧЕНИЙ, ПРОВОДИМЫХ В АККРЕДИТОВАННЫХ КАЛИБРОВОЧНЫХ ЛАБОРАТОРИЯХ**

*Обсуждаются методы анализа данных межлабораторных сличений (МЛС), проводимых в аккредитованных калибровочных лабораториях с целью проверки качества выполняемых измерений. Возникающие при анализе данных МЛС проблемы и возможные пути их решения рассматриваются на примере межлабораторных сличительных калибровок меры массы.*

***межлабораторные сличения (МЛС), калибровочные лаборатории, приписанное значение, неопределенность, статистический анализ, проверка лабораторий на качество проведения измерений***

Из-за специфики развития системы обеспечения единства измерений в СССР контроль за функционированием средств измерений в его бывших республиках (СНГ) до недавнего времени осуществлялся только с помощью процедуры поверки. При этом поверка средств измерений проводилась как государственными метрологическими службами, так и ведомственными (службами предприятий и организаций).

В последние годы в странах СНГ начался интенсивный переход на процедуру контроля средств измерений с помощью калибровки, и появление в связи с этим ряда калибровочных лабораторий. Калибровочные лаборатории должны обладать соответствующей компетентностью, иметь систему качества и быть аккредитованными на соответствие требованиям международного стандарта ИСО/МЭК 17025 [1]. В соответствии с требованиями [1] аккредитованные лаборатории должны подтверждать правильность (осуществлять валидацию) используемых методов измерений (п. 5.4.5 [1]) и обеспечивать качество результатов проводимых калибровок (п. 5.9 [1]). Поэтому задача оценки

состояния единства измерений и проверки качества измерений, выполняемых в аккредитованных калибровочных лабораториях, является сегодня очень актуальной как для самих недавно созданных и аккредитованных лабораторий, так и органов по аккредитации, а также потребителей услуг таких лабораторий, и заслуживает особого внимания и подхода.

Одним из наиболее эффективных инструментов, позволяющих выполнить эти требования, является специальная метрологическая процедура – межлабораторные сличения (МЛС). Основные принципы организации и проведения межлабораторных сличений, организуемых с целью проверки качества проведения измерений в лабораториях (proficiency testing), установлены в ГОСТ ИСО/МЭК 43-1 [2]. В развитие международного руководства ИСО/МЭК 43-1 в части статистических методов анализа данных МЛС в 2005 году появился международный стандарт ИСО 13528 [3].

Наиболее важным и сложным вопросом, возникающим при выполнении МЛС, является анализ

данных, полученных при сличениях. При этом, как показывает опыт, важным является не только статистическая обработка полученных при сличениях результатов измерений, но и также их анализ с точки зрения метрологической правильности и адекватности поставленной при проведении измерений задачи калибровки. С точки зрения качества калибровочных работ, важным также может быть анализ представления результатов измерений лабораториями в свидетельствах (протоколах) калибровки.

В общем случае анализ данных МЛС зависит от цели сличений, информации, которую представляют лаборатории-участники (результат измерений, неопределенность), требований выполняемой при сличениях измерительной процедуры (калибровки), метрологических характеристик калибруемого средства измерений. Алгоритм статистической обработки данных МЛС, кроме указанных факторов, будет также определяться предполагаемой статистической моделью данных МЛС.

Пояснить особенности и проблемы, возникающие при анализе данных межлабораторных сличительных калибровок, можно на примере МЛС по калибровке меры массы – гири с номинальным значением массы 100 г класса точности  $F_2$  по МОЗМ Р 111 [4]. В данной программе сличений лаборатории-участницы при калибровке гири оценивали действительное значение массы гири и соответствующую ей расширенную неопределенность. Результаты калибровки, представленные участниками сличений, изображены на рис. 1.

В первую очередь проводился анализ данных МЛС на предмет метрологической «правильности»

представленных при выполнении данной калибровки результатов измерений. Анализ проводился на соответствие требованиям раздела 3.2 [4]. В соответствии с этими требованиями расширенная неопределенность  $U$  (при  $k = 2$ ) оцененного действительного значения массы гири должна быть меньше или равна одной третьей предела допускаемых отклонений ( $\delta m$ ) для гири соответствующего класса точности:  $U \leq \delta m/3$ .

В настоящее время в большинстве стран СНГ принята и представлена в межгосударственном стандарте ГОСТ 7328 [5] содержащаяся в [4] международная классификация гирь. По этой классификации для калибруемой гири величина предела допускаемых отклонений составит  $\delta m = 0,00015$  г, тогда значение расширенной неопределенности  $U$  (при  $k = 2$ ), которую могут представить участники сличений, должно быть не более  $0,00015/3 = 0,00005$  г.

При анализе данных сличений оказалось, что значения расширенных неопределенностей участников К и Ж превышают допустимую величину расширенной неопределенности (рис. 1), т.е. эти лаборатории не обеспечили для данного вида калибровки выполнение основного метрологического принципа. Тем не менее, величина неопределенности является исключительно важным параметром при принятии решения о годности гири (отнесении ее к соответствующему классу точности). В соответствии с [4] (раздел 3.3) для каждой гири должно выполняться неравенство

$$m_0 - (\delta m - U) \leq m_c \leq m_0 + (\delta m - U),$$

где  $m_0$  – номинальное значение массы гири;  $m_c$  – действительное значение массы гири.

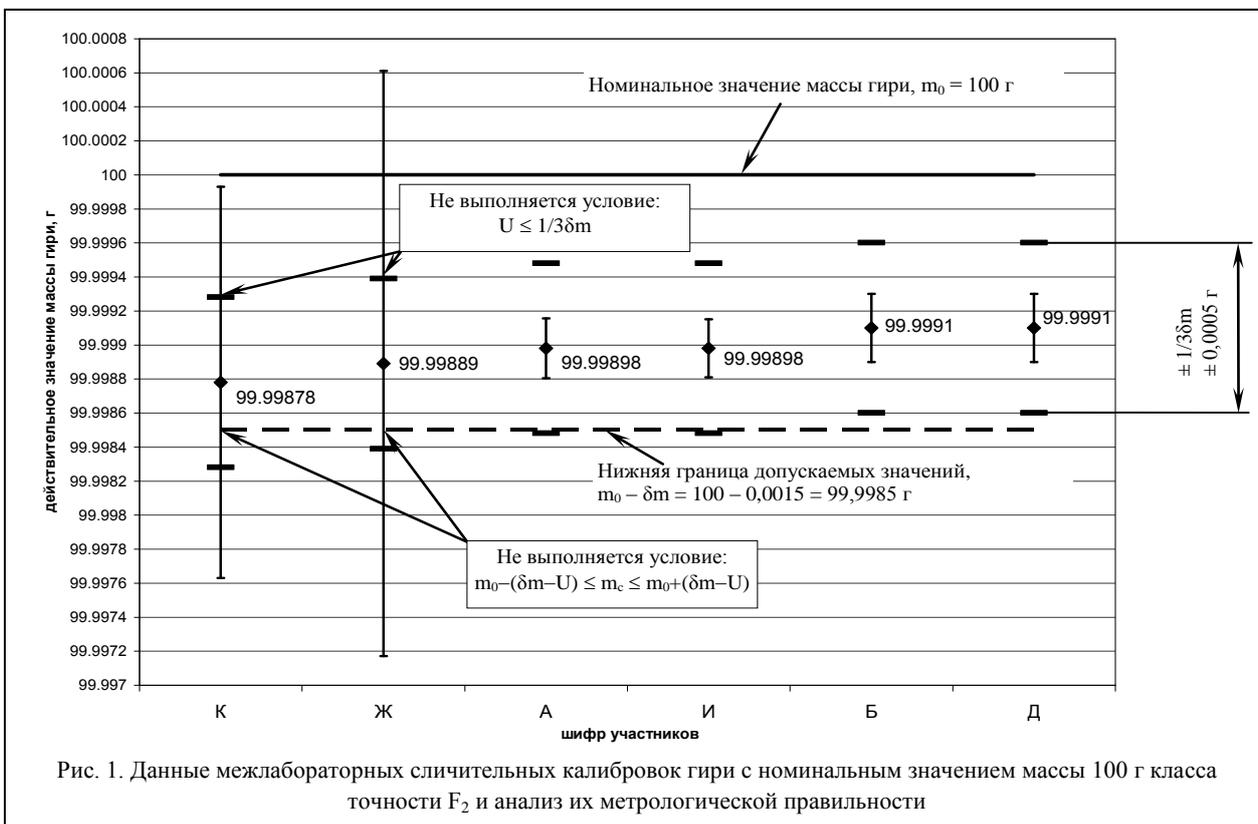


Рис. 1. Данные межлабораторных сличительных калибровок гири с номинальным значением массы 100 г класса точности  $F_2$  и анализ их метрологической правильности

Интересным оказался тот факт, что для участников сличений Ж и К это неравенство не выполняется (рис. 1), а значит в этих лабораториях невозможно выдать однозначное заключение о соответствии калибруемой гири данному классу точности.

При проведении статистического анализа данных МЛС использовалось несколько методов, представленных в [3, 6]. В качестве статистики, характеризующей качество выполнения измерений в лабораториях, в соответствии с [2, 3] было выбрано число  $E_n$

$$E_n = \frac{x_{lab} - x_{ref}}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}}, \quad (1)$$

где  $x_{ref}$  – приписанное значение измеряемой величины;  $x_{lab}$  – результат измерений, полученный в лаборатории-участнице МЛС;  $U_{ref}$  – расширенная неопределенность приписанного значения  $x_{ref}$ ;  $U_{lab}$  – расширенная неопределенность, приписанная результату измерения в лаборатории-участнице МЛС.

Абсолютные значения  $|E_n|$  должны быть меньше единицы ( $|E_n| < 1$ ) для того, чтобы результат лаборатории ( $x_{lab} \pm U_{lab}$ ) считался приемлемым.

При использовании этого критерия сложность представляет достоверное оценивание приписанного значения измеряемой величины и связанной с ним неопределенности. В соответствии с [3] в качестве приписанного значения рекомендуется принимать значение, которое обеспечивается эталонной (опорной) лабораторией (обычно Национальным метрологическим институтом или аккредитованной лабо-

раторией) и имеет малую неопределенность по сравнению с участниками МЛС. На практике очень часто, как и в случае рассматриваемых сличений, ни один из участников не может обеспечить приписанное значение измеряемой величины. Поэтому приписанное значение  $x_{ref}$  и связанная с ним расширенная неопределенность  $U_{ref}$  (при  $k = 2$ ) рассчитываются на основании всех результатов измерений, полученных в лабораториях-участницах. В рассматриваемом примере МЛС расчет оценок  $x_{ref}$  и  $U_{ref}$  осуществляли на основании робастных значений в соответствии с [3], а также средневзвешенных значений, как в случае с международными ключевыми сличениями по [6].

Когда используются оценки  $x_{ref}$  и  $U_{ref}$ , полученные на основании результатов участников МЛС, при расчете статистики  $E_n$  в знаменателе формулы (1) кроме неопределенностей  $U_{lab}$  и  $U_{ref}$  следует учитывать ковариацию величин  $x_{ref}$  и  $x_{lab}$ . При использовании средневзвешенных значений учет корреляции в соответствии с математическими расчетами, представленными в [6], приводит к замене суммы в знаменателе формулы (1) на разность (без изменения значений самих членов суммы). В случае с робастными оценками возникающая корреляция между  $x_{ref}$  и  $x_{lab}$  будет наверняка меньше, однако выражение для величины ковариации и ее представление в формуле (1) пока не получены, и решение этой задачи требует дополнительных математических исследований. Полученные значения  $x_{ref}$  и  $U_{ref}$ , а также значения  $|E_n|$  представлены в табл. 1.

Графически статистический анализ данных МЛС

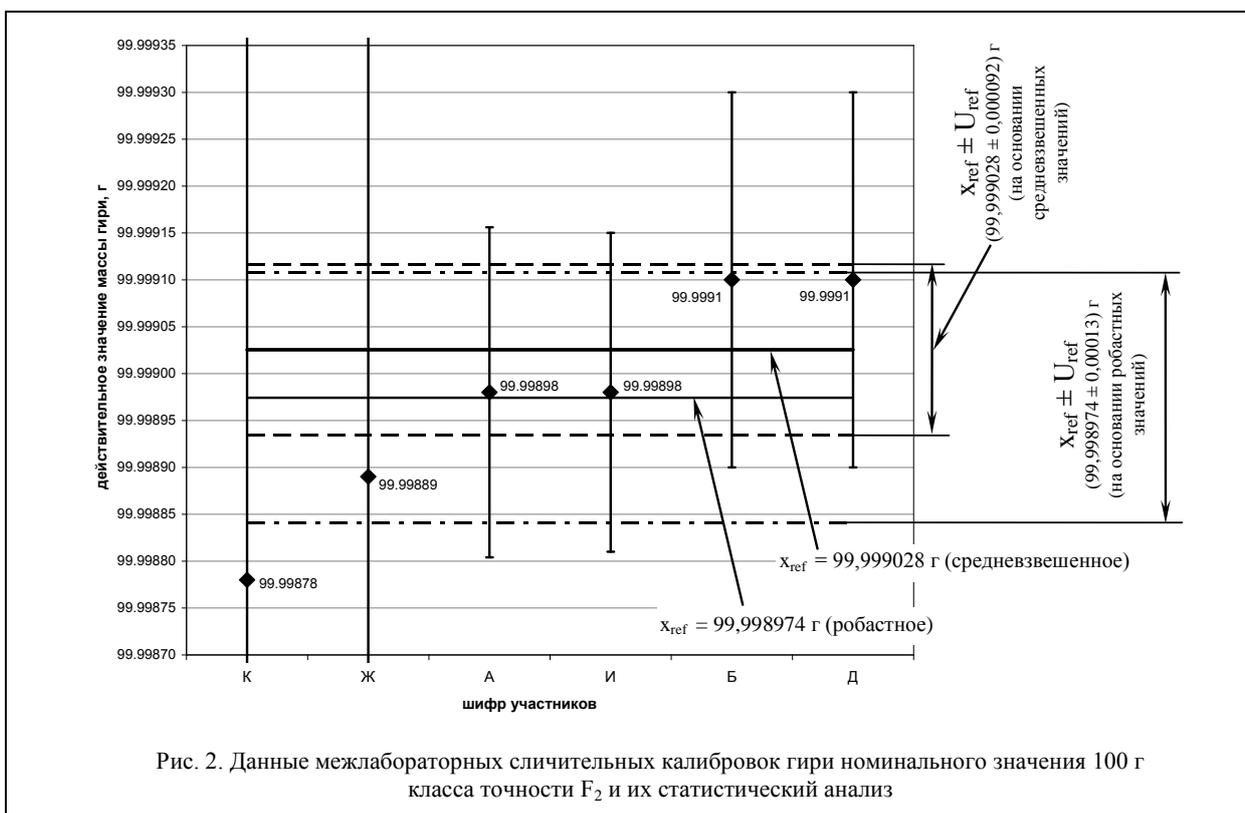


Рис. 2. Данные межлабораторных сличительных калибровок гири номинального значения 100 г класса точности F<sub>2</sub> и их статистический анализ

представлен на рис. 2.

Полученные для разных методов расчета значения  $|E_n|$  отличаются друг от друга не более, чем в два раза. Оценки приписанных значений  $x_{ref}$ , полученные как робастные и как средневзвешенные значения, оказались смещенными друг от друга на величину 0,000054 г, которая оказалась практически равной предельному значению расширенной неопределенности  $U$  (при  $k = 2$ ), которую могут представить участники сличений для данной калибровки. Значение  $U_{ref}$ , полученное на основании робастного стандартного отклонения, оказалось больше, чем  $U_{ref}$ , полученное как средневзвешенное значение, на величину 0,000038 г, т.е. в 1,4 раза. В рассматриваемых МЛС такое отличие не сказалось на результате статистического анализа, так как для всех лабораторий-участниц МЛС при обоих методах расчета приписанного значения и его неопределенности абсолютные значения статистики  $E_n$  оказались меньше единицы (табл. 1). Таким образом, результаты всех участников МЛС могут считаться статистически приемлемыми, т.е. со «статистической» точки зрения качество результатов измерений, получаемых в лабораториях при калибровке гири с номинальным значением массы 100 г класса точности  $F_2$ , можно считать удовлетворительным.

Таблица 1

Результаты статистического анализа данных межлабораторных сличительных калибровок гири

Шифр лаборатории-участницы МЛС	Значения $ E_n $	
	на основании робастных значений	на основании средневзвешенных значений
А	0,35	0,27
Б	0,41	0,32
К	0,22	0,11
И	0,34	0,25
Ж	0,08	0,08
Д	0,41	0,32
$x_{ref}$ , г	99,998974	99,999028
$u_{ref}$ , г	0,000067	0,000046
$U_{ref}(k = 2)$ , г	0,00013	0,000092

Таким образом, для рассмотренного примера анализа данных МЛС, были получены противоречивые выводы о качестве выполняемых в лабораториях

измерений. Статистический анализ показал приемлемость полученных в лабораториях результатов измерений, а метрологический анализ – не соответствие результатов измерений двух лабораторий основным метрологическим требованиям, предъявляемым к данной задаче калибровки.

На основании рассмотренного в статье примера по анализу данных межлабораторных сличительных калибровок можно сделать следующие **выводы**:

1) данные МЛС, полученные при калибровках, следует в первую очередь подвергать метрологическому анализу на адекватность поставленной задачи калибровки;

2) выводы о качестве выполняемых измерений в лабораториях, сделанные на основании метрологического анализа, могут не совпадать с выводами, полученными при статистическом анализе;

3) существующие методы статистического анализа данных являются не универсальными и в настоящее время разрабатываются в основном для международных ключевых сличений [6]; применение таких методов для межлабораторных сличений, проводимых в калибровочных лабораториях, может быть не совсем корректным и требует дальнейшего изучения;

4) в существующих способах статистического анализа по [3] основной проблемой, требующей подробного исследования, является задача нахождения приписанного значения и его неопределенности, на основании которых затем рассчитываются статистики, характеризующие качество выполняемых в лабораториях измерений.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. ИСО/МЭК 17025: 1999 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories/
2. ГОСТ ИСО/МЭК 43-1-2004. Проверка лабораторий на качество проведения испытаний посредством межлабораторных сличений. Часть 1. Разработка и реализация программ проверки на качество проведения испытаний.
3. ISO 13528: 2005 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
4. OIML R 111:1994 Weights of classes  $E_1$ ,  $E_2$ ,  $F_1$ ,  $F_2$ ,  $M_1$ ,  $M_2$ ,  $M_3$ .
5. ГОСТ 7328-2001 Гири. Общие технические условия.
6. Draft for discussion: Proposed guidelines for the evaluation of key comparison data/ Prepared by members of BIPM Director's Advisory Group on Uncertainties, 16 April 2002.

Поступила 10.03.2006

**Рецензент:** канд. техн. наук Ю.П. Мачехин, ННЦ «Институт метрологии», Харьков.