

УДК 389.1

В.А. Донбаева, Б.К. Жанасбаева, В.Н. Михалченко

РГП «Казахстанский институт метрологии», Астана, Республика Казахстан

ОЦЕНКА НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА ВЛАЖНОСТИ ЗЕРНА

В статье приведена оценка неопределенности аттестованного значения стандартного образца влажности зерна с учетом корреляции при проведении измерений и неопределенности, связанной со стабильностью стандартного образца. Приведен бюджет неопределенности, проведена оценка процентного вклада каждой составляющей неопределенности.

Ключевые слова: неопределенность, стандартный образец, корреляция.

Введение

Оценивание неопределенности метрологических характеристик стандартных образцов является одной из важнейших задач в свете введения понятия неопределенности в метрологическую практику республики.

Принятые в рамках Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации РМГ «ГСИ. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов» [1] и РМГ 53-2002 «ГСИ. Стандартные образцы. Оценивание метрологических характеристик с использованием эталонов и образцовых средств измерений» [2], а также стандарт ИСО: ISO GUIDE 35 «Reference Materials – General and statistical principles for certification» [3] позволяют провести оценку неопределенности метрологических характеристик стандартных образцов.

Степень корреляции при оценке метрологических характеристик стандартного образца была оценена из предварительных вычислений.

В настоящей статье проведена оценка неопределенности метрологических характеристик государственного стандартного образца влажности зерна (далее – ГСО), разработанного в РГП «КазИнМетр», г. Астана.

Суммарная стандартная неопределенность стандартных образцов в общем случае включает три составляющие [1]:

- u_{char} – неопределенность от характеризации, т.е. от способа оценки метрологических характеристик стандартного образца;
- u_h – неопределенность от неоднородности стандартного образца;
- u_{stab} – неопределенность от нестабильности значений аттестованного значения неоднородности стандартного образца.

Основной материал

Измерительная задача. ГСО влажности зерна представляет собой пробы зерновых культурных с аттестованными метрологическими характеристиками, расфасованные в герметично запаенные полиэтиленовые пакеты.

Измерения влажности зерна производится на установке вакуумно-тепловой образцовой УВТО (государственный эталон влажности зерна и зернопродуктов) по методике выполнения измерений, изложенной в ГОСТ 8.432-81 [5].

Готовится шесть навесок массой $(10 \pm 0,1)$ г из специально подготовленной партии зерна. Взвешивание производится с точностью до трех десятичных знаков. Навески отбирают из разных частей емкости, где находится анализируемая проба зерна.

После одновременного высушивания на установке, рассчитывают значение влажности зерна каждой навески (формула (1)). За результат измерения принимают среднее арифметическое значение влажности шести навесок, высушенных одновременно.

Применяются следующие средства измерений:

- государственный эталон влажности зерна и зернопродуктов – абсолютная погрешность измерения $\Delta_a = \pm 0,15\%$;
- весы лабораторные электронные CE224-C – абсолютная погрешность измерения – $\Delta_b = \pm 0,0003$ г.

Значение влажности навески зерна W_n в процентах рассчитывают по формуле:

$$W = \frac{m_B - m_C}{m_B} \cdot 100\%, \quad (1)$$

где m_B – масса навески зерна до подсушивания, г; m_C – масса навески зерна после обезвоживания, г.

Оценивание неопределенности от характеризации. Процесс взвешивания навесок зерна до подсушивания m_B и после обезвоживания m_C оценивается следующими составляющими неопределенности $u(m_B)$ и $u(m_C)$:

- неопределенность, связанная с процессом взвешивания, оценена по типу А по результатам предварительных измерений:

$$u_A(m_B) = u_A(m_C) = 2,357 \cdot 10^{-5} \text{ г};$$

- неопределенность, связанная с точностью весов (оценка по типу В):

$$u_{1B}(m_B) = u_{1B}(m_C) = 0,00017 \text{ г};$$

- неопределенность, связанная с дискретностью весов (оценка по типу В):

$$u_{2B}(m_B) = u_{2B}(m_C) = 2,89 \cdot 10^{-5} \text{ г.}$$

Суммарную стандартную неопределенность равна:

$$u(m) = u(m_C) = u(m_B) = \sqrt{u_A^2(m_B) + u_{1B}^2(m_B) + u_{2B}^2(m_B)} = 17,404 \cdot 10^{-5} \text{ г.}$$

Ввиду того, что взвешивание до и после сушки производилось на одних и тех же весах, можно ожидать, что эти величины коррелированы. Для расчета коэффициента корреляции были взяты средние значения массы влажного зерна m_B и массы сухого зерна m_C , полученные при независимых повторных определениях влажности зерна при оценке стабильности. По этим данным была проведена оценка корреляционного момента, значение которого было получено значение $r(m_B, m_C) = 0,32$.

Коэффициенты чувствительности равны:

$$c_{m_C} = \frac{\partial W}{\partial m_C} = \frac{100\%}{m_B} \Big|_{\bar{m}_B} = 0,6726 \frac{\%}{\text{г}};$$

$$c_{m_B} = \frac{\partial W}{\partial m_B} = -\frac{m_C \cdot 100\%}{m_B^2} \Big|_{\bar{m}_C, \bar{m}_B} = -0,6669 \frac{\%}{\text{г}}.$$

Влажность зерна – это среднее значение шести параллельных определений, поэтому оценку неопределенности влажности зерна W оценим как СКО среднего значения: $u_A(W) = 6,54 \cdot 10^{-3} \%$.

Кроме того, необходимо учесть неопределенность установки вакуумно-тепловой образцовой УВТО (оценка по типу В):

$$u_B(W) = 0,06358 \%$$

Суммарная стандартная неопределенность равна:

$$u(W) = \sqrt{c_{m_C}^2 u^2(m) + c_{m_B}^2 u^2(m) + 2 \cdot r(m_B, m_C) c_{m_C} c_{m_B} u^2(m) + u_A^2(W) + u_B^2(W)} = 0,06392 \%$$

Стандартная неопределенность от характеристики $u_{char}(W) = 0,06392 \%$.

Вычисленное число степеней свободы стандартной неопределенности $u_{char}(W)$ равно $\nu_{char\text{ eff}} = 45625$.

Стандартная неопределенность от неоднородности не определялась, так как сама процедура отбора навесок включает выборку из различных частей массива, поэтому стандартная неопределенность от характеристики включает и оценку от неоднородности.

Оценивание неопределенности от нестабильности. Оценка неопределенности от нестабильности стандартного образца влажности зерна проводилась путем изохронного исследования стабильности в течение четырех месяцев.

Проведя вычисления согласно [1] было получено значение неопределенности от нестабильности, равное

$u_{stab} = 0,004972\%$. Число степеней свободы стандартной неопределенности $u_{stab}(W)$ равно $\nu_{stab\text{ eff}} = 3$.

Оценивание суммарной стандартной и расширенной неопределенности стандартного образца. Суммарная стандартная неопределенность аттестованного значения стандартного образца:

$$u_c(W) = \sqrt{u_{char}^2 + u_{stab}^2} = \sqrt{0,06392^2 + 0,004972^2} = 0,06411 \%$$

Число эффективных степеней свободы суммарной стандартной неопределенности $u_{char}(W)$ было оценено согласно [1] и вычисленное значение равно $\nu_{c\text{ eff}} = 18 \times 10^7$. Таким образом, для оценки расширенной неопределенности принимаем значение коэффициента расширения $k = 1,96$ для уровня вероятности $P = 95\%$:

$$U_c(W) = k \cdot u_c(W) = 1,96 \cdot 0,06411 = 0,1257 \approx 0,13\%$$

Окончательный результат – аттестованное значение стандартного образца влажности зерна составляет:

$$W = (12,69 \pm 0,13)\% \text{ при } k = 1,96, P = 95\%$$

Таблица 1

Бюджет неопределенности

Величина, x_i	Станд. неопр., u_i	Вклад неопр. $c_i u_i$	Число ст.св., ν_i	% вклад
m_C	$17,404 \cdot 10^{-5}$	0,0001171		0,16
m_B	$17,404 \cdot 10^{-5}$	0,0001161		0,15
W	$6,54 \cdot 10^{-3}$	0,00654		8,68
W	0,06358	0,06358		84,41
W_{char}		0,06392	45625	93,4
W_{stab}	0,004972	0,004972	3	6,6
$u(W)$		0,06411		

Вывод

В данной статье для стандартного образца влажности зерна была проведена оценка неопределенности его аттестованного значения. Было установлено, что наибольший процентный вклад в неопределенность дает погрешность применяемой вакуумно-тепловой образцовой установки УВТО.

Список литературы

1. РМГ «Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов».
2. РМГ 53-2002 «ГСИ. Стандартные образцы. Оценивание метрологических характеристик с использованием эталонов и образцовых средств измерений».
3. ISO GUIDE 35 «Reference Materials – General and statistical principles for certification».

Поступила в редколлегию 30.03.2010

Рецензент: канд. хим. наук Г.К. Бектурганова, РГП «Каззахстанский институт метрологии», Астана, Республика Казахстан.

ОЦІНКА НЕВИЗНАЧЕНОСТІ СТАНДАРТНОГО ЗРАЗКА ВОЛОГОСТІ ЗЕРНА

В.А. Донбаєва, Б.К. Жанасбаєва, В.Н. Михалченко

У статті наведена оцінка невизначеності атестованого значення стандартного зразка вологості зерна з урахуванням кореляції при проведенні вимірів і невизначеності, з'яваної зі стабільністю стандартного зразка. Приведений бюджет невизначеності, проведена оцінка відсоткового вкладу кожної складової невизначеності.

Ключові слова: невизначеність, стандартний зразок, кореляція.

THE ESTIMATION OF THE UNCERTAINTY FOR THE CERTIFIED REFERENCES MATERIAL OF GRAIN HUMIDITY

V.A. Donbayeva, B.K. Zhanasbayeva, V.N. Mihalchenko

The report provides estimates of uncertainty of certified reference material values of grain moisture with regard to correlations with measurements and uncertainties associated with stability and heterogeneity of the reference material. There is an uncertainty budget, the estimation of the percentage contribution of each component of uncertainty

Keywords: the uncertainty, certified references material, the correlation.