

О.Н. Величко<sup>1</sup>, Т.Б. Гордиенко<sup>2</sup>

<sup>1</sup>ГП «Всеукраїнський державний науково-виробничий центр стандартизації, метрології, сертифікації та захисту прав споживачів», Київ, Україна

<sup>2</sup>ГП «Український науково-дослідницький та навчальний центр проблем стандартизації, сертифікації та якості», Київ, Україна

## ОСОБЕННОСТИ ОЦЕНКИ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ПРИ ЛАБОРАТОРНЫХ ИЗМЕРЕНИЯХ

*Основой для взаимного признания результатов проведенных измерений и испытаний является применение Международного руководства по оценке неопределенности измерений (GUM). Рассмотрены особенности оценки неопределенности при лабораторных измерениях, которые регламентируются международными стандартами.*

**Ключевые слова:** неопределенность, лаборатория, измерения.

### Введение

При обработке и представлении результатов измерений на разных уровнях проведения метрологических работ широко используется Международное руководство по оценке неопределенности измерений (GUM) [1]. Его положения являются основой для стандартов и руководств международных организаций, в сфере деятельности которых имеются вопросы метрологии.

Испытательные и калибровочные лаборатории по требованиям международного стандарта ISO/IEC 17025 [2, 3] должны представлять результаты своих измерений с соответствующей неопределенностью. Оценка неопределенности является непрерывным процессом, который требует определенных затрат времени и средств.

Оценка неопределенности, связанной с результатами лабораторных измерений, является важной для интерпретации полученных результатов. Без количественных оценок неопределенности невозможно определить, превышают ли наблюдаемые отклонения результатов экспериментальную изменчивость, соответствуют ли объекты испытаний установленным требованиям.

Для облегчения работы по оценке неопределенности при лабораторных измерениях разработаны и внедрены специальные международные стандарты, в которых используются требования Руководства GUM.

Международный стандарт ISO/TS 21748 [4] устанавливает соответствующие методы оценки неопределенности результатов измерений и испытаний, основанные на принципах Руководства GUM при анализе общих данных. Международный стандарт ISO/TS 21749 [5] посвящен вопросам использования дисперсионного анализа для оценки отдельных составляющих неопределенности, в основном типа А, с использованием статистических методов.

### Основной материал

**1. Некоторые характеристики качества измерений, применяемые в лабораториях.** Неопределенность измерений соотносят к отдельным результатам измерений, а сходимосť, воспроизводимосť и правильность, напротив, относят к выполнению процесса измерений. Для проведения анализа в соответствии с требованиями международного стандарта ISO 5725 [6, 7] процесс измерений является единым методом измерений, который используется всеми лабораториями, принимающими участие в определенном исследовании.

В соответствии с международным стандартом ISO 3534-1 [8] сходимосť определяется как прецизионность в условиях сходимости, то есть в условиях, при которых независимые результаты измерений или испытаний получают одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования, за короткий промежуток времени.

В соответствии со стандартом ISO 5725 прецизионность измерений есть степень приближения результатов измерений один к другому, а правильность определяется как степень приближения среднего арифметического большого количества результатов измерений к истинному или принятому опорному значению (как правило, выражают как систематическое смещение).

В соответствии со стандартом ISO 3534-1 воспроизводимосť измерений – это прецизионность в условиях воспроизводимости, то есть в условиях, при которых независимые результаты измерений или испытаний получают одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием разного оборудования.

В соответствии с этим же стандартом повторяемость есть прецизионностью в условиях повторяемости, то есть в условиях, когда независимые результаты наблюдений получены одним методом на идентичных объектах наблюдений в одной лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного оборудования и за короткий интервал времени.

При планировании, выполнении, последующем анализе результатов испытания и оценке неопределенности необходимо знание методов статистического анализа. Поэтому для персонала лаборатории важно иметь все необходимые ресурсы для планирования, сбора и анализа полученных данных.

В лабораториях широко используются термины, относящиеся к планированию эксперимента и конфигурации в соответствии с международным стандартом ISO 3534-3 [9]. В частности, под иерархическим экспериментом понимается эксперимент, в плане которого каждый уровень данного фактора появляется только с одним уровнем другого фактора.

**2. Особенности оценки неопределенности в лабораториях.** Многие измерения и другие процедуры, проводимые в лаборатории, имеют всего два или несколько источников неопределенности. Разработанный лабораторией план проведения измерения (эксперимента) должен предусматривать выполнение требуемого количества измерений, анализ результатов которых обеспечит определение всех существенных составляющих неопределенности.

Иерархические эксперименты используют в случае зависящих от времени источников неопределенности. В стандарте ISO/TS 21749 [5] рассмотрены также другие источники неопределенности, такие как конфигурация измерений, неоднородность материала, смещения, связанные с конфигурацией измерений, и соответствующий анализ составляющих общей неопределенности.

В указанном стандарте предполагается, что оценки составляющих неопределенности (оценки по типу A) могут быть получены на основе статистического анализа повторных измерений с помощью соответствующих средств измерений (СИ), объектов испытаний, оборудования или выбранных образцов. В нем содержатся рекомендации по оценке неопределенности, связанной с измерением характеристик объектов испытаний.

Указанная неопределенность объединяет вклады в неопределенность процесса измерений и изменчивости производственного процесса. Оба типа вкладов включают в себя составляющие, зависящие от работы операторов, внешних условий и других воздействий. В целях разделения влияния этих процессов, проводят измерения на выбранных образцах для получения данных непосредственно в процессе измерений.

Такие измерения обычно идентичны выполненным на объектах испытаний и их используют для идентификации зависящих от времени воздействий. Это проводится для того, чтобы указанные

воздействия можно было оценить и сопоставить с существующей базой данных результатов измерений на выбранных образцах. Эти же образцы полезно также использовать для контроля смещения и долгосрочного дрейфа процесса, если исходный уровень измеряемых величин установлен по предыдущим данным.

Следует отметить, что обозначения, использованные в стандарте ISO/TS 21749, несколько отличаются от обозначений, принятых в стандартах ISO серии 5725 и ISO 21748. Различия в обозначениях указаны в табл. 1.

Таблица 1  
Различия обозначений

Условия получения результатов измерений	Обозначения, принятые	
	в ISO/TS 21749	в ISO 5725 и ISO 21748
Условия повторяемости	$\sigma$	$\sigma_r$
Разные дни	$\sigma_D$	$\sigma_{(T)}$
Разные серии	$\sigma_R$	$\sigma_{(TO)}$
Разные лаборатории	—	$\sigma_R$

**3. Основные этапы оценки неопределенности лабораторных измерений.** Обобщенно основные этапы оценки неопределенности повторных измерений приведены на рис. 1.

Первым этапом оценки неопределенности повторных измерений является определение измеряемой величины, результат измерений которой необходимо определить при испытаниях объекта. При этом необходимо обеспечить однозначное определение измеряемой величины, так как от этого во многом зависит оценка неопределенности, и установить, что является объектом измерений.

В самом общем случае, объектами измерений могут быть: величина в конкретный момент времени в конкретной точке пространства; величина в конкретный момент времени, усредненная по заданной пространственной области; величина в конкретной точке пространства, усредненная по периоду времени.

Если значение измеряемой величины может быть измерено непосредственно, то оценка стандартной неопределенности зависит от количества повторных измерений, внешних условий и эксплуатационных режимов, в которых проведены повторения. Она также зависит от других источников неопределенности, которые невозможно наблюдать в условиях повторения измерений (например, от неопределенности калибровки для исходных эталонов).

Если же значение измеряемой величины не может быть измерено непосредственно, а вычисляется по результатам измерений косвенных величин, то должна быть определена модель, связывающая эти величины. Для оценки стандартной неопределенности измеряемой величины необходимо определить стандартную неопределенность, соответствующую наилучшим оценкам косвенных величин.

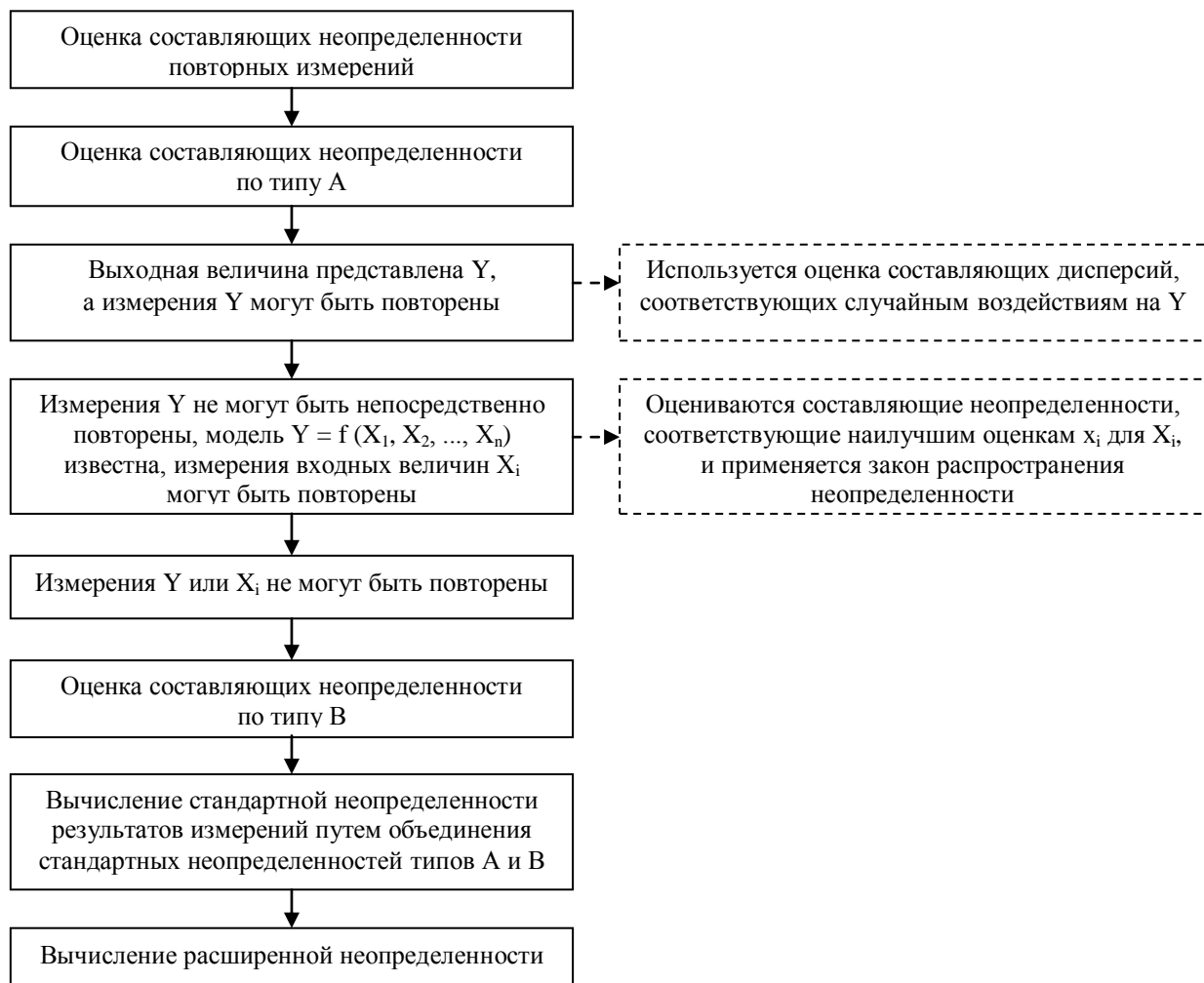


Рис. 1. Основные этапы оценки неопределенности повторных измерений

Любое наблюдение, которое может быть повторено, может обеспечить данные для оценки типа А, которая может быть применена и к случайным, и к систематическим воздействиям. Иногда очень трудно отличить систематическое воздействие от случайного. Это является результатом интерпретации и требует использования статистических моделей. В общем случае практически невозможно разделить случайные и систематические воздействия, хотя Руководство GUM рекомендует корректировать все систематические воздействия.

Многие случайные воздействия, зависящие от времени, часто являются результатом изменений внешних условий при проведении измерений. Поэтому в стандарте ISO/TS 21749 рассматриваются три уровня таких зависящих от времени изменений: краткосрочные изменения (повторяемость или прецизионность СИ) – уровень 1; промежуточные изменения (изменения, соответствующие дням или операторам или СИ, называемые промежуточной прецизионностью) – уровень 2; долгосрочные изменения (изменения, соответствующие сериям, или стабильность, которая может не относиться ко всем процессам, или условия промежуточной прецизионности) – уровень 3.

Для описания многих процессов измерений и оценки составляющих неопределенности, зависящих от времени, обычно достаточно эксперимента с двумя уровнями (двухуровневого эксперимента). Эксперимент с тремя уровнями рекомендуется для исследования влияния источников изменчивости, которые проявляются в течение продолжительного времени.

Измерения на объектах испытаний обычно выполняются в лаборатории в один день с участием одного оператора с применением одного СИ и т.д., то есть в условиях сходимости. Если для характеристики всех измерений, выполняемых в лаборатории, необходимо использовать неопределенность, то ее следует определять для отклонений, соответствующих: используемому оборудованию и СИ; операторам и другим причинам.

Оценки неопределенности типа В также применяются как к случайным, так и к систематическим воздействиям на результаты измерений. Некоторые примеры источников неопределенности, для которых применяют оценку типа В: исходные эталоны, калиброванные другой лабораторией; физические константы, используемые при вычислении регистрируемого значения; воздействия окружающей среды, по кото-

рым может быть сформирована выборка; недостаточная разрешающая способность оборудования и др.

**4. Результирующие оценки неопределенности лабораторных измерений.** В самом общем случае закон распространения неопределенности использует модель в виде функции одной или нескольких переменных  $X, Z, \dots: Y = f(X, Z, \dots)$ .

В стандарте ISO/TS 21749 приведены примеры стандартных отклонений величин, которые являются функциями одной и двух переменных.

Оценки повторяемости, воспроизводимости и правильности метода, полученные при совместном исследовании в соответствии с требованиями стандартов ISO серии 5725, позволяют получать внутрилабораторные и межлабораторные составляющие неопределенности, а также оценку неопределенности результатов, связанную с правильностью метода. Обычно не применяют данные повторяемости в отсутствие данных воспроизводимости.

В стандарте ISO 21748 применяется статистическая модель, сформулированная в виде уравнения

$$y = \mu + \delta + B + \sum c_i x_i + e, \quad (1)$$

где  $y$  – результат измерений;  $\mu$  – неизвестное математическое ожидание;  $\delta$  – смещение, присущее методу измерений;  $B$  – лабораторная составляющая смещения;  $x_i$  – отклонение от номинального значения  $x_i$ ;  $c_i$  – коэффициент чувствительности, равный  $\partial y / \partial x_i$ ;  $e$  – остаточная погрешность.

Предполагается, что  $B$  и  $e$  подчиняются нормальному распределению с нулевым средним и дисперсиями  $\sigma_L^2$  и  $\sigma_r^2$  соответственно.

Стандартная неопределенность  $u(y)$  оценивается по уравнению:

$$u(y) = \sqrt{u^2(\hat{\delta}) + s_L^2 + \sum c_i^2 u^2(x_i) + s_r^2}, \quad (2)$$

где  $s_L^2$  – оценка дисперсии  $B$ ;  $s_r^2$  – оценка дисперсии  $e$ ;  $u(\hat{\delta})$  – неопределенность, вызванная неопределенностью оценки  $\delta$ , полученной на основе измерений исходного эталона или образца сравнения с опорным (сертифицированным) значением  $\hat{\mu}$ ;  $u(x_i)$  – неопределенность, связанная с  $x_i$ .

#### ОСОБЛИВОСТІ ОЦІНКИ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ ПРИ ЛАБОРАТОРНИХ ВІМІРЮВАННЯХ

О.М. Величко, Т.Б. Гордієнко

Основною для взаємного визнання результатів проведених вимірювань і випробувань є застосування Міжнародної настанови з оцінки невизначеності вимірювань (GUM). Розглянуті особливості оцінки невизначеності при лабораторних вимірюваннях, які регламентуються міжнародними стандартами.

**Ключові слова:** невизначеність, лабораторія, вимірювання.

#### PECULIARITIES OF THE UNCERTAINTY ESTIMATION IN LABORATORY MEASUREMENTS

O.M. Velychko, T.B. Gordiyenko

Basis for mutual confession of results of the conducted measurements and tests is application of International Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM). The peculiarities of the uncertainty estimation in laboratory measurements are considered, which are regulated by international standards.

**Keywords:** uncertainty, laboratory, measurement.

Так как стандартное отклонение воспроизводимости  $s_R$  задается равенством  $s_R^2 = s_L^2 + s_r^2$ , то уравнение (2) приобретет вид

$$u(y) = \sqrt{u^2(\hat{\delta}) + s_R^2 + \sum c_i^2 u^2(x_i)}. \quad (3)$$

#### Выводы

Международное руководство по оценке неопределенности измерений – GUM широко применяются в метрологической практике в международных стандартах, которые используются испытательными и калибровочными лабораториями.

Международные стандарты, в которых внедрены положения Руководства GUM, значительно облегчают работы по оценке неопределенности при лабораторных измерениях.

#### Список литературы

1. ISO/IEC Guide 98-3:2008. *Uncertainty of measurement. – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement.*
2. ISO/IEC 17025:2005. *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.*
3. ДСТУ ISO/IEC 17025-2006. *Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій.*
4. ISO 21748:2010. *Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation.*
5. ISO/TS 21749:2005 *Measurement uncertainty for metrological applications. – Repeated measurements and nested experiments.*
6. ISO 5725-1:1994. *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. – Part 1: General principles and definitions.*
7. ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-1:2005. *Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 1. Основні положення та визначення.*
8. ISO 3534-1:2006. *Statistics. – Vocabulary and symbols. – Part 1: General statistical terms and terms used in probability.*
9. ISO 3534-3:1999. *Statistics. – Vocabulary and symbols. – Part 3: Design of experiments.*

Поступила в редколлегию 1.12.2010

**Рецензент:** д-р техн. наук, проф. И.П. Захаров, Харьковский национальный университет радиоэлектроники, Харьков.