

УДК 389.14

В.Р. Константинова

Союз метрологов Болгарии, София, Болгария

НЕКОТОРЫЕ ВОПРОСЫ ПО ОЦЕНКЕ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ В ЛАБОРАТОРНОЙ ПРАКТИКЕ

В статье рассмотрены существующие проблемы при приложении международных требований к неопределенности измерения в лабораториях. Предлагаются возможные способы, которые могут обсуждаться и могут помочь специалистам при оценке экспериментальных результатов измерений и калибровок в соответствии с международными документами.

Ключевые слова: неопределенность измерения, калибровочные и измерительные возможности (СМС), бюджет неопределенности.

Введение

Основные принятые международные документы создают унифицированную базу для выражения и вычисления параметра «неопределенность», который имеет большое значение при обмене информацией об измерениях. В Болгарии используется Международное руководство по оценке неопределенности измерений (GUM) [1], как национальный стандарт БДС ENV 13005:2008.

В 1995 году сделаны первые шаги в применении руководства в метрологической практике – в основном в эталонных лабораториях болгарского Национального метрологического центра, а также в калибровочных лабораториях. Введенные за последние десять лет международные стандарты устанавливают требования к технической компетентности испытательных и калибровочных лабораторий [3], требования к медицинским лабораториям [4], а также к производителям референтных материалов, а разработанные руководства ЕА для оценки неопределенности [2, 9] имеют сильное влияние и продолжают способствовать введению параметра «неопределенность», как части результата измерения, в лабораторную практику и прикладную метрологию. Другим фактором, который имеет определяющее значение при оценке неопределенности, является ее международное признание в качестве универсальной оценки измерительной информации, которая используется не только в текущей работе, но и при сравнении результатов, полученных при участии в межлабораторных и международных сличениях, оценке соответствия, принятии технических решений. Международные и национальные документы требуют, чтобы она была документирована, выражена и рассчитана по установленным и общепринятым методам, опубликованным международными организациями по метрологии, стандартизации и аккредитации.

Независимо от накопленного за последние десятилетия опыта по применению неопределенности измерения, все еще в нашей практике встречаются

вопросы, которые требуют выяснения и уточнения, например, модели измерения, функции измерения (особенно в случаях сложных и многоэтапных методов испытаний и калибровок), более полного определения источников неопределенности и влияющих факторов в практике лабораторий, а также уточнения некоторых методических вопросов, относящихся к инструментальной неопределенности калибровочных и измерительных возможностей лабораторий при калибровке средств измерений на базе их актуальной дефиниции [7, 10].

Затронутые вопросы и полученные предложения по их разрешению подлежат дискуссии и обмену информацией, что и является одной из целей статьи.

Основной материал

1. Некоторые основные предпосылки для обеспечения обмена измерительной информацией. Результат измерения имеет смысл и ценен тогда, когда отвечает международным критериям и правилам, и признается заинтересованными странами и организациями. Для того чтобы сравнить результаты измерений конкретной величины данного вида, определенной характеристики объекта, независимо от того, где, когда и кем эти результаты получены, а также обеспечить доверие к ним, необходимы следующие предпосылки.

А. Выражение и вычисление результатов измерений, калибровок и испытаний по общепринятым правилам и методам (значение величины, *неопределенность измерения*) в принятых международных единицах или указанных по соглашению принятых референтных элементов (reference, основа для сравнения) [1, 8].

Б. Обеспечение метрологической прослеживаемости к объявленному, общепринятому референтному элементу, который согласно определению может быть: практической реализацией определения единицы измерения, процедурой измерения, эталоном, а также сертифицированным референтным материалом (CRM) [8]. На каждом уровне неразрывной цепи метрологической прослеживаемости (эталон и калибровки), результаты выражаются с *неопределенно-*

стью, которая связывает окончательный результат измерения с референтным элементом [5, 8].

В. Осуществление измерений по утвержденным (валидированным) методам, включая стандартные методы.

Г. Участие в международных и межлабораторных сличениях, схемах испытания пригодности (РТ).

Неопределенность измерения существует в каждом из перечисленных действий и представляет качество результата измерения.

2. Некоторые проблемы оценки неопределенности при практическом применении требований.

При разработке процедуры оценки неопределенности, которая является частью процедуры (методики) измерения, процедуры калибровки, процедуры испытания, существенное значение имеет составление бюджета неопределенности измерения. Он должен содержать объявленную неопределенность, ее составляющие, оценки и их суммирование. В соответствии с определением бюджета неопределенности, [8] он должен включать: модель измерения калибровки или испытания, функцию измерения, оценки, неопределенности, принадлежащие величинам этой модели, ковариации, если имеются, тип приложенной плотности распределения (вероятностей), степени свободы, тип оценки неопределенностей: по **типу А** и по **типу В**, коэффициент охвата, вклады стандартных неопределенностей, выражение суммарной стандартной неопределенности и расширенной неопределенности. Для выполнения этих требований специалисты должны иметь обширные знания по сути конкретного измерения, испытания, калибровки, использованных технических средств, методов анализа и обработки данных измерительного процесса при реализации этих деятельности и исследований.

Независимо от накопленного опыта при применении неопределенности измерения в лабораторной практике возникают вопросы, которые создают трудности при вычислениях неопределенностей результатов. Некоторые из них связаны с: недостаточно ясной, адекватной, полной моделью измерения при калибровке/испытании, недооценкой или неполным определением некоторых влияющих факторов при ее реализации; недостаточной оценкой и анализом существующей информации в случаях, когда в процессе измерения при калибровке референтным элементом служит процедура измерения и/или референтный материал, вещество (например, в области аналитической химии, биологии, медицины).

Другой проблемой, имеющей методический характер, является практическое определение калибровочных и измерительных возможностей лабораторий (СМС), особенно в случаях, когда не осуществлено участие в межлабораторных сличениях. Известно, что калибровочные лаборатории должны объявить клиентам измерительный интервал СМС.

3. Возможные способы преодоления части проблем. В основном метрологическая практика

показывает, что преодоление части этих проблем может разрешиться посредством применения совместного подхода при оценке неопределенности измерения. Он основан на количественном определении характеристик метода/процедуры измерения (сходимость, воспроизводимость и правильность), а также на экспериментальном определении влияющих величин и их количественной оценки, как отдельных вкладов в неопределенность измерения, на основе причинно-следственного подхода, указанного в Руководстве по выражению неопределенности (GUM [1]). В результате совместного применения двух подходов можно получить суммарную оценку неопределенности. Полезным документом, в котором даны указания по рассмотренным случаям, является международный документ ISO 21748. В нем даны указания для определения неопределенности результата измерения через использование характеристик метода измерения.

В соответствии с действующими документами международных организаций (Международного бюро мер и весов (BIPM) и Международной организации аккредитованных лабораторий (ILAC)) по отношению к калибровочным и измерительным возможностям (СМС) следует, что «СМС – это возможность измерения и калибровки, предоставляемая клиентам при нормальных условиях: опубликованная в базе данных ключевых сличений BIPM CIPM MRA; или описанная в охвате аккредитации лаборатории данной страны, подписавшей Соглашение ILAC» [7]. Это определение относится к услугам по калибровке и измерениям, которые предоставляют Национальные метрологические институты с международно-признанными СМС, аккредитованные лаборатории СМС, и страна, которая подписала Соглашение Международной организации ILAC и имеет признание в области калибровки. Международные организации используют актуальный, согласованный термин СМС (calibration and measurement capability) вместо использованного в некоторых документах ВМС (best measurement capability). СМС выражается расширенной неопределенностью измерения при доверительном уровне (вероятность охвата) $P = 95\%$ и коэффициенте охвата $k = 2$ [10]. Признание СМС для Национальных метрологических институтов является вопросом, который методически решается через участие в международных сличениях [7].

Калибровочные лаборатории должны объявить клиентам измерительный интервал и СМС. Это требует оценивания неопределенности измерения, которую лаборатория достигает при конкретном виде калибровки и измерительном интервале при исполнении «более или менее текущих калибровок» «наилучшего существующего средства измерения». Текущие калибровки – это калибровки, которые обычно лаборатория осуществляет при помощи технических средств и персонала, которыми она располагает при использовании установленных, документированных процедур калибровок ее системой управления. При

составлении бюджета неопределенности измерения для оценки и доказательства СМС, следуя дефиниции, необходимо создать такую модель, с которой проводится калибровка «наилучшего существующего средства измерения», т.е. с «почти идеальными метрологическими характеристиками». В этой модели для вкладов характеристик средства в неопределенность, если возможно, должно быть выделено, когда они влияют, когда равны нулю или пренебрежимо малы в случаях калибровки «наилучшего существующего средства измерения». Бюджет неопределенности не должен включать вклады, связанные с калибровкой технического средства. В таких случаях клиенты должны быть информированы, что СМС не содержит вклады, связанные с калибровкой средства измерения. Таким образом, «идеализированный бюджет» дает оценку СМС данной лаборатории, но практически и экспериментально сможет ли она подтвердиться и каким методом?

Следовательно, в соответствии с определением, чтобы определить и доказать СМС, лаборатория должна провести калибровку «наилучшего существующего средства» для данного вида калибровки. Это должно быть средство, которое существует и находится в торговой сети, при этом рекомендуется, чтобы оно имело подходящую стабильность и устойчивость к влияниям.

Независимо от рекомендаций, международные организации должны конкретизировать и точнее определить процедуру оценки СМС в соответствии с определением СМС. Возможное решение – представить экспериментальное доказательство оценки СМС калибровочной лабораторией, когда в качестве «наилучшего существующего средства» для данного вида калибровки используется средство, которое имеет метрологические характеристики, подобные использованному эталону при калибровке, или лучше них, но при условии, что модель измерения это позволяет. Другой возможностью для калибровочных лабораторий является использование результатов межлабораторных сличений при оценке своих измерительных и калибровочных возможностей по методологии лабораторий национальных метрологических институтов.

Перечисленные способы требуют подробного обсуждения метрологической общественностью для создания конкретных правил применения методологии.

Множество проблем, связанных с правильным применением правил оценки неопределенности измерения лабораториями и организациями могли бы быть устранены, если бы увеличилась доля публикуемых стандартных или валидированных методов

калибровки и испытаний, которые содержат метод оценки неопределенности, а также, если бы было увеличено издание руководств авторитетными международными организациями по метрологии для этой цели.

Особо важной мерой в преодолении методических пропусков при оценке неопределенности является систематическое повышение знаний и квалификации персонала, который разрабатывает, исследует и применяет методы измерения, испытания и калибровки.

Выводы

Для полного применения документов по выражению неопределенности измерения требуется повышение компетентности в области измерений.

Разработка указаний по применению некоторых современных концепций в области обработки результатов измерений будет способствовать получению более точных оценок, объявлению и обмену корректной измерительной информацией.

Разработка стандартов на методы испытаний и калибровок, содержащих процедуры вычисления неопределенностей, поможет унифицировать применение неопределенностей.

Список литературы

1. ISO/IEC Guide 98-3:2008. *Uncertainty of measurement. – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995).*
2. EA-4/02:1999, *Expressions of the Uncertainty of Measurements in Calibration (including supplement 1 to EA-4/02) (previously EAL- R2).*
3. ISO/IEC 17025:2005. *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.*
4. ISO 15195:2003, *Laboratory medicine – Requirements for reference measurement laboratories.*
5. ILAC P -10:2002, *Policy on Traceability of Measurement Results.*
6. ISO 21748. *Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation.*
7. *Calibration and Measurement Capabilities in the context of the CIPM –MRA-D-04, ver. 2, 2010.*
8. JCGM 200:2008 *International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (Available from www.BIPM.org).*
9. EA 4/16 *EA guidelines on the expression of uncertainty in quantitative testing.*
10. ILAC-P14:12/2010 *ILAC Policy for Uncertainty in Calibration.*

Поступила в редколлегию 27.12.2010

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

ДЕЯКІ ПИТАННЯ ЗА ОЦІНКОЮ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ В ЛАБОРАТОРНИЙ ПРАКТИЦІ

В.Р. Константинова

У статті розглянуті існуючі проблеми при додатку міжнародних вимог до невизначеності вимірювання в лабораторіях. Пропонуються можливі способи, які можуть бути обговорені та можуть сприяти фахівцям при оцінці експериментальних результатів вимірювань і калібрувань відповідно до міжнародних документів.

Ключові слова: невизначеність вимірювання, калібрувальні і вимірювальні можливості, бюджет невизначеності.

SOME PRACTICAL ISSUES ON EVALUATION OF UNCERTAINTY IN LABORATORY PRACTICE

V.R. Konstantinova

In this paper some problems on implementation of international requirements for measurement uncertainty in laboratories are discussed. The proposals for their resolving can be debated by metrologists. They could be useful and assist the specialists in evaluation of experimental and measurement results in accordance with international documents on measurement uncertainty.

Keywords: *measurement uncertainty, calibration and measurement capability, uncertainty budget.*