

**П.С. Серенков,**

заведующий кафедрой «Стандартизация, метрология и информационные системы» Белорусского национального технического университета, д. т. н.



# ОЦЕНИВАНИЕ ТОЧНОСТИ МЕТОДОВ ИЗМЕРЕНИЙ В ИСПЫТАТЕЛЬНЫХ И КАЛИБРОВОЧНЫХ ЛАБОРАТОРИЯХ

**Е.Н. Савкова,**

доцент кафедры «Стандартизация, метрология и информационные системы» Белорусского национального технического университета, к. т. н.



**П**родукция, рассматриваемая с позиций стандартов ISO 9000 как результат процесса включает четыре категории: услуги, программные средства, технические средства и перерабатываемые материалы. Следовательно, аккредитованная испытательная и (или) калибровочная лаборатория, осуществляя свою деятельность (оказывая услуги по проведению испытаний и (или) калибровок), занимается производством продукции,

которой необходимо управлять на всех стадиях ее жизненного цикла. При этом важной составляющей деятельности являются применяемые лабораторией методы, выбор которых

представляет собой компромисс между предъявляемыми требованиями и затратами. В соответствии с СТБ ISO/IEC 17025 лаборатория должна осуществлять текущий контроль (мониторинг) корректности выполняемых испытаний и калибровок, поэтому применяемые лабораторией методы измерений должны быть валидированы. К мероприятиям, которые входят в

план контроля и позволяют оценить важнейший показатель каче-

ства измерений — точность, относят участие в программах межлабораторных сличений и повторные калибровки или испытания с применением одного и того же или разных методов. В Руководстве по выражению неопределенности [1] и СТБ ИСО 5725 рассматриваются подходы к оцениванию точности процесса измерений, основанные на анализе влияющих входных величин, и так называемые эмпирические. Выбор соответствующего подхода, по мнению авторов, необходимо осуществлять с позиций моделирования измерительной задачи в зависимости от стадии жизненного цикла метода. В данной работе приведены рекомендации по выбору подхода оценивания точности метода измерений как фактора, влияющего на качественные показатели деятельности лаборатории на рынке.



**Факторы изменчивости метода. Метод измерения** — логическая последовательность операций, описанная в общем виде, которая применяется при выполнении измерений [2]. В соответствии с ГОСТ 8.010 **методика выполнения измерений** — совокупность операций и правил, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с известной погрешностью [3]. В Руководстве по выражению неопределенности дано следующее определение методики выполнения измерений (измерительной процедуры): это специально описанная совокупность операций, используемая при выполнении конкретных измерений в соответствии с данным методом. Измерительная процедура обычно вносится в документ. . . , и содержащиеся в нем сведения являются достаточными для оператора, чтобы выполнить измерения без дополнительной информации [1]. Таким образом, методика измерений представляет собой документированный алгоритм выполняемых измерительных процедур.

В ГОСТ 8.010 (Приложение А) приведены составляющие погрешности измерений, которые классифицированы на методические, инструментальные и субъективные. При этом собственно методические составляющие характеризуются следующими факторами изменчивости:

- 1) неадекватность контролируемому объекту модели, параметры которой принимаются в качестве измеряемых величин;
- 2) отклонения от принятых значений аргументов функции, связывающей измеряемую величину с величиной на «входе» средства измерений (первичного измерительного преобразователя);
- 3) отклонения от принятых значений разницы между значениями измеряемой величины на входе средств измерений и в точке отбора;
- 4) погрешность из-за эффектов квантования;
- 5) отличие алгоритма вычислений от функции, строго связывающей результаты наблюдений с измеряемой величиной;
- 6) погрешности, возникающие при отборе и приготовлении проб;
- 7) погрешности, вызываемые мешающим влиянием факторов пробы (мешающие компоненты пробы, дисперсность, пористость и т. п.).

В СТБ ИСО 5725 среди множества факторов, способствующих изменчивости результатов в зависимости от метода измерений, выделены пять основных:

- 1) оператор;
- 2) используемое оборудование;
- 3) калибровка оборудования;
- 4) условия окружающей среды;
- 5) время, проходящее между измерениями.

Данное описание свидетельствует о более широкой трактовке понятия метода измерений [4].

Оценивание показателей точности метода измерений можно выполнять на основе анализа перечисленных факторов, применяя «модельный» подход [5] либо путем регистрации измеряемых величин в заданных условиях — подход эмпирический.

**Модельный и эмпирический подходы к оцениванию точности метода измерений.** Данные подходы, классификация которых представлена на рисунке 1, подробно рассмотрены И.П. Захаровым и С.В. Водотыкой в работе [5].

**Модельный (восходящий) подход** подразумевает составление модельного уравнения и вычисление результата измерения (выходной величины) и его неопределенности через значения и неопределенности входных величин. Достоинством модельного подхода является возможность анализа вкладов неопределенности, позволяющая в дальнейшем осуществить менеджмент измерительного процесса в направлении повышения достоверности получаемых результатов. Важным элементом модельного подхода является бюджет неопределенности, облегчающий учет составляющих, их анализ и при необходимости служащий основой

для автоматизации оценивания неопределенности [6]. Общими недостатками всех реализаций такого подхода является сложность в учете составляющей неопределенности, которая обусловлена неадекватностью модельного уравнения объекту и реальным условиям измерения, а также низкая достоверность получаемых оценок расширенной неопределенности, обусловленная неизбежными упрощениями и ограничениями при учете исходных данных о законах распределения и степени корреляции оценок входных величин.

В зависимости от **применяемого способа комбинирования составляющих** в основе реализации модельного подхода может использоваться закон распространения неопределенности или закон распространения распределений. **Закон распространения неопределенности** используется в базовой процедуре GUM и тождественен принципу суммирования дисперсий и ковариаций, заложенному в INC-1. Математически этот подход следует из аппроксимации модельного уравнения членами ряда Тейлора первого порядка и имеет вытекающие отсюда недостатки: применение такого подхода при существенно нелинейной зависимости дает смещенную оценку результата измерений и недостоверную оценку суммарной стандартной неопределенности [7].

INC-1 и базовая процедура GUM предполагает отдельное оценивание неопределенности входных величин статистическим и нестатистическим методами с последующим расчетом вкладов неопределенности **через коэффициенты чувствительности**. Процедура вычисления коэффициентов чувствительности часто вызывает затруднения у метрологов-практиков. Облегчить этот процесс позволяет применение **метода частных приращений**, который к тому же позволяет автоматизировать процесс вычисления вкладов неопределенности и может быть использован при создании программного средства. Уменьшить влияние нелинейности модельного уравнения при вычислении суммарной неопределенности типа А и осуществить учет наблюдаемой корреляции между оценками входных величин без вычисления значений коэффициентов корреляции можно путем применения **методов трансформации и редукции** [8]. **Метод трансформации** применяется при отсутствии корреляции, **метод редукции** — при ее наличии. В результате применения этих методов можно сразу получить суммарный вклад от составляющих неопределенности типа А (без вычисления коэффициентов чувствительности), который затем суммируется с вкладами типа В в соответствии с законом распространения неопределенности.

После получения суммарной стандартной неопределенности в базовом алгоритме производится оценивание расширенной неопределенности. Его можно осуществлять различными способами: **через эффективное число степеней свободы**, вычисляемое по формуле Велча-Саттерсвейта, **методом суммирования эксцессов распределений, методом свертки распределений** (которую можно осуществлять аналитически **через интеграл Дюамеля** или численно **методом дискретной свертки**), а также используя **закон распространения расширенной неопределенности**. Реализация всех этих способов дает приближенную оценку расширенной неопределенности. Математическое моделирование, проведенное авторами, позволило сделать вывод, что закон распространения расширенной неопределенности обеспечивает наиболее достоверную оценку расширенной неопределенности с учетом наблюдаемой корреляции (на что не рассчитаны другие перечисленные способы).

Устранить недостатки закона распространения неопределенности при использовании модельного подхода можно за счет применения **закона распространения распределений**, реализация которого **методом Монте-Карло** описана в Приложении 1 к GUM [7]. Алгоритмы реализации метода Монте-Карло и программных средств на его основе подробно описаны в [9]. Следует отметить, что, несмотря на очевидные достоинства метода Монте-Карло, ему присущи все недостатки модельного подхода.

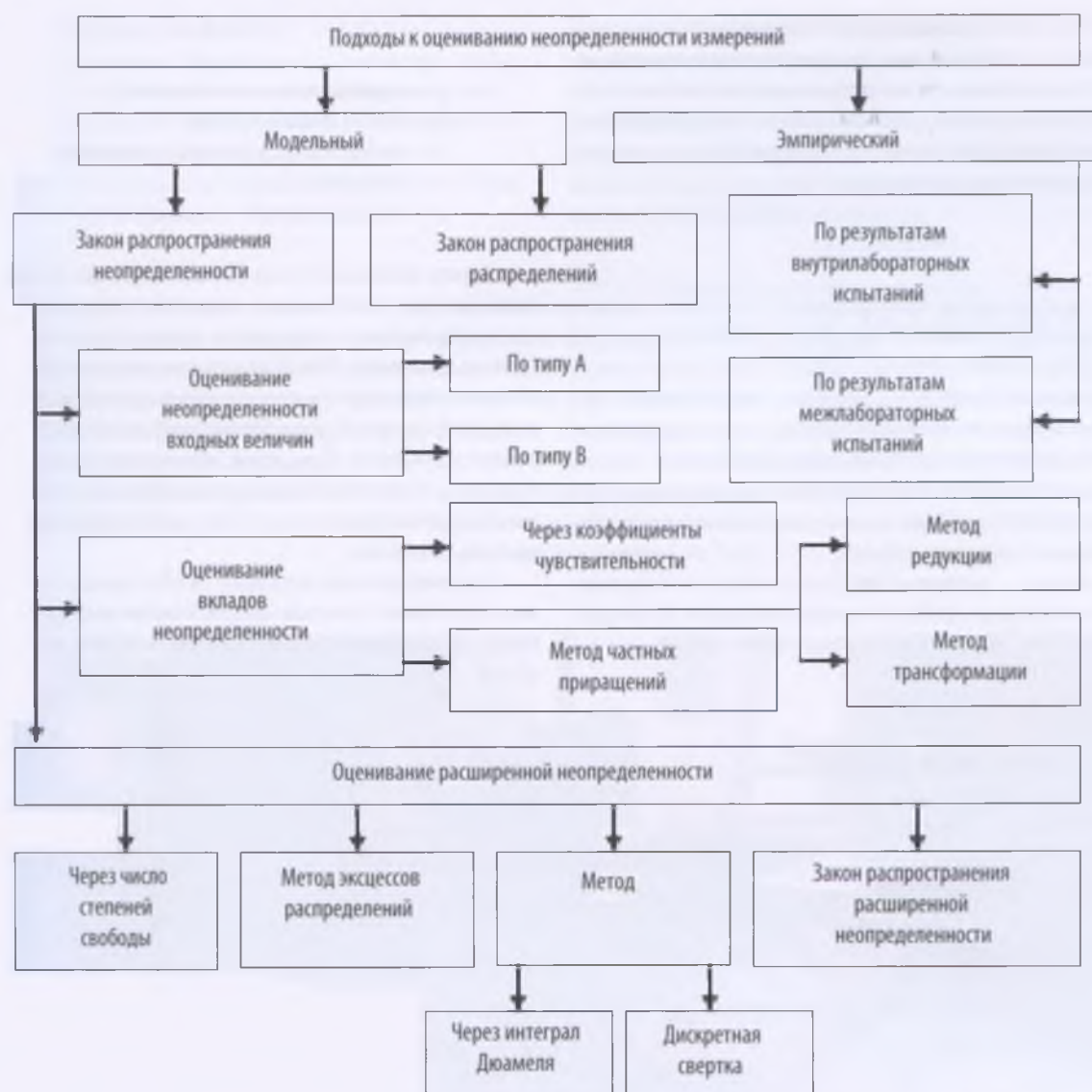


Рисунок 1 — Классификация подходов к оцениванию неопределенности измерений

**Эмпирический (нисходящий) подход** [10] основан на анализе результатов измерений при проведении внутрिलाбораторных и межлабораторных испытаний. Он позволяет не только учесть неадекватность модельного уравнения объекту и реальным условиям измерения при оценивании неопределенности измерений, но и оценить систематическую составляющую (правильность) получаемых результатов. Недостатком эмпирического подхода является невозможность анализа вкладов неопределенности, которая в дальнейшем позволила бы оптимизировать измерительный процесс.

**Внутрिलाбораторные испытания**, проводимые при разработке и оценке пригодности метода, сводятся к определению характеристик эффективности. При оценивании неопределенности на основе полученных при этом данных используют [11]: наиболее достоверную из имеющихся оценок общей прецизионности; наиболее достоверную имеющуюся оценку общего смещения и его неопределенности; оценки любых неопределенностей, связанные с теми факторами, которые недостаточно полно отражены в установленных характеристиках эффективности (например, неопределенность пробоотбора [12]).

Следует отметить, что Руководство [12] различает четыре способа реализации эмпирического подхода при оценивании неопределенности

пробоотбора:

- **дубликатный** (один отборщик пробы многократно использует один метод отбора);
- **протокольный** (один отборщик пробы многократно использует несколько методов отбора);
- **метод совместных испытаний** (несколько отборщиков используют один метод отбора);
- **профессиональный** (несколько отборщиков используют несколько методов отбора).

В ходе **межлабораторных испытаний** определяются показатели правильности и прецизионности [4]. Пересчет характеристик этих оценок в характеристики неопределенности осуществляется с помощью процедур, описанных в [13].

**Рекомендации по выбору рациональных подходов оценивания точности метода измерений.** Модельный подход — **анализ влияющих величин**, применяется в случаях, когда «природа метода может помешать выполнить строгую метрологически и статистически достоверную оценку неопределенности измерений. В этих случаях лаборатория должна, по крайней мере, попытаться

ся выявить все составляющие неопределенности, выполнить приемлемое оценивание, которое должно быть основано на знании характеристик метода, на области измерений, и в нем должны использоваться, например, предыдущий опыт и данные по валидации». Данный подход предполагает использование модели для расчета оценки выходной величины  $y$  и суммарной стандартной неопределенности:

$$Y = f(x_1, x_2, \dots, x_n),$$

$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left( \frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=i+1}^n \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j)}.$$

Оценки входных величин  $x_1, x_2, \dots, x_n$  (часто представляющие собой функции) и их неопределенности могут оцениваться экспериментально либо на основе анализа фонда доступной информации. Степень строгости оценивания зависит от требований метода испытаний, требований заказчика и наличия узких границ (допусков), на которых основываются решения о соответствии техническим условиям.

Второй подход — **эмпирический**, основан только на экспериментальных (статистических) способах получения информации об измеряемой величине, статистическая модель которой может быть описана выражением:

$$y = m + B + e,$$

- где  $y$  — результат измерений (испытаний);  
 $m$  — общее среднее значение;  
 $B$  — лабораторная составляющая смещения в условиях повторяемости;  
 $e$  — случайная ошибка.

Подход заключается в том, что испытательная лаборатория подтверждает свою компетентность посредством периодического участия в межлабораторном эксперименте по оценке точности (правильности и (или) прецизионности). Лаборатория также может проводить эксперименты на внутрилабораторном уровне, выделив основные факторы изменчивости (оператор, используемое оборудование, калибровка оборудования, условия окружающей среды, время, проходящее между измерениями), оставляя их постоянными (условия повторяемости), изменяя их полностью (условия воспроизводимости) либо частично (промежуточные условия прецизионности).

Применение данных подходов и соответствующих показателей точности обусловлено, по мнению авторов, в первую очередь стадиями жизненного цикла метода измерений, который схематически представлен на рисунке 2.

Информативность метода

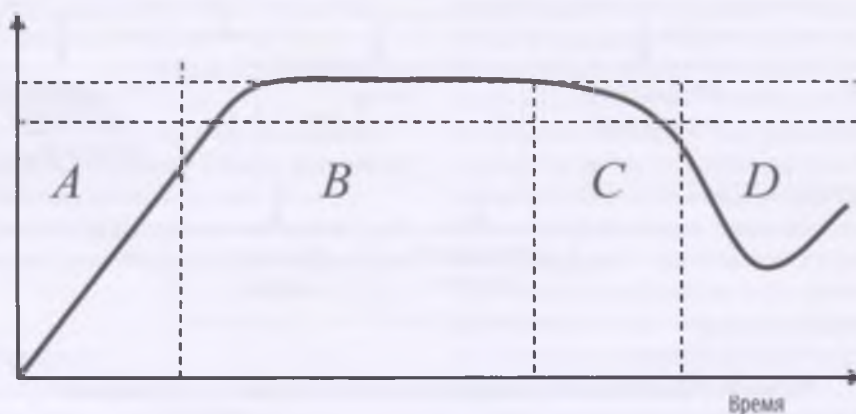


Рисунок 2 — Стадии жизненного цикла метода измерений (испытаний)

**Зона А** соответствует этапу разработки, проектирования измерительного эксперимента, когда необходимо изучить характеристики метода на внутрилабораторном уровне. В этом случае лаборатории, как правило, используют первый подход, основанный на анализе входных величин  $x$  с установленной степенью строгости.

**Зона В** характеризует этап «зрелости» метода, когда измерительные процедуры верифицированы, имеется методика оценивания суммарной неопределенности и положительная репутация лаборатории подтверждается в процессе межлабораторных сличений. На данном этапе целесообразно применять эмпирический подход. Целесообразность дополнительных шагов по углублению анализа входных величин лаборатория предпринимает, руководствуясь экономическими соображениями.

**Зона С** характеризует этап, на котором показатели точности метода (например, смещение, пределы повторяемости и воспроизводимости) по тем или иным причинам ухудшаются, например, заметны их изменения

(тренды и (или) рассеяние). В данной ситуации необходимо применить первый подход — провести дополнительный анализ по оцениванию влияющих факторов и выполнить корректирующие действия в отношении изменчивости метода, ужесточая требования к факторам, или, используя методы Г. Тагути, реализовать робастное перепроектирование измерительной процедуры.

**Зона D** соответствует условиям, когда характеристики метода перестали удовлетворять принятым на межлабораторном уровне показателям точности и лаборатория, возможно, признана «выбросовой». И тогда лаборатория может объединить два рассмотренных подхода и использовать комбинированный метод, описанный в ISO/TS 21748, который предлагает следующую модель по оцениванию неопределенности [13]:

$$u^2(y) = s_R^2 + u^2(\mu) + \sum c_i^2 u^2(x_i),$$

где  $y$  — результат измерения;  
 $u(y)$  — суммарная стандартная неопределенность;  
 $s_R$  — стандартное отклонение воспроизводимости,  
 $u(\mu)$  — стандартная неопределенность аттестованного значения стандартного образца;  
 $u(x_i)$  — стандартная неопределенность, связанная с  $i$ -й влияющей величиной;

$c$  — коэффициент чувствительности.

При использовании модели необходимо выявить влияющие величины, не предусмотренные условиями эксперимента по определению стандартного отклонения воспроизводимости, а также влияющие величины, значения которых остались в ходе эксперимента постоянными. Для этого должна быть доступна полная информация о плане и результатах проведенного межлабораторного эксперимента.

**Выводы.** Аккредитованная испытательная и (или) калибровочная лаборатория для поддержания сильных позиций на рынке и хорошей профессиональной репутации должна обеспечивать высокое качество предоставляемых услуг, руководствуясь при этом разумным компромиссом между затратами ресурсов и получаемым результатом.

Так как одним из важнейших показателей качества деятельности лаборатории является точность измерений, необходимо осуществлять мониторинг применяемых измерительных процедур посредством применения модельного или эмпирического подхода к оцениванию точности измерений. Выбор подхода предлагается осуществлять в соответствии со стадией жизненного цикла метода измерений. На этапе

проектирования эксперимента и в ситуациях начальных проявлений изменчивости целесообразно применять модельный подход, на благоприятном этапе зрелости — эмпирический. В случаях резко увеличивающейся изменчивости, приводящей к выбросовым результатам при межлабораторных сличениях, рекомендуется использовать комбинированный подход.



## Литература

1. Руководство по выражению неопределенности измерения. — СПб.: Государственное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева». 1999. — 119 с.
2. Руководство ISO/IEC 99:2007 (E/F). Международный словарь по метрологии. Основные и общие понятия и соответствующие термины (VIM). — 181 с.
3. ГОСТ 8.010-99 Методики выполнения измерений. Основные положения. — 17 с.
4. СТБ ИСО 5725-1-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения.
5. Захаров І.П., Сергієнко М.П., Величко О.М., Чепела В.М. Методика оцінювання невизначеності вимірювань при виконанні метрологічних робіт// Системи обробки інформації — 2006. — Вип. 7 (56) — С. 32–34.
6. EA-4/02. Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration. EA, 1999. — 79 p.
7. JCGM 101:2008. Evaluation of measurement data — Supplement 1 to the «Guide to the expression of uncertainty in measurement» — Propagation of distributions using a Monte Carlo method. — BIPM, First edition 2008. — 88 p.
8. Rabinovich S.G. Measurement errors and uncertainty: theory and practice, 3rd edn. — New York: Springer. 2005. — 308 p.
9. Igor P. Zakharov, Sergey V. Vodotyka. Application of Monte Carlo simulation for the evaluation of measurements uncertainty//Metrology and Measurement systems, 2008, vol., XV, Number 1. P. 118–123.
10. Measurement uncertainty revisited: Alternative approaches to uncertainty evaluation. EUROLAB Technical Report No. 1/2007 — 62 p.
11. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. Second Edition. EURACHEM. LGC, 2000. — 120 p.
12. Eurachem, CITAC, Eurolab, Nordtest and the Analytical Methods Committee Guide: Measurement uncertainty arising from sampling — a guide to methods and approaches, 2007. — 102 p.
13. ISO/TS 21748:2004. Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation. ISO, 2004. — 30 p.