

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ЧЕРКАСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ТЕХНОЛОГІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ФАКУЛЬТЕТ ЕЛЕКТРОННИХ ТЕХНОЛОГІЙ, АВТОТРАНСПОРТУ ТА
МАШИНОБУДУВАННЯ

НАВЧАЛЬНО-МЕТОДИЧНИЙ ПОСІБНИК

з дисципліни «Похибки та невизначеності вимірювань»
для здобувачів освітнього ступеня «магістр»
зі спеціальності 175 Інформаційно-вимірювальні технології
усіх форм навчання

Черкаси
2024

УДК 681.2 (075.8)
Н 15

*Затверджено вченою радою ФЕТАМ,
протокол № 1 від 21.02.2024 р.,
згідно з рішенням кафедри
приладобудування, мехатроніки та
комп'ютеризованих технологій,
протокол № 6 від 29.01.2024 р.*

Упорядники: Трембовецька Р.В., д.т.н., доцент,
Гальченко В.Я., д.т.н., професор,
Тичков В.В., к.т.н., доцент,
Матвієнко Д.Г., к.т.н.

Рецензент Тимчик Г.С., д.т.н., професор, декан приладобудівного факультету Національного технічного університету України «КПІ ім. Ігоря Сікорського»

Н 15 Навчально-методичний посібник з дисципліни «Похибки та невизначеності вимірювань» для здобувачів освітнього ступеня «магістр» зі спеціальності 175 Інформаційно-вимірювальні технології усіх форм навчання [Електронний ресурс] / [Упоряд.: Р.В. Трембовецька, В.Я. Гальченко, В.В. Тичков, Д.Г. Матвієнко]; М-во освіти і науки України, Черкас. держ. технол. ун-т. – Черкаси: ЧДТУ, 2024. – 254 с. – Назва з титульного екрана.

Видання поглиблює знання здобувачів освітнього ступеня «магістр» зі спеціальності 175 Інформаційно-вимірювальні технології щодо методів та техніки оцінювання невизначеності вимірювань. Видання дає додатковий розвиток практичних навичок здобувачів щодо обробки даних та оцінці невизначеності, що сприяє забезпеченню високої якості продукції та послуг та допомагає розвитку нових технологій в галузі інформаційно-вимірювальної техніки.

УДК 681.2 (075.8)

Навчальне електронне видання
комбінованого використання

НАВЧАЛЬНО-МЕТОДИЧНИЙ ПОСІБНИК

**з дисципліни «Похибки та невизначеності вимірювань»
для здобувачів освітнього ступеня «магістр»
зі спеціальності 175 Інформаційно-вимірювальні технології
усіх форм навчання**

Упорядники:

**Трембовецька Руслана Володимирівна, Гальченко Володимир Якович,
Тичков Володимир Володимирович, Матвієнко Дмитро Георгійович**

В авторській редакції

ЗМІСТ

СПИСОК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ	7
ВСТУП	9
СИЛАБУС ДИСЦИПЛІНИ	10
КОНСПЕКТ ЛЕКЦІЙ	
ТЕМА 1. ОСНОВНІ ПОНЯТТЯ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ У ВИМІРЮВАННЯХ	13
1.1 Поняття невизначеності вимірювання 1.2 Класифікація невизначеності вимірювання 1.3 Способи оцінювання невизначеностей <i>Оцінювання стандартної невизначеності за типом A</i> <i>Оцінювання стандартної невизначеності за типом B</i> <i>Оцінювання сумарної стандартної невизначеності (комбінована невизначеність) при некорельованих вхідних величинах</i> <i>Оцінювання сумарної стандартної невизначеності (комбінована невизначеність) при корельованих вхідних величинах</i> <i>Розширена невизначеність</i> <i>Відносна невизначеність</i> 1.4 Критерій перевірки наявності кореляції між результатами вимірювань Контрольні питання до теми 1	
ТЕМА 2. ВИДИ НЕВИЗНАЧЕНОСТЕЙ У ВИМІРЮВАННЯХ 2.1 Класифікація видів невизначеностей <i>Інструментальні складові невизначеності</i> <i>Методичні складові невизначеності</i> <i>Суб'єктивні складові невизначеності</i> 2.2 Критерій несуттєвої невизначеності Контрольні питання до теми 2	26
ТЕМА 3. СПОСОБИ ОПРАЦЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАННЯ НА ОСНОВІ КОНЦЕПЦІЇ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ 3.1 Обробка результатів прямих вимірювань <i>Обробка результатів прямих вимірювань з одноразовим спостереженням</i> <i>Обробка результатів прямих вимірювань з багаторазовими спостереженнями</i> <i>Обробка групи прямих вимірювань з багаторазовими спостереженнями</i> 3.2 Обробка результатів опосередкованих вимірювань <i>Оцінювання невизначеності некорельованих вхідних величин</i> <i>Оцінювання невизначеності корельованих вхідних величин</i> 3.3 Опрацювання результатів сумісних вимірювань 3.4 Опрацювання результатів сукупних вимірювань	33

Контрольні питання до теми 3	
ТЕМА 4. ПРАКТИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ ТА ПРИКЛАДИ ОЦІНЮВАННЯ КОМПОНЕНТІВ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ 4.1 Практичні рекомендації, щодо оцінювання компонентів невизначеності <i>Випадковість та повторюваність спостережень</i> <i>Оцінювання кореляції між вхідними величинами</i> <i>Оцінювання складових невизначеності типу B</i> <i>Оцінювання математично детермінованих розподілів</i> <i>Оцінювання невизначеності значень запозичених величин</i> <i>Особливості оцінювання вхідних величин</i> <i>Оцінювання невизначеності стандартного зразка</i> 4.2 Узагальнений алгоритм оцінювання та подання невизначеності вимірювань 4.3 Порівняльний аналіз двох підходів до вираження характеристик точності вимірювань <i>Методика перерахунку характеристик похибок в характеристики невизначеності вимірювань</i> <i>Методика перерахунку характеристик невизначеності в характеристики похибки</i> Контрольні питання до теми 4	54
ТЕМА 5. НЕВИЗНАЧЕНОСТІ РЕЗУЛЬТАТІВ ДИНАМІЧНИХ ВИМІРЮВАНЬ 5.1 Динамічні характеристики засобів вимірювальної техніки 5.2 Форма подання динамічної невизначеності вимірювань 5.3 Невизначеність відновлення сигналів під час динамічних вимірювань Контрольні питання до теми 5	73
ТЕМА 6. ОЦІНЮВАННЯ ХАРАКТЕРИСТИК ТОЧНОСТІ РЕЗУЛЬТАТІВ ЛАБОРАТОРНИХ ВИПРОБУВАНЬ 6.1 Загальні положення 6.2 Експериментальний підхід до оцінювання невизначеності результатів випробувань 6.3 Робастні методи для оцінювання повторюваності результатів випробувань 6.4 Методика використання абсолютного медіанного відхилення при оцінюванні точності результатів випробувань Контрольні питання до теми 6	84
САМОСТІЙНА РОБОТА СТУДЕНТА	110
ТЕМА 1. ОСНОВНІ ПОНЯТТЯ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ У ВИМІРЮВАННЯХ Нормативні документи Завдання СРС Робота із інформаційними ресурсами щодо нормативних документів	110

ТЕМА 2. ВИДИ НЕВИЗНАЧЕНОСТЕЙ У ВИМІРЮВАННЯХ Галузь застосування суб'єктивного оцінювання Принцип невизначеності Гейзенберга Принцип доповнюваності і співвідношення невизначеностей Принцип суперпозицій Контрольні питання до теми 2	113
ТЕМА 3. СПОСОБИ ОПРАЦЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАННЯ НА ОСНОВІ КОНЦЕПЦІЇ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ Оцінювання невизначеності при калібруванні штангенциркуля ДСТУ 3989-2000 «Калібрування засобів виміральної техніки. Основні положення, організація, порядок проведення та оформлення результатів» Метрологічні характеристики штангенінструментів і порядок їх перевірки Калібрування штангенциркуля Завдання СРС. Оцінювання невизначеності при калібруванні штангенциркуля Оцінювання невизначеності вимірювання розміру деталі за допомогою компаратора Завдання СРС. Оцінювання невизначеності вимірювання розміру деталі за допомогою компаратора Калібрування портативного цифрового мультиметра в точці діапазону 100 В Методика калібрування Процес калібрування Можливі послідовності процесу калібрування Визначення точок калібрування Підключення та виконання вимірювань Одержання та обробка результатів Результати калібрування Обчислення невизначеностей Розрахунок невизначеностей у випадку, коли не спостерігається варіацій показів мультиметра, що калібрується Розрахунок невизначеностей у випадку, коли спостерігається варіація показів мультиметра, що калібрується Представлення результатів	118
ТЕМА 5. НЕВИЗНАЧЕНІСТЬ РЕЗУЛЬТАТІВ ДИНАМІЧНИХ ВИМІРЮВАНЬ Приклад оцінювання динамічної невизначеності при вимірюванні віброприскорення Приклад оцінювання динамічної невизначеності при вимірюванні динамічного моменту роторних систем	160

ТЕМА 6. НЕВИЗНАЧЕНІСТЬ ВИМІРЮВАНЬ ПРИ ВІДБОРІ ПРОБ	169
6.1 Відбір проб як частина процесу вимірювання	
6.2 Терміни та визначення щодо процесу відбору проб	
<i>Опис вимірюваної величини</i>	
<i>Відбір і фізична підготовка проби як джерела невизначеності вимірювань</i>	
<i>Джерела невизначеності</i>	
6.3 Оцінювання невизначеності вимірювань з урахуванням відбору проби	
<i>Підходи до оцінки невизначеності</i>	
<i>Загальні зауваження щодо дослідження невизначеності відбору проби</i>	
6.4 Емпіричний підхід	
<i>Джерела невизначеності</i>	
<i>Статистична модель для емпіричного оцінювання невизначеності</i>	
<i>Емпірична оцінка невизначеності</i>	
<i>Обчислення невизначеності та її складових</i>	
6.5 Модельний підхід	
<i>Причинно-наслідкове моделювання</i>	
<i>Застосування теорії відбору проб для оцінювання невизначеності</i>	
6.6 Експериментальні методи перевіряння похибки відбирання проб, готування проб і вимірювання	
Оцінювання невизначеності із врахування відбору проб	
Завдання СРС. Нітрат в тепличному салаті	
Завдання СРС. Сvineць у забрудненому верхньому шарі ґрунту	
Завдання СРС. Розчинене залізо в підземних водах	
Завдання СРС. Фермент в курячому кормі	
Завдання СРС. Відбір проб залізної руди	
Контрольні питання до теми 6	
ДОДАТКИ	226
Додаток А Зразок оформлення титульної сторінки	226
Додаток Б - Довідникові таблиці	227
Додаток В - Форми звітності згідно з ДСТУ 3989-2000	236
Додаток Г - Варіант тестового завдання до іспиту	239
ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ	242
СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ	250

СПИСОК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ ТА СКОРОЧЕНЬ

x_i - оцінка i -ї вхідної величини

x_{il} - l -й результат вимірювання i -ї вхідної величини

$\bar{x}_i$ - середнє арифметичне значення середнє арифметическое значение i -ї вхідної величини

y - оцінка вимірюваної величини

u - стандартна невизначеність

u_A - стандартна невизначеність, оцінена за типом A

u_B - стандартна невизначеність, оцінена за типом B

$u(x_i)$ - стандартна невизначеність оцінки i -ї вхідної величини

u_i - стандартна невизначеність одиничного вимірювання i -ї вхідної величини

$r(x_i, x_j)$ - коефіцієнти кореляції оцінок i -ї та j -ї вхідних величин

u_c - сумарна стандартна невизначеність

k - коефіцієнт охоплення;

$t_p(v)$ - квантиль розподілу Стюдента для довірчої ймовірності (рівня довіри) p та числа степенів свободи v

v_i - число степенів свободи при розрахунку невизначеності оцінки i -ї вхідної величини

v_{eff} - ефективне число степенів свободи прийняте у Рекомендаціях

$\hat{v}_{eff}$ - оцінка ефективного числа степенів свободи

U - розширена невизначеність

U_p - розширена невизначеність до рівня довіри p

S - СКВ випадкової похибки результату вимірювання

$S(x_i)$ - СКВ одиничного вимірювання при багатократних вимірюваннях i -ї вхідної величини

$S(\bar{x}_i)$ - СКВ середнього арифметичного значення при багатократних вимірюваннях i -ї вхідної величини

S_Σ - СКВ суми випадкових і невиключених систематичних похибок

K - коефіцієнт при підсумовуванні систематичної і випадкової складової сумарної похибки *

$f_{\text{эф}}$ - оцінка ефективного числа степенів свободи, прийнята в НД по метрології

Δ_p - довірчі границі сумарної похибки результату вимірювання для довірчої ймовірності p

z_p - квантиль нормального розподілу для довірчої ймовірності p

θ_i - границі i -ї складової невиключеної систематичної похибки

$\theta(p)$ - довірчі границі систематичної похибки вимірювання для довірчої ймовірності p

b_{i-} - нижня границя відхилення вимірюваної величини від результату вимірювання

b_{i+} - верхня границя відхилення вимірюваної величини від результату вимірювання

b_i - симетричні границі відхилення вимірюваної величини від результату вимірювання

ВП - вимірювальний перетворювач

ЗВТ - засіб вимірювальної техніки

ЗВ - засіб вимірювання

ІВТ - інформаційно-вимірювальна техніка

ISO - Міжнародна організація зі стандартизації

СКВ - середнє квадратичне відхилення

МНК - метод найменших квадратів

ВСТУП

Теорія похибок, що сформована на основі теоретичних та експериментальних досліджень, широко використовується у вітчизняній метрологічній практиці. Однак, починаючи з 70-х років в міжнародному співтоваристві метрологів починається дискусія про доцільність переходу до нового показника оцінки точності вимірювань.

Останніми роками практику метрологічних робіт впроваджуються нормативні документи, в яких результати вимірювань описуються з використанням поняття **«невизначеність»**, а не «похибка» вимірювання. Перехід від оцінки похибок вимірювань до оцінки їхніх невизначеностей затримується не тільки відсутністю чітких державних вимог, але й практичним незнайомством наукової спільноти з цим питанням. Відсутні не тільки необхідні в багатьох випадках прямі методики проведення таких оцінок, а й зрозумілі роз'яснення загального характеру з цього питання [1].

У 1993 р. Міжнародна організація по стандартизації (ISO) прийняла документ під назвою «Guide to expression of uncertainty in measurement: First edition» [2]. У 2001 р. Міждержавною радою зі стандартизації, метрології і сертифікації було прийнято міждержавний документ ДСТУ-Н РМГ 43:2006 [41], учасником якого є Україна. Проте цей документ широко не використовується в Україні, через складність процесу переходу на нові стандарти, та в першу чергу тому, що чинні нормативні метрологічні документи орієнтують на оцінки похибки результатів вимірювань.

Згідно із Законом України «Про метрологію і метрологічну діяльність» дозволяється використання оцінок похибки, проте для результатів вимірювань, що направляються закордон, необхідно давати оцінку їхніх невизначеностей.

Хоча країни Європи перейшли на використання невизначеностей, проблема переходу існує і там. Питання оцінки невизначеностей широко обговорюються й українськими метрологами з огляду на наявні метрологічні проблеми.

СИЛАБУС ДИСЦИПЛІНИ

«Похибки та невизначеності вимірювань»

Освітній рівень	другий (магістерський)
Статус дисципліни	Нормативна
Спеціальність	175 «Інформаційно-вимірювальні технології»
Освітня програма	«Інформаційно-вимірювальні технології»
Обсяг дисципліни	4 кредити ECTS (120 годин)
Види аудиторних занять	Лекції, практичні роботи
Індивідуальні завдання	-
Форма семестрового контролю	Іспит, курсова робота
Мова викладання	українська

Предмет дисципліни	вивчення навчальної дисципліни є методи та прийоми визначення та оцінки похибок та невизначеності вимірювань різноманітних величин, які використовують у наукових дослідженнях, промисловості та інших галузях діяльності.
Мета викладання дисципліни	Мета дисципліни «Похибки та невизначеності вимірювань» навчити студентів оцінювати похибки та невизначеність вимірювань, аналізувати результати вимірювань; підготувати студентів до роботи в промисловості та наукових дослідженнях, де точність та достовірність вимірювань є кінцевими факторами.
Завдання вивчення дисципліни	1. Усвідомлення та розуміння того, що таке похибка та невизначеність вимірювань, як вони пов'язані між собою, та які є способи їх вимірювання та оцінки. 2. Студенти повинні навчатися використовувати різні методи для вимірювання похибок та невизначеності вимірювань, такий як метод стандартних відхилень, метод закону поширення похибок та інші. 3. Студенти повинні навчатися аналізувати результати вимірювань, включаючи визначення середнього значення, похибки середнього, дисперсії та інших параметрів, які дозволяють зробити висновки про точність та достовірність отриманих результатів. 4. Дисципліна навчає студентів методам зменшення похибок та невизначеності вимірювань, включаючи підбір найточнішого приладу, використання калібрувальних засобів та ін.
Результати навчання	Загальні компетентності ЗК1 Знання та розуміння предметної області та розуміння професійної діяльності. ЗК3 Навички використання інформаційних і комунікаційних технологій ЗК5 Здатність до пошуку, оброблення та аналізу інформації з

	різних джерел Спеціальні (фахові, предметні) компетентності ФК1 Здатність обирати та застосовувати придатні математичні методи, комп'ютерні технології, а також підходи до стандартизації та сертифікації для вирішення завдань в сфері метрології та інформаційно-виміральної техніки. ФК2 Практичні навички розв'язування складних задач і проблем метрології, інформаційно-виміральної техніки, стандартизації при оцінюванні якості продукції ФК5 Здатність розв'язувати складні професійні завдання і проблеми на основі розуміння технічних аспектів забезпечення контролю якості продукції ФК6 Здатність застосовувати розуміння метрології як науки про вимірювання при роботі з технічною літературою та іншими джерелами інформації ФК14. Здатність оцінювати ефективність рішень в сфері метрології та метрологічного забезпечення з використанням комп'ютерного моделювання. ФК18 Здатність доцільно та обґрунтовано застосовувати основні принципи, методи та засоби повірки засобів вимірювання в залежності від їх призначення та у відповідності до метрологічних вимог.
Тематичний план дисципліни	ТЕМА Вступ ТЕМА 1 Основні поняття невизначеності у вимірюваннях ТЕМА 2 Види невизначеностей у вимірюваннях ТЕМА 3 Способи опрацювання результатів вимірювань на основі концепції невизначеності ТЕМА 4. Практичні рекомендації та приклади оцінювання компонентів невизначеності ТЕМА 5. Невизначеність результатів динамічних вимірювань ТЕМА 6. Оцінювання характеристик точності результатів лабораторних випробувань
Політика дисципліни	Під час здійснення освітнього процесу студент та викладач керуються наступними нормативними документами ЧДТУ https://chdtu.edu.ua/normative/regulations 1. Положенням про організацію контролю та оцінювання якості навчання студентів у Черкаському державному технологічному університеті. 2. Положенням про організацію освітнього процесу у Черкаському державному технологічному університеті 3. Кодексом академічної доброчесності Черкаського державного технологічного університету 4. Положенням про систему внутрішнього забезпечення якості вищої освіти у Черкаському державному технологічному університеті Основним критерієм оцінювання є виконання практичних робіт та курсової роботи. Відпрацювання запізнених завдань та

пропусків занять здійснюється у календарні терміни, визначені ЗВО. У разі неможливості бути присутнім на відпрацюванні, студент, за узгодженням з викладачем та ЗВО надсилає електронний звіт з виконання практичної роботи або завдання курсової роботи на Moodle сторінку дисципліни та, у разі необхідності, здійснює захист звіту шляхом відео зв'язку.

Складання іспиту передбачає обов'язкову присутність студента. Підсумкова кількість балів за навчальну дисципліну оцінюється у формі рейтингового балу, максимальне значення якого рівне 100, за розширеною шкалою та в системі ECTS. Підсумковий рейтинговий бал є простою сумою рейтингових балів за результатами рейтингового контролю, виконання практичних, модульних робіт, складання іспиту. Подання апеляцій з боку студентів здійснюється за допомогою формальної процедури.

Запорука успішного опанування дисципліни студентом є:

- Вчасне виконання практичних завдань передбачених силабусом (термін виконання завдань доводиться студентам і контролюється в системі дистанційного навчання (СДН) ЧДТУ Moodle). Практичні роботи та завдання для самостійного виконання студентом виконані вчасно і прикріплені в СДН ЧДТУ в особистому кабінеті студента не потребують роздрукування.
- Самостійна робота над лекційним матеріалом, практичними завданнями згідно свого варіанту та підготовка до навчальних занять.
- Своєчасне виконання модульного контролю для виявлення рівня опанування навчального матеріалу. За результатами контролю студенту надається консультація за-для додаткового опрацювання матеріалу.
- Активна робота на практичних заняттях. Виконання практичних занять безпосередньо в аудиторії / лабораторії, що забезпечує допомогу викладача в усуненні проблемних питань з опанування технічних та програмно-прикладних засобів в процесі проведення експериментальних розрахунків.
- Ознайомлення з усіма доступними лекційними, методичними та інформаційними ресурсами, які надано в СДН ЧДТУ.
- Надання студентом правдивої та актуальної інформації, щодо електронної адреси з метою організації дистанційного консультування та комунікації в СДН ЧДТУ (за необхідністю).

КОНСПЕКТ ЛЕКЦІЙ

ТЕМА 1. ОСНОВНІ ПОНЯТТЯ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ У ВИМІРЮВАННЯХ

1.1 Поняття невизначеності вимірювання

Слово «невизначеність» означає сумнів, і, отже, у широкому сенсі «невизначеність вимірювання» означає сумнів щодо достовірності результату вимірювання.

Невизначеність вимірювання - невід'ємний параметр, пов'язаний з результатом вимірювання, який характеризує дисперсію значень, що можуть бути достатньо обґрунтовано приписані вимірюваній величині [1]

Невизначеність (непевність) результату вимірювання відображає відсутність точного значення вимірюваної величини. Результат вимірювання після внесення поправки на відомі систематичні ефекти залишається лише оцінкою значення вимірюваної величини через невизначеності внаслідок випадкових ефектів і неточної поправки результату на систематичні ефекти.

Результат вимірювання (після внесення поправки) може бути максимально близьким до значення вимірюваної величини (і тому мати дуже малу похибку), навіть якщо він має велику невизначеність. Отже, невизначеність результату вимірювання не можна плутати з невідомою похибкою, що залишилася.

Невизначеність результату вимірювання необов'язково є вказанням на правдоподібність того, що результат вимірювання близький до значення вимірюваної величини; це просто оцінювання близькості результату вимірювання до найкращого значення, що відповідає наявним на цей час значенням.

Невизначеність (непевність) вимірювання виражає той факт, що для даної вимірюваної величини і для даного результату її вимірювання немає єдиного значення, а є нескінченне число значень, розсіяних навколо результату, який узгоджується з усіма спостереженнями та даними [1, 43].

На практиці існує багато можливих джерел невизначеностей (непевностей) при вимірюваннях, зокрема такі:

- Неповне визначення вимірюваної величини;
- Неточна реалізація визначення вимірюваної величини;
- Вибірка, що не відображується, - отримане значення може не відображати вимірювану величину;
- Неточні відомості про вплив навколишнього середовища на вимірювання або недосконале вимірювання умов навколишнього середовища;
- Суб'єктивна систематична похибка оператора при знятті показань з аналогових приладів;
- Кінцева роздільна здатність приладу або поріг чутливості;
- Неточні значення, приписані еталонам, що використовуються при вимірюванні, стандартним зразкам речовин і матеріалів;

- Неточні значення констант та інших параметрів, які були отримані із зовнішніх джерел і використовуються в алгоритмі опрацювання даних;
- Апроксимації та припущення, що використовуються у методі вимірювання і вимірювальні процедури;
- Зміни в повторних спостереженнях вимірюваної величини при явно однакових умовах.

Введення поняття «невизначеність вимірювання» є вимушеною мірою, необхідною для одноманітного і спрощеного оцінювання достовірності вимірювання, оскільки її визначення здійснюється на основі одержуваних результатів вимірювання, відомих умовах вимірювання і характеристик використовуваної апаратури, а не на невідомому істинному значенні вимірюваної величини.

1.2 Класифікація невизначеностей вимірювання

Невизначеність (непевності) вимірювання можна систематизувати за наступними ознаками [1, 43-45]:

- За способами оцінювання;
- За формами подання.

Метою поділу на тип А та В є показ двох різних способів оцінювання компонентів невизначеності, і він використовується тільки для зручності обговорення. Обидва типи оцінювання базуються на розподілах ймовірностей, і компоненти невизначеності кожного типу кількісно визначаються дисперсією або стандартним відхиленням.

За типом А оцінюються невизначеності, що підлягають повторним вимірюванням, до яких можна застосувати статистичні методи.

За типом В оцінюються невизначеності, до яких статистичні методи застосувати неможливо. В таких випадках використовують інші відомі способи.

Що стосується систематизації невизначеностей за формами подання, то вони поділяються:

- Стандартні;
- Комбіновані;
- Розширені;
- Відносні стандартні;
- Відносні комбіновані;
- Відносні розширені.

Стандартна невизначеність u - невизначеність (непевність), що виражається як стандартне середньоквадратичне відхилення (СКВ).

Сумарна стандартна невизначеність (комбінована) u_c - невизначеність (непевність), що отримується шляхом підсумовування всіх складових стандартних невизначеностей, пов'язаних з вимірюваною величиною.

Розширена невизначеність U - інтервал навколо результату вимірювання, в межах якого ймовірно розташована більшість розподілу значень, які з достатнім обґрунтуванням можуть бути приписані вимірюваній величині.

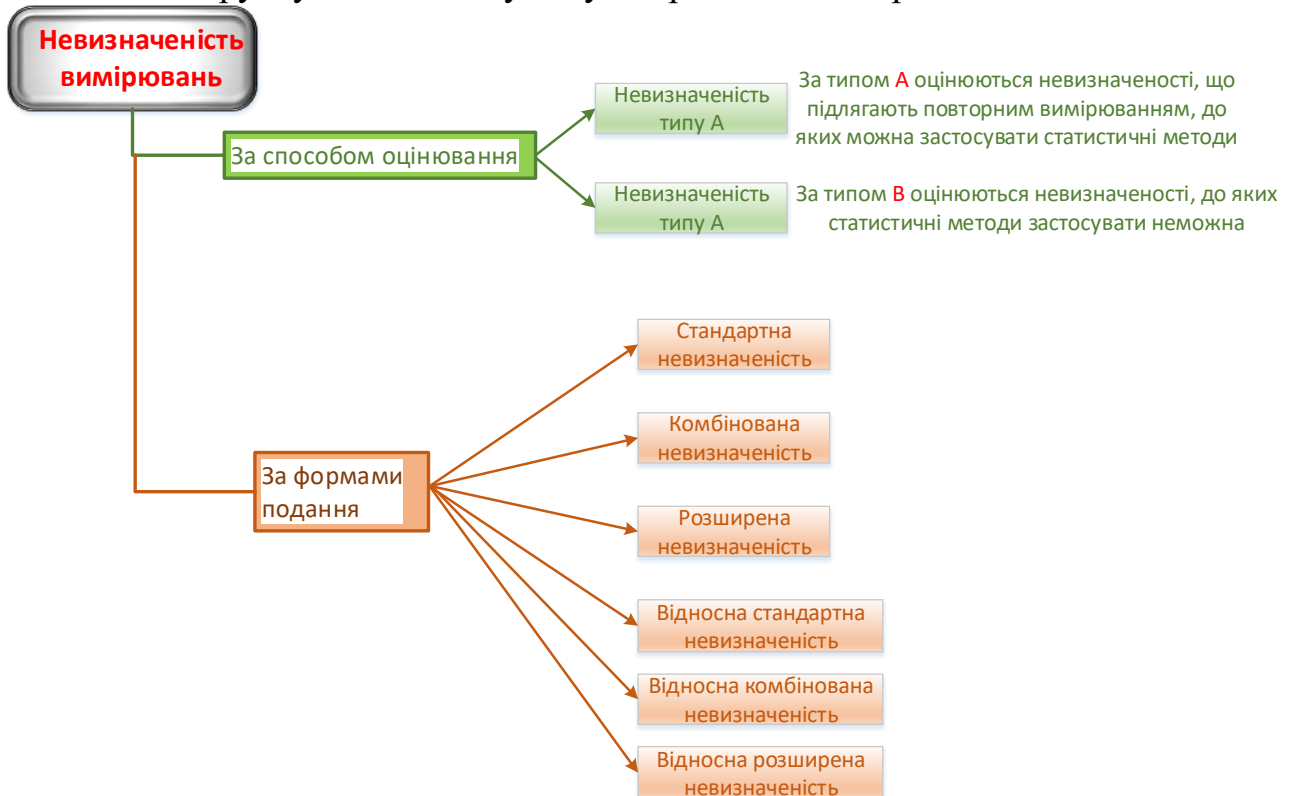


Рисунок 1.1 - Класифікація невизначеності вимірювання

Відносна стандартна невизначеність - відношення стандартної невизначеності до оцінки вимірюваної величини.

Відносна комбінована невизначеність - відношення комбінованої невизначеності до оцінки вихідної величини.

Відносна розширена невизначеність - відношення розширеної невизначеності до оцінки вихідної величини.

1.3 Способи оцінювання невизначеностей

Оцінка невизначеності, що характеризує точність методу вимірювання називається апріорною, її визначають [1, 43-45]:

- Під час розроблення методики вимірювання з метою регламентування приписаної невизначеності в усіх, передбачених методикою, умовах вимірювання;
- За відсутності методики або приписаного значення невизначеності - перед вимірюванням, для оцінки можливої невизначеності.

На підставі усієї наявної інформації про причини і джерела невизначеностей обчислюють окремі складові невизначеності за типом В, комбіновану невизначеність та розширену невизначеність. Підґрунтям

апріорного оцінювання невизначеності є теорія ймовірності, яка дозволяє досліджувати і описувати закони розподілу випадкових величин.

Оцінка невизначеності для конкретних результатів вимірювання є апостеріорною, її визначають безпосередньо після вимірювання, за конкретних умов, за певною методикою із застосуванням конкретних типів засобів вимірювальної техніки. Підґрунтям апостеріорного оцінювання невизначеності є методи математичної статистики, які можна використати для оцінки міри розсіювання результатів багатократних спостережень.

Оцінювання стандартної невизначеності за типом А

Оцінювання компонентів невизначеності за типом А засновано на розподілах частот. Тому для оцінювання стандартної невизначеності за типом А необхідно провести n незалежних спостережень вимірюваної величини x в умовах повторюваності.

У більшості випадків найкращою доступною оцінкою математичного сподівання чи очікуваного значення μ_x величини x , що змінюється випадковим чином, є середнє арифметичне значення із n спостережень [1, 43-45]:

$$\bar{x} = \sum_{i=1}^n \frac{x_i}{n} \quad (1.1)$$

Стандартну невизначеність одиничного вимірювання i -ї вхідної величини розраховують за формулою [1, 43-45]:

$$u_A = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (1.2)$$

Найкраща оцінка $\sigma_x^2 = \frac{\sigma^2}{n}$ дисперсії середнього значення є $u_A^2(\bar{x}) = \frac{u_A^2}{n}$.

Із урахуванням даних виразів експериментальне стандартне відхилення середнього значення розраховують за формулою [1, 43-45]:

$$u_A(\bar{x}) = \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (1.3)$$

Для зменшення стандартної невизначеності результату вимірювання доцільно виконувати вимірювання з багатократними спостереженнями.

Оцінювання стандартної невизначеності за типом В

Для оцінювання x_i вхідної величини X_i , яка не була отримана в результаті повторних спостережень, пов'язані з ними оцінена дисперсія $u^2(x_i)$ або стандартна невизначеність $u(x_i)$ визначаються на базі наукового судження, що

базується на всій доступній інформації про можливу змінність X_i [1, 43-45]. Тобто, стандартну невизначеність типу В одержують з передбачуваної функції щільності вірогідності, основаної на ступені впевненості в тому, що подія обов'язково відбудеться.

Фонд інформації може містити:

- Дані про вигляд розподілу ймовірностей;
- Невизначеності констант і довідникових даних;
- Специфікацію виробника; дані, що наводяться у свідченнях про повірку, калібрування чи в інших сертифікатах;
- Дані отримані в результаті досвіду, або загальні знання про поведінку і властивості відповідних матеріалів та засобів вимірювальної техніки.

Правильне використання фонду доступної інформації для оцінювання стандартної невизначеності за типом В потребує інтуїції, заснованої на досвіді та загальних знаннях, і є майстерністю, яка приходить з практикою. Слід визнати, що оцінка стандартної невизначеності за типом В може бути такою ж надійною, як і оцінка за типом А, особливо у вимірювальній ситуації, коли оцінювання за типом А ґрунтується на невеликій кількості статистично незалежних спостережень.

Найбільш розповсюджений спосіб формалізації неповного знання про значення величини полягає в прийнятті (постулаті) рівномірного закону розподілу можливих значень цієї величини у заданих (нижній та верхній) границях b_{i-} b_{i+} . При цьому стандартну невизначеність, що розраховується по типу В визначають за формулою:

- для рівномірного розподілу [1, 43-45]:

$$u_B(x_i) = \frac{b_{i+} - b_{i-}}{2\sqrt{3}} \quad (1.4)$$

А для симетричних границь ($\pm b_i$) - за формулою [1, 43-45]:

$$u_B(x_i) = \frac{b_i}{\sqrt{3}} \quad (1.5)$$

- для трикутного закону [1, 43-45]:

$$u_B(x_i) = \frac{b_{i+} - b_{i-}}{\sqrt{24}} \quad (1.6)$$

- для трапецієвидного закону [1, 43-45]:

$$u_B(x_i) = \frac{[b_{i+} - b_{i-}] \cdot \sqrt{1 + \beta^2}}{\sqrt{24}} \quad (1.7)$$

де β - параметр, який визначається наступним співвідношенням:

$$\beta = \frac{\lambda_1}{\lambda_2} \quad (1.8)$$

$$\text{де } \lambda_1 = \frac{|(b_{1+} - b_{1-}) - (b_{2+} - b_{2-})|}{2}, \lambda_2 = \frac{b_+ - b_-}{2}; b_+ = b_{1+} + b_{2+}; b_- = b_{1-} + b_{2-}$$

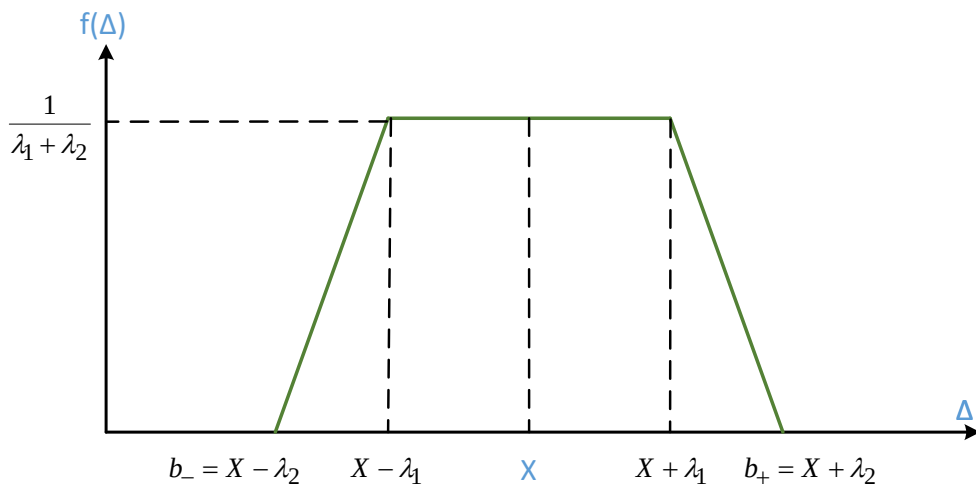


Рисунок 1.2 - Трапецієвидна функція розподілу ймовірності

При зміні β від 0 до 1 трапецієвидний розподіл змінюється від трикутного до рівномірного.

- для експоненціального закону [1, 43-45]:

$$u_B(x_i) = \sqrt{\frac{(b_+ - x) \cdot (x - b_-) - (b_+ - 2 \cdot x + b_-)}{\lambda}} \quad (1.9)$$

де x - сподіване значення;

λ - параметр розподілу.

- для арксинусного закону [1, 43-45]:

$$u_B(x_i) = \frac{b_{i+} - b_{i-}}{\sqrt{8}} \quad (1.10)$$

- нормального закону [1, 43-45]:

$$u_B(x_i) = \frac{U_p}{k_p} \quad (1.11)$$

де U_p - заданий інтервал з відомим рівнем довіри P (або розширена невизначеність);

k_p - коефіцієнт охоплення, який для нормального закону розподілу дорівнює:

Довірчий рівень	коефіцієнт охоплення k_p
0,9	1,64
0,95	1,96
0,99	2,58
0,9973	3

Якщо оцінка x_i береться зі специфікації виробника, свідоцтва про перевірку, довідника чи іншого джерела, та її невизначеність дається як деяке кратне стандартного відхилення, то стандартну невизначеність $u(x_i)$ можна прийняти рівною зазначеному значенню, поділеному на множник, і оцінена дисперсія $u^2(x_i)$ дорівнює квадрату цього часткового [5].

Приклад [5]. Свідоцтво про калібрування стверджує, що маса m_s еталону із нержавіючої сталі з номінальним значенням 1 кг складає 1000,000325 г і що «невизначеність цього значення дорівнює 240 мкг на рівні трьох стандартних відхилень». Тоді стандартна невизначеність еталону маси є

$$u(m_s) = \frac{240 \text{ мкг}}{3} = 80 \text{ мкг}. \quad \text{Це відповідає відносній стандартній}$$

$$\text{невизначеності} \quad \frac{u(m_s)}{m_s} = 80 \cdot 10^{-5}. \quad \text{Оцінена дисперсія}$$

$$u^2(m_s) = (80 \text{ мкг})^2 = 6,4 \cdot 10^{-9} \text{ г}^2.$$

Наведена невизначеність величини x_i необов'язково дається у вигляді кратного стандартного відхилення. Натомість можна зустріти, що згадана невизначеність визначає інтервал, що має 90, 95 або 99 процентний рівень довіри. Якщо не вказано інше, то можна припустити, що використовувався нормальний розподіл для обчислення згаданої невизначеності, і стандартну невизначеність для x_i отримують розподілом наведеної невизначеності на відповідний коефіцієнт для нормального розподілу. Коефіцієнти, що відповідають вищезазначеним трьом довірчим рівням, такі: 1,64; 1,96 та 2,58.

Приклад [5]. Свідоцтво про калібрування стверджує, що опір еталонного резистора $R_s = 10 \text{ Ом}$ має значення 10,000742 Ом $\pm 129 \text{ мкОм}$ при 23°C і що «невизначеність цього значення дорівнює 129 мкОм визначає інтервал, що має 99 % рівень довіри». Тоді стандартна невизначеність резистора є

$$u(R_s) = \frac{129 \text{ мкОм}}{2,58} = 50 \text{ мкОм}. \quad \text{Це відповідає відносній стандартній}$$

$$\text{невизначеності} \quad \frac{u(R_s)}{R_s} = 5 \cdot 10^{-6}. \quad \text{Оцінена дисперсія}$$

$$u^2(R_s) = (50 \text{ мкОм})^2 = 2,5 \cdot 10^{-9} \text{ Ом}^2.$$

В тому випадку, коли ґрутуючись на доступній інформації можна стверджувати, що існує ймовірність «п'ятдесят на п'ятдесят» того, що значення

вхідної величини X_i знаходиться в інтервалі від a_- до a_+ (іншими словами, ймовірність того X_i знаходиться в цьому інтервалі складає 0,5 або 50 %) можна використовувати наступний підхід до вирішення проблеми. Якщо припустити, що розподіл можливих значень X_i приблизно нормальний, то найкращу оцінку x_i величини X_i можна прийняти як середню точку цього інтервалу. Далі, якщо напівширина $a = \frac{(a_+ - a_-)}{2}$, то можна прийняти $u(x_i) = 1,48 \cdot a$, оскільки для нормального розподілу з очікуванням $\mu \pm \frac{\sigma}{1,48}$ охоплює приблизно 50 % розподілу.

Приклад [5]. Верстатник, що визначає розміри деталі, оцінює, що її довжина знаходиться, з ймовірністю 0,5 в інтервалі від 10,07 мм до 10,15 мм і стверджує, що $l = (10,11 \pm 0,04) \text{ мм}$, маючи на увазі, що $\pm 0,04$ мм визначає інтервал, що має 50 % рівень довіри. Тоді $a = 0,04$ мм, і припустивши нормальний розподіл можливих значень l , стандартна невизначеність довжини складає $u(l) = 1,48 \cdot 0,04 \text{ мм} = 0,06 \text{ мм}$. Оцінена дисперсія $u^2(l) = (0,06 \text{ мм})^2 = 3,5 \cdot 10^{-3} \text{ мм}^2$.

Далі розглядаємо схожий випадок, але де ґрутуючись на наявній інформації, можна стверджувати, що «є приблизно два шанси із трьох, що значення X_i знаходиться в інтервалі a_- до a_+ (іншими словами, ймовірність того, що X_i знаходиться в цьому інтервалі, складає приблизно 0,67). Тоді з достатньою певністю можна прийняти $u(x_i) = a$, оскільки для нормального розподілу з очікуванням μ та стандартним відхиленням σ інтервал $\mu \pm \sigma$ охоплює приблизно 68,3 % розподілу.

Оцінювання сумарної стандартної невизначеності (комбінована невизначеність) при некорельованих вхідних величинах

Стандартна невизначеність оцінки y вимірюваної величини Y і отже, результату вимірювання, утворюється шляхом відповідного підсумовування стандартних невизначеностей вхідних оцінок $x_1, x_2, \dots, x_n$. Така стандартна невизначеність оцінки y позначається $u_c(y)$ і називається **комбінованою** [1, 43-45].

Результати вимірювань вважають *некорельованими*, коли всі вхідні величини є незалежними.

Комбінована невизначеність $u_c(y)$ є додатним квадратним коренем із комбінованої дисперсії $u_c^2(y)$, яка розраховується за формулою [1, 43-45]:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot u^2(x_i), \quad (1.12)$$

де f - відома функціональна залежність, що з'єднує параметри, знайдені експериментально шляхом застосування прямих вимірювань з шуканою величиною y , яка вимірюється непрямим методом;

$u(x_i)$ - стандартна невизначеність (типу А або В) для кожного параметру, вимірюваного прямим методом;

$c_i = \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)$ - частинні похідні називають коефіцієнтами чутливості, які

показують, як вихідна оцінка y змінюється зі зміною вхідної оцінки x_i .

Комбінована невизначеність $u_c(y)$ є оціненим стандартним відхиленням і характеризує розкид значень, які можуть бути з достатньою підставою приписані вимірюваній величині Y .

Рівняння (1.12) отримують в результаті апроксимації рівняння вимірювання рядом Тейлора першого порядку і воно є **законом розподілу невизначеності**.

Комбіновані невизначеності для різних видів рівнянь вимірювання зведені в табл.1.1 [1, 43-45].

Таблиця 1.1 - Комбіновані невизначеності для рівнянь вимірювання різного виду

Рівняння вимірювання	Комбінована невизначеність
$Y = X_1 \pm X_2 \pm \dots \pm X_N$	$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N u^2(x_i)}$
$Y = C_1 \cdot X_1 \pm C_2 \cdot X_2 \pm \dots \pm C_N \cdot X_N$	$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N C_i^2 \cdot u^2(x_i)}$
$Y = \prod_{i=1}^N X_i = X_1 \cdot X_2 \cdot \dots \cdot X_N$	$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N \frac{u^2(x_i)}{x_i^2}}$
$Y = \frac{X_1 \cdot X_2 \cdot X_3 \cdot X_4}{X_5 \cdot X_6 \cdot X_7 \cdot X_8}$	
$Y = X_1 / X_2 / \dots / X_N$	
$Y = X_1 \cdot X_2 \cdot X_3 + X_4 \cdot X_5 \cdot X_6 + \dots + X_{N-2} \cdot X_{N-1} \cdot X_N$	$u_c^2(y) = (x_1 \cdot x_2 \cdot x_3)^2 \cdot \left(u_B^2(x_1) + u_B^2(x_2) + u_B^2(x_3) \right) + (x_4 \cdot x_5 \cdot x_6)^2 \cdot \left(u_B^2(x_4) + u_B^2(x_5) + u_B^2(x_6) \right) + \dots$
$Y = X^m$	$u_c(y) = m \cdot x^{m-1} \cdot u(x)$
$Y = \ln\left(\frac{X_1}{X_2}\right) = \ln(X_1) - \ln(X_2)$	

<i>Рівняння вимірювання</i>	<i>Комбінована невизначеність</i>
$Y = \ln(X_1 \cdot X_2) = \ln(X_1) + \ln(X_2)$	$u_c(y) = \sqrt{\frac{u^2(x_1)}{x_1^2} + \frac{u^2(x_2)}{x_2^2}}$
$Y = (X_1 \pm X_2) \cdot (X_3 \pm X_4)$	$u_c(y) = \sqrt{\frac{u^2(x_1) + u^2(x_2)}{(x_1 + x_2)^2} + \frac{u^2(x_3) + u^2(x_4)}{(x_3 + x_4)^2}}$
$Y = \frac{(X_1 \pm X_2)}{(X_3 \pm X_4)}$	

Оцінювання сумарної стандартної невизначеності (комбінована невизначеність) при корельованих вхідних величинах

Коли вхідні величини корельовані, то вираз для комбінованої дисперсії $u_c^2(y)$ пов'язаної з результатом вимірювання, буде мати вигляд [1, 43-45]:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot u^2(x_i) + 2 \cdot \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=i+1}^n \frac{\partial f}{\partial x_i} \cdot \frac{\partial f}{\partial x_j} \cdot u(x_i) \cdot u(x_j) \cdot r(x_i, x_j), \quad (1.13)$$

де $r(x_i, x_j)$ - коефіцієнт кореляції [1, 43-45]:

$$r(x_i, x_j) = \frac{\sum_{l=1}^n (x_{il} - \bar{x}_i) \cdot (x_{jl} - \bar{x}_j)}{\sqrt{\sum_{l=1}^n (x_{il} - \bar{x}_i)^2 \cdot \sum_{l=1}^n (x_{jl} - \bar{x}_j)^2}}. \quad (1.14)$$

Кореляції між вхідними величинами не можна ігнорувати, якщо вони є і значні.

Кореляція між двома вхідними величинами може існувати, якщо при їх визначенні використовують один і той самий ЗВТ, фізичний еталон вимірювання або довідникові дані, що мають значну невизначеність.

Наприклад, якщо поправка на температуру, що необхідна для оцінювання вхідної величини X_i , отримується за допомогою деякого термометру і така ж поправка необхідна для оцінювання вхідної величини X_j , то дві вхідні величини можуть бути корельовані. Проте, якщо X_i та X_j визначаються як величини без поправок або якщо величини, які визначають калібрувальну криву термометра, внесені в рівняння вимірювання як додаткові вхідні величини з незалежними стандартними невизначеностями, кореляція між X_i та X_j усувається.

Розширена невизначеність

Рекомендація INC-1 (1980) робочої групи з упорядкування звіту щодо невизначеності, що на сьогоднішній день є фактично стандартом вираження якості вимірювань у міжнародній практиці та Рекомендація 1 (МК-1981) «Оцінка експериментальних невизначеностей» та Рекомендація 1 (1986) «Оцінка невизначеностей у роботах, проведених МКМВ», підтримують використання комбінованої невизначеності $u_c(y)$ як параметр для кількісного вираження невизначеності результату вимірювання [1-4, 43-45]:.

Хоча комбінована невизначеність $u_c(y)$ може повсюдно використовуватися для вираження невизначеності результату вимірювання, проте у окремих випадках: у торгівлі, промисловості і регулювальних актах, а також коли справа стосується здоров'я і безпеки, доцільно додатково вказувати інтервальну міру невизначеності, що визначає інтервал для результату вимірювання.

Додаткова міра невизначеності, що відповідає інтервальній оцінці невизначеності, називається **розширеною невизначеністю** і позначається U .

Розширену невизначеність одержують шляхом множення комбінованої невизначеності $u_c(y)$ на коефіцієнт охоплення k [1-4, 43-45]:

$$U = k \cdot u_c(y). \quad (1.15)$$

При виборі значення коефіцієнту охоплення k необхідно враховувати:

- необхідний рівень вірогідності;
- будь-яку інформацію про передбачуваний розподіл;
- інформацію про кількість дослідів, які буди проведені для оцінювання випадкових ефектів.

В загальному випадку коефіцієнт охоплення k вибирається у відповідності із формулою:

$$k = t_p(v_{eff}), \quad (1.16)$$

де $t_p(v_{eff})$ - квантиль розподілу Стюдента з ефективним числом степенів свободи v_{eff} і довірчою ймовірністю (рівнем довіри) p .

Ефективне число степенів свободи визначається за формулою Велча-Саттерстейта [1-4, 43-45]:

$$v_{eff} = \frac{u_c^4}{\sum_{i=1}^m \frac{u^4(x_i)}{v_i} \cdot \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^4}, \quad (1.17)$$

де v_i - число степенів свободи при розрахунку невизначеності оцінки i -ї вхідної величини, при цьому:

$v_i = n - 1$ - для розрахунку невизначеності за типом А;

$v_i = \infty$ - для розрахунку невизначеності за типом В.

В багатьох практичних випадках при розрахунку невизначеностей результат вимірювання роблять передбачення про нормальність закону розподілу можливих значень вимірюваної величини і приймають:

Довірчий рівень p	коефіцієнт охоплення k
0,9	1,64
~0,95	2
~0,99	3

При передбаченні про рівномірний закон розподілу приймають

Довірчий рівень p	коефіцієнт охоплення k
~0,95	1,65
~0,99	1,71

Відносна невизначеність

Враховуючи те, що відносна величина – це відношення двох однорідних фізичних величин, то **відносною невизначеністю** називають відношення стандартної, комбінованої або розширеної невизначеності до оцінки вимірюваної величини. Вирази для визначення відносної стандартної, відносної комбінованої та відносної розширеної невизначеності мають вигляд [1-4, 43-45]:

$$\tilde{u}_{A(B)} = \frac{u_{A(B)}(x)}{|x|}, \text{ при } |x| \neq 0; \quad \tilde{u}_c = \frac{u_c(y)}{|y|}, \text{ при } |y| \neq 0; \quad \tilde{U} = \frac{U}{|y|}, \text{ при } |y| \neq 0. \quad (1.18)$$

Зазначені вище відносні невизначеності можуть виражатися не тільки у відносних величинах, але й у відсотках.

1.4 Критерій перевірки наявності кореляції між результатами вимірювань

При оцінюванні та вираженні невизначеностей результатів вимірювань перш за все потрібно визначити, чи має місце кореляційний зв'язок між будь-якими парами результатів непрямих вимірювань. Для цього пропонується використовувати такий критерій перевірки наявності кореляційного зв'язку між результатами вимірювань [1-4, 43-45]:

$$\frac{r(x_i, x_j) \cdot \sqrt{n}}{1 - r^2(x_i, x_j)} > t_p(v_{eff}), \quad (1.19)$$

де $t_p(v_{eff})$ - квантиль розподілу Стюдента з ефективною кількістю ступенів вільності v_{eff} і рівнем довіри p ;

n - кількість узгоджених пар результатів вимірювань;

$r(x_i, x_j)$ - коефіцієнт кореляції між парами вимірювань X_i, X_j .

Якщо нерівність (1.19) виконується, то це означає, що кореляційний зв'язок між даною парою результатів вимірювань X_i, X_j присутній.

Контрольні питання до теми 1 [1]

1. Дайте визначення поняття «невизначеність вимірювання».
2. На які дві категорії розділяють невизначеності за способами їх оцінювання.
3. За допомогою яких методів оцінюється невизначеність типу А.
4. В чому відмінність між невизначеністю типу А та невизначеністю типу В.
5. На основі яких даних можна визначити невизначеність типу В.
6. Яке значення є найкращою оцінкою вимірюваної величини.
7. Дайте визначення поняття «стандартна невизначеність».
8. Що називається комбінованою невизначеністю.
9. Дайте означення «розширена невизначеність».
10. Запишіть вираз для визначення стандартної невизначеності типу А при багаторазових спостереженнях.
11. Запишіть вираз для визначення стандартної невизначеності типу В для заданих границь трикутного закону розподілу.
12. Запишіть вираз для визначення стандартної невизначеності типу В для заданих границь трапецеїдального закону розподілу.
13. Запишіть вираз для визначення стандартної невизначеності типу В для заданих границь експоненціального закону розподілу.
14. Запишіть вираз для визначення стандартної невизначеності типу В для заданих границь акрсинусного закону розподілу.
15. Запишіть вираз для визначення стандартної невизначеності типу В для заданих границь рівномірного закону розподілу.
16. Запишіть вираз для визначення стандартної невизначеності типу В при заданому інтервалі нормального закону розподілу.
17. Запишіть вираз для визначення комбінованої невизначеності при корельованих вхідних величинах.
18. Запишіть вираз для визначення комбінованої невизначеності при некорельованих вхідних величинах.
19. Наведіть критерії перевірки наявності кореляції між параметрами результатів вимірювань при вираженні невизначеностей.
20. Запишіть вираз для визначення коефіцієнту кореляції.
21. Дайте означення та запишіть вираз для визначення відносної стандартної невизначеності.
22. Дайте означення та запишіть вираз для визначення відносної комбінованої невизначеності.
23. Дайте означення та запишіть вираз для визначення відносної розширеної невизначеності.
24. Запишіть вираз для визначення розширеної невизначеності.
25. Запишіть вираз для визначення ефективних степенів вільності, який отримується із формули Велча-Саттерсвейта.
26. Запишіть вираз для розрахунку наближених значень коефіцієнту Стюдента.

ТЕМА 2 «ВИДИ НЕВИЗНАЧЕНОСТЕЙ У ВИМІРЮВАННЯХ»

2.1 Класифікація невизначеностей

За джерелом виникнення невизначеності вимірювань поділяють [1-8, 43-45]:

- Інструментальні;
- Методичні;
- Суб'єктивні.

Інструментальні складові невизначеності

Інструментальні складові невизначеності - це невизначеності обумовлені недосконалістю технології виготовлення ЗВТ [1-8, 43-45].

Причинами виникнення інструментальних складових невизначеності можуть бути неточності, допущені при виготовленні та регулюванні ЗВТ, зміна параметрів елементів конструкції і схеми внаслідок старіння тощо.

Кожний ЗВТ характеризується властивою йому інструментальною складовою невизначеності, яка повинна враховуватися при визначенні комбінованої невизначеності результату вимірювання.

При створенні ЗВТ, повністю не вдається позбутися реакції цього ЗВТ на зміну інших (невимірюваних) величин. Поряд із чутливістю ЗВТ до вимірюваної величини, ЗВТ завжди реагує на зміну умов експлуатації. У зв'язку із цим інструментальні складові невизначеності поділяють на:

- Основну;
- Додаткову.

Основна інструментальна складова невизначеності - невизначеність ЗВТ, що виникає за нормальних умов експлуатації [1-8, 43-45].

Номенклатура величин, що впливають на ЗВТ, і діапазони їх зміни визначаються розробниками як нормальні умови для кожного типу ЗВТ. Нормальні умови експлуатації завжди вказуються в технічному паспорті на ЗВТ.

Якщо експеримент виконується в умовах, відмінних від нормальних для даного типу ЗВТ, його реальна характеристика спотворюється сильніше ніж за нормальних умов експлуатації. *Невизначеності*, які при цьому виникають, називають *додатковими*.

Додатковою інструментальною складовою невизначеності називають невизначеність ЗВТ, яка виникає за умов, що відрізняються від нормальних, але таких, що входять в допустиму робочу область умов експлуатації [1-8, 43-45].

Робочі умови експлуатації, так само як і нормальні, обов'язковому порядку наводяться в технічному паспорті на ЗВТ.

Інструментальна складова невизначеності ЗВТ певного типу не повинна перевищувати деякого заданого значення - так звану основну граничну допустиму інструментальну складову невизначеності ЗВТ даного типу. Фактично основна інструментальна складова невизначеності кожного конкретного екземпляру ЗВТ є при цьому випадковою величиною і може набувати різних значень, інколи навіть дорівнювати нулю, але у будь-якому

випадку інструментальна складова невизначеності не повинна перевищувати заданого граничного значення, яке можна визначити апіорно. Якщо ця умова не виконується, то такий ЗВТ має бути вилучений з вимірювального експерименту.

Отже, розрізняють 4 основних види інструментальних складових невизначеності ЗВТ [1-8, 43-45]:

- невизначеність, обумовлена не ідеальністю власних властивостей ЗВТ, тобто відмінністю дійсної функції перетворення ЗВТ за нормальних умов експлуатації від номінальної функції перетворення. Така невизначеність називається *основною інструментальною складовою невизначеності ЗВТ*;

- невизначеність, обумовлена реакцією ЗВТ на зміну зовнішніх впливових величин та неінформативних параметрів вхідного сигналу відносно їх нормальних значень. Ця інструментальна складова невизначеності залежить як від властивостей ЗВТ, так і від зміни впливових величин та називається *додатковою інструментальною складовою невизначеності ЗВТ*;

- невизначеність, обумовлена реакцією ЗВТ на швидкість (частоту) зміни вхідного сигналу (вимірюваної величини). Ця інструментальна складова невизначеності залежить як від динамічних властивостей ЗВТ, так і від частотного спектру вхідного сигналу (вимірюваної величини) та називається *динамічною невизначеністю ЗВТ*;

- невизначеність, обумовлена взаємодією ЗВТ і об'єкту вимірювання.

Підключення ЗВТ до об'єкту вимірювання у багатьох випадках призводить до зміни значення вимірюваної фізичної величини відносно того значення, яке мала вимірювана величина до підключення ЗВТ до об'єкту вимірювання та визначення якого є метою вимірювання. Ця інструментальна складова невизначеності залежить від властивостей ЗВТ і об'єкту вимірювання та називається *невизначеністю взаємодії* [1-8, 43-45].

До числа інструментальних складових невизначеності відноситься клас точності ЗВТ. Якщо в технічному паспорті на ЗВТ зазначений клас точності 0,5, а діапазон показів засобу вимірювання знаходиться в межах від 0 до 150 В, то це означає, що покази ЗВТ правильні з похибкою $\gamma = 0,5\%$ для усієї діючої шкали засобу вимірювання напруги. В цьому випадку основну інструментальну складову невизначеності ЗВТ можна розрахувати за формулою [1-8, 43-45]:

$$u_B = \frac{\gamma \cdot U_N}{100\% \cdot \sqrt{12}}, \quad (2.1)$$

де U_N - нормоване значення напруги.

Методичні складові невизначеності

Методичною складовою невизначеності називають складову невизначеності, що виникає за рахунок недосконалості використаного методу вимірювання (рівняння вимірювання) або через неточність застосованих спрощених формул [1-8, 43-45].

Головною особливістю методичних складових невизначеностей є їх індивідуальність, пов'язана не тільки з використанням певного методу

вимірювання або фізичного принципу, але й з конкретним втіленням цього методу вимірювання. Методична складова невизначеності зазвичай не вказується в нормативній документації, однак в ній можуть бути наведені особливості використання конкретного типу ЗВТ, які дозволяють зменшити або позбутися деяких методичних складових невизначеності [1-8, 43-45].

Характерні причини, що призводять до появи методичних складових невизначеності наступні:

- Вплив неінформативних параметрів об'єкту вимірювання, які можуть не враховуватися моделлю об'єкту вимірювання;
- Вплив способів використання ЗВТ;
- Вплив алгоритмів (рівнянь), за якими виконується обчислення результату вимірювання;
- Вплив правильності вибору моделі градування ЗВТ за допомогою робочих еталонів або стандартних зразків;
- Відмінність прийнятої моделі об'єкту вимірювання від моделі, якою описується властивість, що визначається шляхом вимірювання (невизначеність моделювання).

Розглянемо приклад прояву методичної складової невизначеності.

Вимірювання густини ρ пористого тіла складної форми виконується опосередкованим методом за два етапи: спочатку за допомогою важільних ваг вимірюється маса тіла m , а потім його об'єм шляхом занурення тіла в посудину з рідиною та визначення об'єму витісненої тілом рідини. Оскільки поверхня тіла є шорсткою (пористою), а рідина, що використовується в експерименті, заповнює поверхневі пори, то виміряний об'єм буде дещо меншим $V - V_{пор}$ за реальний об'єм.

Методична складова невизначеності в цьому випадку визначається за формулою:

$$u(\Delta\rho_m) = \frac{\rho \cdot \left(\frac{V_{пор}}{V - V_{пор}} - \frac{V_{пор}}{V} \right)}{\sqrt{12}}. \quad (2.2)$$

Для зменшення цієї методичної складової невизначеності доцільно використати рідину, яка не має ефекту заповнення (змочування) речовини тіла.

Суб'єктивні складові невизначеності

Суб'єктивні складові невизначеності проявляються в результатів особливостей самого спостерігача (оператора) [1-8, 43-45].

Суб'єктивні складові невизначеності або невизначеності оператора обумовлені наступними факторами:

- Інерційними властивостями органів чуття спостерігача, наприклад, при запізнюванні у відліках максимального положення покажчика в балістичних приладах;
- Обмеження діапазону чутливості і нелінійністю характеристик сприйняття органів чуття;

- Впливом місця розташування спостерігача і особливостями системи відліку, похибками в інтерполяції відліку, що потрапляє між двома оцифрованими відмітками.

Наприклад, при підрахунку поділок шкали різні оператори по-різному оцінюють одне і те саме положення стрілки. Один схильний завжди занижувати покази, інший - завищувати їх. Через це виникає суб'єктивна складова невизначеності.

Цей вид невизначеності пов'язаний, як правило, з неуважністю експериментатора: використання ЗВТ без усунення зсуву нуля, неправильне визначення ціни поділки шкали, неточне визначення ціни поділки, помилка в підключенні ЗВТ тощо. Значення суб'єктивної складової невизначеності залежить від кваліфікації експериментатора (оператора) [1-8, 43-45].

Суб'єктивна складова невизначеності вимірювання характерна тільки для аналогових ЗВТ. Вона має 2 різновиди:

- Невизначеність відліку, яка обумовлена округленням показів під час їх відліку оператором зі шкали ЗВТ. Вона проявляється в тому, що однаковий показ ЗВТ, який, наприклад, відповідає 54,3 поділки шкали, один оператор зчитує правильно (як 54,3), другий - як 54, третій - як 54,5 і т.д.

- Невизначеність паралаксу, обумовлена взаємним розташуванням ока експериментатора, стрілки вказівника та шкали аналогового ЗВТ.

Очевидно, такі невизначеності не можуть бути заздалегідь передбачені та вказані в технічній документації на ЗВТ.

Зменшення або виключення суб'єктивної складової невизначеності вимірювання досягають шляхом застосування спеціальних типів шкал, наприклад дзеркальних, використанням цифрового відліку та автоматизацією одержання результату вимірювання.

Отже, суб'єктивні складові невизначеності вимірювань поки що не можуть бути оцінені кількісно, а тому вони не входять у математичну модель комбінованої невизначеності вимірювань. Їх потрібно зменшувати або виключити, але про них слід завжди пам'ятати під час відліку оператором показів зі шкали аналогового ЗВТ.

У цифрових ЗВТ операція округлення виконується автоматично, а невизначеність, що виникає за рахунок округлення значення вимірюваної величини, називається **невизначеністю квантування**.

Вона нормується і вказується в технічній документації на ЗВТ.

Невизначеність, що виникає за рахунок округлення результату вимірювання наближено розраховують за формулою [1-8, 43-45]:

$$u_{окр} = \frac{\Delta n_{окр}}{\sqrt{3}}, \quad (2.3)$$

де $\Delta n_{окр}$ - значущі цифри, що відкидаються під час округлення результату вимірювання.

Класифікація невизначеностей за джерелом виникнення

1. інструментальні

Причини виникнення

неточності, допущені при виготовленні та регулюванні ЗВТ, зміна параметрів елементів конструкції і схеми внаслідок старіння

- **Основна**
Основна інструментальна складова невизначеності – невизначеність ЗВТ, що виникає за нормальних умов експлуатації.
- **додаткова**
Додатковою інструментальною складовою невизначеності називають невизначеність ЗВТ, яка виникає за умов, що відрізняються від нормальних, але таких, що входять в допустиму робочу область умов експлуатації.
- **динамічна**
Динамічна невизначеність ЗВТ - невизначеність, обумовлена реакцією ЗВТ на швидкість (частоту) зміни вхідного сигналу (вимірюваної величини).
- **взаємодій**
Взаємодійна невизначеність - невизначеність, обумовлена взаємодією ЗВТ і об'єкту вимірювання

2. методичні

Причини виникнення

- Вплив неінформативних параметрів об'єкту вимірювання, які можуть не врахуватися моделлю об'єкту вимірювання;
- Вплив способів використання ЗВТ;
- Вплив алгоритмів (рівнянь), за якими виконується обчислення результату вимірювання;
- Вплив правильності вибору моделі градування ЗВТ за допомогою робочих еталонів або стандартних зразків;
- Відмінність прийнятої моделі об'єкту вимірювання від моделі, якою описується властивість, що визначається шляхом вимірювання (невизначеність моделювання).

Методичною складовою невизначеності називають складову невизначеності, що виникає за рахунок недосконалості використано методу вимірювання (рівняння вимірювання) або через неточність застосованих спрощених формул.

3. Суб'єктивні

Причини виникнення

- Інерційними властивостями органів чуття спостерігача, наприклад, при запізнюванні у відліках максимального положення покажчика в балістичних приладах;
- Обмеження діапазону чутливості і нелінійністю характеристик сприйняття органів чуття
- Впливом місця розташування спостерігача і особливостями системи відліку, похибками в інтерполяції відліку, що потрапляє між двома оцифрованими відмітками.

2.2 Критерій несуттєвої невизначеності

При вираженні комбінованої стандартної невизначеності розрахунки можна спростити, якщо знехтувати невизначеностями, що мають малі значення. Для цього потрібно визначити критерій нехтовної невизначеності, тобто встановити математичне правило, на основі якого можна було б нехтувати невизначеностями, що мають малі значення.

Розглянемо критерій нехтовної невизначеності на прикладі опосередкованих вимірювань. Комбінована невизначеність в найпростішому випадку визначається за формулою [1-8, 43-45]:

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2}, \quad (2.4)$$

де u_1 - стандартна невизначеність, що є більшою за значенням;

u_2 - стандартна невизначеність, що є меншою за значенням.

При округленні невизначеності, як правило, відкидається її друга значуща цифра. Менша за значенням стандартна невизначеність u_2 може бути відкинута в тому випадку, якщо при її врахуванні комбінована невизначеність не зміниться за значенням в першій значущій цифрі. Для цього має виконуватися умова [1-8, 43-45]:

$$u_c - u_1 \leq 0.05 \cdot u_c \quad (2.5)$$

Припустивши, що $u_c \approx u_1$, отримаємо:

$$u_2 \leq \sqrt{2 \cdot 0.05 \cdot u_1^2} = 0.3 \cdot u_1 \quad (2.6)$$

Отже, якщо менша за значенням невизначеність u_2 втричі менша за більшу за значенням стандартну невизначеність u_1 , то нею можна знехтувати.

Рівняння (2.5, 2.6) є критерієм нехтовної невизначеності.

Контрольні питання до теми 2 [1]

1. Які види невизначеностей Ви знаєте.
2. Дайте визначення інструментальної невизначеності.
3. Які складові інструментальної невизначеності Ви знаєте.
4. Наведіть приклад визначення інструментальної невизначеності.
5. Дайте визначення методичній невизначеності.
6. Перерахуйте характерні причини, що призводять до появи методичних невизначеностей.
7. Дайте означення динамічної невизначеності.
8. Дайте означення невизначеності взаємодії.
9. Дайте означення основної інструментальної невизначеності.

10. Дайте означення додаткової інструментальної невизначеності.
11. Наведіть приклад прояв методичної невизначеності.
12. Які Ви знаєте різновиди суб'єктивної невизначеності.
13. Перерахуйте шляхи зменшення або виключення складових суб'єктивних невизначеностей.
14. Що таке невизначеність паралаксу.
15. Яким факторами обумовлені невизначеності оператора.
16. Запишіть рівняння, яким описується критерій нехтотної невизначеності.
17. Як називають невизначеність, обумовлену реакцією ЗВТ на зміну зовнішніх впливових величин та неінформативних параметрів вхідного сигналу.

ТЕМА 3 СПОСОБИ ОПРАЦЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАННЯ НА ОСНОВІ КОНЦЕПЦІЇ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ

Статичні вимірювання фізичних величин можна розділити на групи залежно від способу оцінювання результату вимірювання [1-4]:

- Прямі вимірювання з одноразовим спостереженням;
- Прямі вимірювання з багаторазовими спостереженнями;
- Опосередковані вимірювання фізичної величини з перетворенням роду;
- Сукупні вимірювання однорідних фізичних величин;
- Сумісні вимірювання різнорідних фізичних величин.

3.1 Обробка результатів прямих вимірювань

Обробка результатів прямих вимірювань з одноразовими спостереженнями

Прямі одноразові вимірювання виконують один раз, і значення фізичної величини визначають за показами ЗВТ, призначеного для вимірювання цієї величини [1-4]. Однак в деяких випадках прямі одноразові вимірювання повторюють декілька разів. Надлишкові вимірювання виконують для захисту від збоїв апаратури, аномальних результатів тощо, а кінцевий результат визначають за одним вимірюванням, яке вибирають з ряду проведених вимірювань. Оцінкою значення вимірюваної величини Y є безпосередньо показ ЗВТ.

Алгоритм обробки результатів прямих вимірювань з одноразовим спостереженням

1. Аналіз складових невизначеностей

1.1 Скласти специфікацію вимірювання:

- Аналіз умов вимірювання;
- Аналіз схеми вимірювання;
- Аналіз технічних характеристик приладу.

2. Вилучити відомі систематичні ефекти

3. Оцінка невилучених залишків систематичних ефектів вимірювання

$$u_i(U) = c_i \cdot u(x_i)$$

4. Підсумовування складових невизначеностей вимірювання

- $u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^m u(x_i)^2}$ - комбінована невизначеність;
- $U = k \cdot u_c(y)$ - розширена невизначеність.

5. Записати результат вимірювання

$$X = \bar{x} \pm U, P = \%$$

Отже, для оцінювання результату прямого вимірювання з одноразовим спостереженням використовують способи оцінювання невизначеностей типу В. Підсумовують усі складові невизначеності, що оцінені за типом В та визначають комбіновану невизначеність. У випадках, коли потрібно подати інтервальну оцінку невизначеності, додатково визначають розширену невизначеність.

Практична робота 1

Обробка результатів прямих вимірювань з одноразовим спостереженням.

Обробка результатів прямих вимірювань з багаторазовими спостереженнями

Прямі багаторазові вимірювання - це вимірювання внаслідок яких оцінку значення вимірюваної величини отримують на основі ряду результатів прямих вимірювань. В загальному випадку, обробку результатів прямих вимірювань із багаторазовими спостереженнями виконують в наступному порядку:

Алгоритм обробки результатів прямих вимірювань з багаторазовими спостереженнями

1. Аналіз складових невизначеностей вимірювання

2. Обчислити оцінку значення вимірюваної величини:

$$\bar{x} = \sum_{i=1}^n \frac{x_i}{n},$$

де x_i - результати окремих спостережень.

3. Оцінити стандартну невизначеність результату вимірювання:

$$u_A = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

4. Вилучити систематичні ефекти, що призводять до появи стандартних невизначеностей

5. Вилучити промахи з результатів вимірювання

Для цього розраховують співвідношення:

$$v_1 = \frac{\bar{x} - x_{min}}{u_A}; v_2 = \frac{\bar{x} - x_{max}}{u_A}$$

Задати довірчий рівень α та розраховуємо надійність $q=1-\alpha$ і, залежно від кількості проведених вимірювань n вибирають допустиме значення V_α табл.додаток Б1.

Якщо розраховані значення v_1 та v_2 менші за допустиме значення V_α , то гіпотезу про наявність аномальних результатів в ряді спостережень відкидають. Якщо ж одне із значень v_1 та v_2 більше за V_α , то це означає, що в результатах вимірювань присутні промахи. Промахи вилучають із результатів вимірювань.

6. Оцінити стандартну невизначеність середнього арифметичного:

$$u_A(\bar{x}) = \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

7. Оцінюють складові $u_i(y)$ комбінованої невизначеності середнього арифметичного. Розрахувати комбіновану невизначеність типу B:

$$u_{cB}(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot u^2(x_i)}$$

8. Оцінити комбіновану невизначеність результату вимірювання:

$$u_c(y) = \sqrt{u_A^2(y) + u_{cB}^2(y)}$$

9. Оцінити розширену невизначеність результату вимірювання:

$$U = k \cdot u_c(y)$$

10. Записати результат вимірювання із зазначенням розширеної невизначеності

$$X = \bar{x} \pm U, P = \%$$

Практична робота 2

Обробка результатів прямих вимірювань з багаторазовими спостереженнями.

Обробка групи прямих вимірювань з багаторазовими спостереженнями

Якщо багаторазові вимірювання тривають довго, то необхідно врахувати той факт, що зміни параметрів ЗВТ і навколишнього середовища можуть викликати систематичні або випадкові зміни оцінки результату вимірювання та його середньо квадратичних відхилень СКВ [1-4, 43-45]. Для того, щоб зменшити ці зміни, вимірювання проводять у декілька серій, причому в кожній серії знову

настроюють вимірювальне обладнання та вживають заходів для стабілізації параметрів навколишнього середовища.

За наявності декількох груп багаторазових вимірювань однієї фізичної величини слід упевнитися, що додаткові невизначеності, які викликані наявністю невилучених систематичних ефектів відсутні і оцінки СКВ є близькими.

Якщо в декількох групах вимірювань немає складових невизначеності, що вносяться невилученими залишками систематичних ефектів та відмінність оцінок СКВ допустима, то такі групи називають групами з однаковим розсіюванням. Це означає, що середні арифметичні значення та оцінки дисперсій у всіх групах є оцінками дійсного значення та однієї дисперсії.

Алгоритм розрахунку однофакторної задачі з нерівномірним числом випробувань

Нульова гіпотеза (в загальному) зводиться до передбачення, що генеральні між групові середні і дисперсії рівні між собою і відмінності, що спостерігаються між вибірковою показниками викликані випадковими причинами, а не впливом на ознаку регульованих факторів.

Нульова гіпотеза - відмінність оцінок СКВ допустима тобто середні арифметичні значення та оцінки дисперсій у всіх групах є оцінками дійсного значення та однієї дисперсії. В декількох групах вимірювань немає складових невизначеності, що вносяться невилученими залишками систематичних ефектів.

1. Сформулювати дані у вигляді таблиці

Первинні дані, що підлягають дисперсійному аналізу, групують у вигляді комбінаційної таблиці, у якій градації організованого (регульованого) фактору А розташовують по горизонталі, а числові значення ознаки X, розміщують відповідно за градаціями фактору А.

Значення ознаки	Регульований фактор					
	Градації фактору А					
	A ₁	A ₂	...	A _j	...	
X ₁	X ₁₁	X ₁₂		X _{1j}		
X ₂	X ₂₁	X ₂₂		X _{2j}		
....						
X _i	X _{i1}	X _{i2}		X _{ij}		
....						

2. Розрахунок допоміжних величин

- Середнє арифметичне кожного стовпчика $\bar{X}_i$;
- Середнє арифметичне загальне $\bar{X}$.

3. Розрахунок числа степенів свободи

- $k = N - 1$ - для загального числа варіювання;
- $k_A = a - 1$ - для факторіального варіювання;
- $k_2 = N - a$ - для випадкового варіювання.

4. Розрахунок факторіального розсіювання та оцінки міжгрупової дисперсії

- Розраховуємо факторіальне розсіювання за формулою $D_A = \sum_{j=1}^a n_j \cdot (\bar{X}_i - \bar{X})^2$
- Попередньо розрахувати $(\bar{X}_i - \bar{X})^2$, $n_j \cdot (\bar{X}_i - \bar{X})^2$ для кожного стовпчика

- Розраховуємо оцінку міжгрупової дисперсії за формулою $S_A^2 = \frac{D_A}{a - 1}$

5. Розрахунок випадкового розсіювання та оцінки внутрішньогрупової дисперсії

- Розраховуємо випадкове розсіювання за формулою $D_2 = \sum_{j=1}^a \sum_{i=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_i)^2$
- Попередньо розрахувати $(X_{ij} - \bar{X}_i)^2$ для кожного значення

- Розраховуємо оцінку внутрішньогрупової дисперсії за формулою $S_2^2 = \frac{D_2}{N - a}$

6. Розрахунок загального розсіювання та оцінки загальної дисперсії

- Розраховуємо загальне розсіювання за формулою $D = \sum_{i=1}^N (X_{ij} - \bar{X})^2$
- Попередньо розрахувати $(X_{ij} - \bar{X})^2$ для кожного значення

- Розраховуємо оцінку загальної дисперсії за формулою $S^2 = \frac{D}{N-1}$

7. Розрахунок дисперсійного відношення

- Розраховуємо дисперсійне відношення $F = \frac{S_A^2}{S_2^2}$ при $S_A^2 \geq S_2^2$. Якщо $S_A^2 < S_2^2$ це може свідчити про порушення вимог коректності методики отримання експериментальних даних. Тоді розраховують $F = \frac{S_2^2}{S_A^2}$.

8. Визначення критичного значення критерію Фішера

- За табл.Б2 визначаємо $F_{\alpha;k_A;k_2}$ для прийнятого рівня значущості $\alpha = 5\%$ і числа степенів свободи k_A, k_2 .

*Примітка. Число степенів свободи для більшої дисперсії знаходять в верхньому рядочку, а для меншої – в першому стовпчику таблиці Б2.

Якщо $F_\phi \geq F_{\alpha;k_A;k_2}$ **нульову гіпотезу відкидають** - існування міжгрупової невизначеності приймається і передбачається, що вона випадкова.

Якщо $F_\phi \leq F_{\alpha;k_A;k_2}$ приймають нульову гіпотезу - міжгрупової дисперсії не існує (в декількох групах вимірювань немає складових невизначеності, що вносяться невилученим залишками систематичних ефектів)

Для прийнятого рівня значущості $\alpha, \%$ і чисел степенів свободи $k_A = a - 1$, $k_2 = N - a$ таблиця Б2.

9. Записати результат вимірювання з розширеною невизначеністю

$$U = t_p(\nu) \cdot s(\bar{y}),$$

де $s(\bar{y})$ - загальна дисперсія що відображає як внутрішньогрупову так міжгрупову складові дисперсії (в цьому випадку це $S^2 = \frac{D}{N-1}$);

$t_p(\nu)$ - коефіцієнт Стюдента для числа степенів свободи $a \cdot n - 1$ і довірчого рівня P .

Таблиця 3.1 - Основні розрахункові співвідношення для аналізу однофакторних комплексів

Оцінки дисперсій	Формула	Параметр розсіювання	Ортогональний комплекс	Не ортогональний комплекс
			Формула	Формула
оцінка загальної дисперсії всього комплексу	$S^2 = \frac{D}{N-1} \quad (3.1)$	загальне розсіювання	$D = \sum_{i=1}^N (X_{ij} - \bar{X})^2 \quad \text{або} \quad D = \sum_{i=1}^N X_i^2 - H \quad (3.2)$ $H = \frac{\sum_{j=1}^a (\sum_{i=1}^n X_i)^2}{N}$ $N = \sum n - \text{загальна кількість спостережень, або об'єм вибірки; } n - \text{кількість варіант, в кожній градації дисперсійного комплексу; } a - \text{кількість градацій впливового фактору}$	
оцінка між групової дисперсії (впливовий)	$S_1^2 = \frac{D_1}{a-1} \quad (3.3)$	факторіальне (між групове) розсіювання.	$D_A = \sum_{j=1}^a n \cdot (\bar{X}_i - \bar{X})^2 \quad (3.4)$ $D_A = \sum_{j=1}^a \frac{(\sum X_i)^2}{n} - H$	$D_A = \sum_{j=1}^a n_j \cdot (\bar{X}_i - \bar{X})^2 \quad (3.5)$ $\text{або } D_A = \sum_{j=1}^a \frac{(\sum_{i=1}^n X_{ij})^2}{n_j} - H$
оцінка внутрішньогрупової дисперсії (випадковий вплив)	$S_2^2 = \frac{D_2}{N-a} \quad (3.6)$	випадкове (внутрішньогрупове) розсіювання.	$D_2 = \sum_{i=1}^N (X_{ij} - \bar{X}_i)^2$ $D_2 = \sum_{j=1}^a \sum_{i=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_i)^2 \quad (3.7)$ $D_2 = D - D_A$	$D_2 = \sum_{j=1}^a \sum_{i=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_i)^2 \quad (3.8)$

3.2 Обробка результатів опосередкованих вимірювань

Під опосередкованими вимірюваннями розуміють непрямі вимірювання однієї величини з перетворенням її роду чи обчисленням за результатами прямих одноразових вимірювань інших фізичних величин, з якими вимірювана величина пов'язана явною функціональною залежністю [1-4, 43-45].

Залежність опосередкованої вимірюваної величини Y від аргументів $X_1, X_2, \dots, X_N$ є відомою:

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N).$$

Результати вимірювання аргументів мають бути узгоджені між собою, тобто значення аргументів, що отримують в результаті прямих вимірювань, мають відповідати тому самому значенню вимірюваної величини.

Невиконання цієї умови є джерелом появи методичної невизначеності.

Обробка результатів опосередкованих вимірювань зумовлена:

- Формою подання результатів вимірювання аргументів;
- Видом залежності рівняння перетворення.

За видом функціональної залежності f вони поділяються на дві основні групи - лінійні та нелінійні.

При нелінійній функціональній залежності або наявності кореляції між оцінками $X_1, X_2, \dots, X_N$ надійне оцінювання вимірюваної величини необхідно проводити за формулою:

$$y = \bar{Y} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{k=1}^n X_{1k}, X_{2k}, \dots, X_{Nk},$$

де $X_{1k}, \dots, X_{Nk}$ - k - те спостереження ($k=1, 2, \dots, n$) вхідних величин $X_1, X_2, \dots, X_N$.

Зазвичай на практиці оцінку y вимірюваної величини Y одержують із виразу:

$$y = (\bar{X}_1, \dots, \bar{X}_N),$$

де $\bar{X}_i = \sum_{i=1}^m p_{i,k} \cdot X_{i,k}$ - є середнім арифметичним окремих спостережень $X_{i,k}$, отриманих з імовірністю $p_{i,k}$.

В цьому випадку оцінене стандартне відхилення, пов'язане з вихідною оцінкою чи результатом вимірювання y , називається **комбінованою стандартною невизначеністю і позначається $u_c(y)$** , яка складається із оціненого стандартного відхилення, пов'язаного з кожною вхідною оцінкою x_i , що називається стандартною невизначеністю $u_c(x_i)$ [1-4, 43-45].

Кожну вхідну оцінку x_i і пов'язану з нею стандартну невизначеність $u_c(x_i)$ отримують із розподілу можливих значень вхідної величини X_i . Цей розподіл ймовірностей, може бути оснований на ряді спостережень $X_{i,k}$ або може бути апіорним розподілом. В першому випадку отримують оцінки складової невизначеності за типом А, в другому випадку - за типом В.

Оцінювання невизначеності некорельованих вхідних величин

За відсутності кореляційного зв'язку між вхідними величинами методика опрацювання результатів непрямих вимірювань полягає в наступному:

1. Визначають оцінку вимірюваної величини Y за формулою [1-4, 43-45]:

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N)$$

де $(x_1, x_2, \dots, x_N)$ - оцінки вхідних величин $X_1, X_2, \dots, X_N$, отримані за результатами одноразових чи багаторазових прямих вимірювань. В останньому випадку за оцінки беруть середнє арифметичне:

$$x_i = \bar{X}_i = \sum_{n=1}^N p_{i,n} \cdot X_{i,n}. \quad (3.9)$$

2. Визначають стандартні невизначеності $u(x_i)$ оцінок $(x_1, x_2, \dots, x_N)$ вхідних величин. Вони можуть бути отримані за типом А (тільки у випадку багаторазових вимірювань $X_1, X_2, \dots, X_N$ чи за типом В.

3. Розраховують комбіновану стандартну невизначеність оцінки вимірюваної величини y за формулою [1-4, 43-45]:

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N u_i^2(y)} = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot u^2(x_i)}, \quad (3.10)$$

де $\frac{\partial f}{\partial x_i}$ - коефіцієнти чутливості, які розраховуються як частинні похідні.

При значній нелінійності f у даний вираз повинні бути внесені члени більш високого порядку розкладання в ряд Тейлора [1-4, 43-45]:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot u^2(x_i) + \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \left[\frac{1}{2} \cdot \left(\frac{\partial^2 f}{\partial x_i \partial x_j} \right)^2 + \frac{\partial f}{\partial x_i} \cdot \frac{\partial^3 f}{\partial x_i \partial x_j^2} \right] \cdot u^2(x_i) \cdot u^2(x_j). \quad (3.11)$$

4. Визначають розширену невизначеність оцінки вимірюваної величини за формулою:

$$U = k \cdot u_c(y),$$

де $k = t_p(v_{eff})$ - квантиль розподілу Стюдента з ефективним числом степенів свободи v_{eff} і довірчою ймовірністю (рівнем довіри) p .

Ефективне число степенів свободи визначається за формулою Велча-Саттерстейта:

$$v_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i}} = \frac{\left[\sum_{i=1}^N u_i^2(y) \right]^2}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i}},$$

$$\text{де } u_i(y) = \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right) \cdot u(x_i);$$

v_i - число степенів свободи при розрахунку невизначеності оцінки i -ї вхідної величини, при цьому:

$v_i = n - 1$ - для розрахунку невизначеності за типом А;

$v_i = \infty$ - для розрахунку невизначеності за типом В.

5. Записують результат вимірювання у вигляді

$$Y = (y \pm U), P = \%$$

Практична робота 4

Обробка результатів опосередкованих вимірювань з багаторазовими спостереженнями.

Оцінювання невизначеності корельованих вхідних величин

При наявності кореляційного зв'язку між вхідними величинами методика опрацювання результатів непрямих вимірювань є наступною [1-4, 43-45]:

1. Визначають оцінку вимірюваної величини за формулою

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N),$$

де $(x_1, x_2, \dots, x_N)$ - оцінки вхідних величин $X_1, X_2, \dots, X_N$, отримані за результатами одноразових чи багаторазових прямих вимірювань.

В останньому випадку за оцінки беруть середнє арифметичне:

$$x_i = \bar{X}_i = \sum_{n=1}^N p_{i,n} \cdot X_{i,n}.$$

При цьому, як і в випадку незалежних непрямих вимірювань, вважається, що з числа багаторазових спостережень видалені спостереження з грубими промахами, а також внесені всі поправки на відомі систематичні ефекти.

2. Визначають стандартні невизначеності $u(x_i)$ оцінок $(x_1, x_2, \dots, x_N)$ вхідних величин. Вони можуть бути отримані за типом А (тільки у випадку багаторазових вимірювань $X_1, X_2, \dots, X_N$ чи за типом В.

3. Розраховують значення коефіцієнтів чутливості [1-4, 43-45]:

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i} \text{ при } X_i = x_i (i=1, 2, \dots, N) \quad (3.12)$$

4. Знаходять попарні оцінки кореляційних моментів [1-4, 43-45]:

$$u(x_i, x_j) = \frac{\sum_{k=1}^n (x_{i,k} - \bar{x}_i) \cdot (x_{j,k} - \bar{x}_j)}{n-1} \quad (3.13)$$

5. Розраховують коефіцієнт кореляції [1-4, 43-45]:

$$r(x_i, x_j) = \frac{u(x_i, x_j)}{u(x_i) \cdot u(x_j)} \quad (3.14)$$

6. Визначають оцінку дисперсії результату вимірювання [1-4, 43-45]:

$$u_c^2 = \sum_{i=1}^N c_i^2 \cdot u^2(\bar{x}_i) + 2 \cdot \sum_{j=1}^{N-1} \sum_{i=2}^N c_i \cdot c_j \cdot r(x_i, x_j) \cdot u(x_i) \cdot u(x_j) \quad (3.15)$$

7. Визначають розширену невизначеність результату непрямого вимірювання:

$$U = k \cdot u_c(y),$$

де $k = t_p(\nu_{eff})$ - квантиль розподілу Стюдента з ефективним числом степенів свободи ν_{eff} і довірчою ймовірністю (рівнем довіри) p .

8. Записують результат вимірювання у вигляді:

$$Y = (y \pm U), P = \%$$

Практична робота 4

Обробка результатів опосередкованих вимірювань з багаторазовими спостереженнями при наявності кореляції між вхідними величинами.

3.3 Опрацювання результатів сумісних вимірювань

Сумісне вимірювання - непряме вимірювання, в якому значення декількох одночасно вимірюваних різнорідних фізичних величин отримують шляхом розв'язання рівнянь, які пов'язують їх із іншими фізичними величинами, що вимірюються прямо чи опосередковано [1-4, 43-45].

Сумісні вимірювання двох або більше різнорідних величин виконують для того, щоб знайти залежність між ними. Вони засновані на відомих рівняннях, що відображають зв'язки між властивостями об'єктів.

При сумісних вимірюваннях невідомі величини, що підлягають безпосередньому вимірюванню, визначаються за результатами вимірювання інших величин, які функціонально пов'язані з ними [1-2, 43-45]:

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_m, \dots, A_1, A_2, \dots, A_m, \dots, Z_1, Z_2, \dots, Z_m). \quad (3.16)$$

На практиці, як правило, визначають залежність Y від одного аргументу, наприклад, вимірюється параметр X : $Y = f(X)$.

Прикладом сумісних вимірювань є знаходження параметрів α та β рівняння, що виражає залежність опору R від температури t :

$$R = R_{20} + \alpha \cdot (t - 20) + \beta \cdot (t - 20)^2 \quad (3.17)$$

де R_{20} - опір терморезистора при $20^\circ C$;

α, β - температурні коефіцієнти опору.

Рівняння (3.17) для вимірюваних величин α та β набуває вигляду системи з двох рівнянь, що відповідають значенням температури t_1, t_2 :

$$\left. \begin{aligned} R_1 &= R_{20} + \alpha \cdot (t_1 - 20) + \beta \cdot (t_1 - 20)^2 \\ R_2 &= R_{20} + \alpha \cdot (t_2 - 20) + \beta \cdot (t_2 - 20)^2 \end{aligned} \right\} \quad (3.18)$$

Опрацювання даних у такому випадку проводять за аналогією з опосередкованим вимірюванням. Для цього знаходять β з першого рівняння системи (3.18):

$$\beta = \frac{\frac{R_1}{R_{20}} - 1 - \alpha \cdot (t_1 - 20)}{(t_1 - 20)^2} \quad (3.19)$$

Це рівняння підставляють в друге рівняння системи (3.18) і отримують вираз для визначення коефіцієнту α :

$$\alpha = \frac{\left(\frac{R_2}{R_{20}} - 1\right) \cdot (t_1 - 20)^2 - \left(\frac{R_1}{R_{20}} - 1\right) \cdot (t_2 - 20)^2}{(t_1 - 20) \cdot (t_2 - 20) \cdot (t_1 - t_2)} \quad (3.20)$$

За результатами вимірювань отримують величини t_1, t_2, R_1, R_2 .

Якщо результати вимірювань величин t_1, t_2, R_1, R_2 подано із розширеною невизначеністю $t_1 \pm U(t_1); t_2 \pm U(t_2); R_1 \pm U(R_1); R_2 \pm U(R_2)$ і відносні розширені невизначеності $\frac{U(x_i)}{x_i}$ малі, тоді можна використати правила інтервального аналізу з лінеаризацією і отримати розширену невизначеність:

$$U(\alpha) = \left| \frac{\partial \alpha}{\partial R_1} \right| \cdot U(R_1) + \left| \frac{\partial \alpha}{\partial R_2} \right| \cdot U(R_2) + \left| \frac{\partial \alpha}{\partial t_1} \right| \cdot U(t_1) + \left| \frac{\partial \alpha}{\partial t_2} \right| \cdot U(t_2). \quad (3.21)$$

Якщо результат потрібно подати у вигляді комбінованої невизначеності $u_c(\alpha)$, то її можна розрахувати за умови приписування рівномірного закону розподілу за формулою:

$$u_c(\alpha) = \sqrt{\frac{\left[\left| \frac{\partial \alpha}{\partial R_1} \right| \cdot U(R_1) \right]^2 + \left[\left| \frac{\partial \alpha}{\partial R_2} \right| \cdot U(R_2) \right]^2 + \left[\left| \frac{\partial \alpha}{\partial t_1} \right| \cdot U(t_1) \right]^2 + \left[\left| \frac{\partial \alpha}{\partial t_2} \right| \cdot U(t_2) \right]^2}{3}}. \quad (3.22)$$

Розширену невизначеність $U(\beta)$ і комбіновану невизначеність $u_c(\beta)$ можна розрахувати за рівнянням похибки вимірювання величини β :

$$\Delta(\beta) = \frac{\partial \beta}{\partial R_1} \cdot \Delta(R_1) + \frac{\partial \beta}{\partial \alpha} \cdot \Delta(\alpha) + \frac{\partial \beta}{\partial t_1} \cdot \Delta(t_1), \quad (3.23)$$

$$\text{де } \Delta(\alpha) = \frac{\partial \alpha}{\partial R_1} \cdot \Delta(R_1) + \frac{\partial \alpha}{\partial R_2} \cdot \Delta(R_2) + \frac{\partial \alpha}{\partial t_1} \cdot \Delta(t_1) + \frac{\partial \alpha}{\partial t_2} \cdot \Delta(t_2).$$

$$\text{Похідна } \frac{\partial \beta}{\partial \alpha} = \frac{1}{t_1 - 20}.$$

Підставляючи $\Delta(\alpha)$ та $\frac{\partial \beta}{\partial \alpha}$ в рівняння (3.23) отримаємо рівняння похибки величини β :

$$\begin{aligned} \Delta(\beta) = & \left(\frac{\partial \beta}{\partial R_1} - \frac{1}{t_1 - 20} \cdot \frac{\partial \alpha}{\partial R_1} \right) \cdot \Delta(R_1) - \frac{1}{t_1 - 20} \cdot \frac{\partial \alpha}{\partial R_2} \cdot \Delta(R_2) + \\ & + \left(\frac{\partial \beta}{\partial t_1} - \frac{1}{t_1 - 20} \cdot \frac{\partial \alpha}{\partial t_1} \right) \cdot \Delta(t_1) - \frac{1}{t_1 - 20} \cdot \frac{\partial \alpha}{\partial t_2} \cdot \Delta(t_2) \end{aligned} \quad (3.24)$$

Розширену невизначеність величини β розраховують за допомогою рівняння (3.24) з урахуванням правил інтервального аналізу:

$$\begin{aligned} U(\beta) = & \left| \frac{\partial \beta}{\partial R_1} - \frac{1}{t_1 - 20} \cdot \frac{\partial \alpha}{\partial R_1} \right| \cdot U(R_1) - \left| \frac{1}{t_1 - 20} \cdot \frac{\partial \alpha}{\partial R_2} \right| \cdot U(R_2) + \\ & + \left| \left(\frac{\partial \beta}{\partial t_1} - \frac{1}{t_1 - 20} \cdot \frac{\partial \alpha}{\partial t_1} \right) \right| \cdot U(t_1) - \left| \frac{1}{t_1 - 20} \cdot \frac{\partial \alpha}{\partial t_2} \right| \cdot U(t_2) \end{aligned} \quad (3.25)$$

Комбіновану невизначеність величини β визначають із рівняння (3.24) за умови приписування рівномірного закону розподілу невизначеностям аргументів:

$$u_c(\beta) = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot \left(\left(\left(\frac{\partial \beta}{\partial R_1} - \frac{1}{t_1 - 20} \cdot \frac{\partial \alpha}{\partial R_1} \right) \cdot U(R_1) \right)^2 - \left(\frac{1}{t_1 - 20} \cdot \frac{\partial \alpha}{\partial R_2} \cdot U(R_2) \right)^2 + \left(\left(\frac{\partial \beta}{\partial t_1} - \frac{1}{t_1 - 20} \cdot \frac{\partial \alpha}{\partial t_1} \right) \cdot U(t_1) \right)^2 - \left(\left(\frac{1}{t_1 - 20} \cdot \frac{\partial \alpha}{\partial t_2} \right) \cdot U(t_2) \right)^2 \right)^{0.5} \quad (3.25)$$

Результати вимірювань величини α і β з поданням комбінованої невизначеності записуються у вигляді:

$$\alpha; u_c(\alpha); \quad \beta; u_c(\beta)$$

При поданні розширеної невизначеності результати вимірювань записуються так:

$$\alpha \pm U(\alpha); \quad \beta \pm U(\beta), P=***\%$$

Найбільшого розповсюдження при опрацюванні сумісних вимірювань набув метод найменших квадратів (МНК). Суть його полягає в наступному.

При проведенні n вимірювань величини x_k і подальшому підставленні її в залежність (3.3.1) отримуємо систему рівнянь з n рівняннями:

$$Y_k = f_k(X_1, X_2, \dots, X_m, \dots, A_1, A_2, \dots, A_m) \quad (3.26)$$

В цю систему вимірювані величини входять з похибками. Припустимо, що отримана система лінійних рівнянь:

$$a_k \cdot x_1 + b_k \cdot x_2 + c_k \cdot x_3 - y_k = 0,$$

де $k=1, 2, 3, \dots, n$;

x_1, x_2, x_3 - невідомі сумісно вимірювані величини.

Оскільки під час вимірювань завжди існують похибки, то праві частини лінійних рівнянь не будуть дорівнювати нулю. Якщо до правої частини додати деякий доданок δ_k , який називають *нев'язкою* (кінцевою похибкою умовних рівнянь), то отримаємо таку систему лінійних рівнянь [1, 2, 43-45]:

$$\delta_k = a_k \cdot x_1 + b_k \cdot x_2 + c_k \cdot x_3 - y_k \quad (3.27)$$

Задача зводиться до визначення таких значень x_1, x_2, x_3 , які б при підставленні їх в систему з n умовних рівнянь:

$$\begin{cases} a_1 \cdot x_1 + b_1 \cdot x_2 + c_1 \cdot x_3 - y_1 = \delta_1; \\ a_2 \cdot x_1 + b_2 \cdot x_2 + c_2 \cdot x_3 - y_2 = \delta_2; \\ \dots \\ a_n \cdot x_1 + b_n \cdot x_2 + c_n \cdot x_3 - y_n = \delta_n \end{cases} \quad (3.28)$$

забезпечували мінімальне значення суми квадратів відхилень експериментальних значень від розрахункових, тобто:

$$\sum_{k=1}^n (a_k \cdot x_1 + b_k \cdot x_2 + c_k \cdot x_3 - y_k)^2 = \sum_{k=1}^n \delta_k^2 = Q = \min. \quad (3.29)$$

Під час вимірювань з однаковою ймовірністю необхідною умовою мінімуму суми (3.29) є рівність нулю частинних похідних функції (3.29):

$$\frac{\partial Q}{\partial x_1} = \frac{\partial Q}{\partial x_2} = \frac{\partial Q}{\partial x_3} = \dots = \frac{\partial Q}{\partial x_m} = 0. \quad (3.30)$$

Умови мінімуму відповідно до принципу Лежандра для системи рівнянь мають вигляд:

$$\begin{cases} \frac{\partial Q}{\partial x_1} = 2 \cdot \sum_{k=1}^n (a_k \cdot x_1 + b_k \cdot x_2 + c_k \cdot x_3 - y_k) \cdot a_k = 0; \\ \frac{\partial Q}{\partial x_2} = 2 \cdot \sum_{k=1}^n (a_k \cdot x_1 + b_k \cdot x_2 + c_k \cdot x_3 - y_k) \cdot b_k = 0; \\ \frac{\partial Q}{\partial x_3} = 2 \cdot \sum_{k=1}^n (a_k \cdot x_1 + b_k \cdot x_2 + c_k \cdot x_3 - y_k) \cdot c_k = 0. \end{cases}$$

В результаті із сукупності рівнянь, отриманих з умови мінімуму, маємо систему з m рівнянь, які називаються **нормальними** і коефіцієнти яких залежать від коефіцієнтів усіх n умовних рівнянь:

$$\begin{cases} [aa] \cdot x_1 + [ab] \cdot x_2 + [ac] \cdot x_3 - [ay] = 0; \\ [ab] \cdot x_1 + [bb] \cdot x_2 + [bc] \cdot x_3 - [by] = 0; \\ [ac] \cdot x_1 + [bc] \cdot x_2 + [cc] \cdot x_3 - [cy] = 0 \end{cases} \quad (3.31)$$

де

$$\left. \begin{aligned} [aa] &= a_1 \cdot a_1 + a_2 \cdot a_2 + \dots + a_n \cdot a_n \\ [ab] &= a_1 \cdot b_1 + a_2 \cdot b_2 + \dots + a_n \cdot b_n \\ [ac] &= a_1 \cdot c_1 + a_2 \cdot c_2 + \dots + a_n \cdot c_n \end{aligned} \right\} \quad (3.32)$$

Знаючи значення постійних коефіцієнтів нормальної системи рівнянь, кількість яких дорівнює кількості невідомих m , можна відомими способами розв'язання лінійних рівнянь визначити результати сумісних вимірювань, які будуть максимально наближені до свої дійсних значень.

Для розв'язання системи лінійних нормальних рівнянь, як правило використовують три способи:

- Визначників;
- Послідовного виключення невідомих (спосіб Гауса);
- Матричний.

При кількості нормальних рівнянь менше чотирьох середні значення сумісно вимірюваних величин x_1, x_2, x_n , як правило, розраховують за допомогою визначників [1]:

$$\bar{x}_1 = \frac{D_{x_1}}{D}, \bar{x}_2 = \frac{D_{x_2}}{D}, \dots, \bar{x}_m = \frac{D_{x_m}}{D}, \quad (3.33)$$

де D - головний визначник при $m=3$

$$D = \begin{vmatrix} [aa] & [ab] & [ac] \\ [ba] & [bb] & [bc] \\ [ca] & [cb] & [cc] \end{vmatrix} \quad (3.34)$$

А визначники $D_{x_1}, D_{x_2}, D_{x_3}$ розраховуються з головного визначника шляхом заміни стовпця з коефіцієнтами при невідомому x_m на стовпець з вільними членами [1]:

$$D_{x_1} = \begin{vmatrix} [ay] & [ab] & [ac] \\ [by] & [bb] & [bc] \\ [cy] & [cb] & [cc] \end{vmatrix}; D_{x_2} = \begin{vmatrix} [aa] & [ay] & [ac] \\ [ba] & [by] & [bc] \\ [ca] & [cy] & [cc] \end{vmatrix}; D_{x_3} = \begin{vmatrix} [aa] & [ab] & [ay] \\ [ba] & [bb] & [by] \\ [ca] & [cb] & [cy] \end{vmatrix} \quad (3.35)$$

Невизначеність величини $\bar{x}_m$, знайдених як результат сумісних вимірювань, виражається наступними формулами [1]:

$$u(\bar{x}_1) = \sqrt{\frac{A_{11}}{D} \cdot \frac{\sum_{k=1}^n \delta_k^2}{n-m}}; \quad u(\bar{x}_2) = \sqrt{\frac{A_{22}}{D} \cdot \frac{\sum_{k=1}^n \delta_k^2}{n-m}}; \quad u(\bar{x}_3) = \sqrt{\frac{A_{33}}{D} \cdot \frac{\sum_{k=1}^n \delta_k^2}{n-m}} \quad (3.36)$$

де A_{11}, A_{22}, A_{33} - алгебраїчні доповнення (ад'юнкти) елементів діагоналі головного визначника D , які отримуються шляхом викреслення з матриці n -го стовбця і m -го рядка, відповідних вимірюваних величині, що оцінюється, з наступним домноженням на $(-1)^{k+1}$. Тобто, для розрахунку ад'юнкта A_{11} викреслюється перший стовпець та перший рядок і розв'язується такий визначник:

$$A_{11} = \begin{vmatrix} [bb] & [bc] \\ [cb] & [cc] \end{vmatrix}$$

Для розрахунку ад'юнкта A_{22} викреслюється другий стовпець та другий рядок і розв'язується такий визначник [1]:

$$A_{22} = \begin{bmatrix} aa & ac \\ ca & cc \end{bmatrix}$$

Для розрахунку ад'юнкта A_{33} викреслюється третій стовпець та третій рядок і розв'язується такий визначник [1]:

$$A_{33} = \begin{bmatrix} aa & ab \\ ba & bb \end{bmatrix}.$$

Розширена невизначеність знаходження величини сумісних вимірювань $\bar{x}_m$ розраховується за формулою:

$$U(\bar{x}_m) = k_p \cdot u(\bar{x}_m), \quad (3.37)$$

де k_p - коефіцієнт охоплення, який знаходиться із розподілу Стюдента з числом степенів вільності $n - m$ і заданим довірчим рівнем p .

При обґрунтуванні МНК в математичній статистиці передбачають, що результати вимірювань задовольняють такі умови:

- Значення аргументів відомі точно;
- Результати вимірювань містять лише випадкові похибки, які незалежні, мають нульове середнє значення і однакові дисперсії;
- Похибки вимірюваних величин розподілені за нормальним законом.

Практична робота 5

Обробка результатів сумісних вимірювань.

3.4 Опрацювання результатів сукупних вимірювань

Сукупне вимірювання - це непряме вимірювання, в якому значення кількох одночасно вимірюваних однорідних величин отримують шляхом розв'язання системи рівнянь, що пов'язують різні сполучення цих величин, які вимірюються прямо чи опосередковано [1-4].

Сукупні вимірювання широко використовуються в метрологічній практиці при калібруванні мір або шкал ЗВТ. Опрацювання результатів вимірювання виконується за МНК. Але його використання саме для опрацювання сукупних вимірювань має деякі особливості. Вони пов'язані перш за все з тим, що рівняння для сукупних однорідних величин $y_1, y_2, \dots, y_m$ має вигляд [1, 2]:

$$x_i = \sum_{j=1}^m C_{ij} \cdot y_j \text{ при } i = 1, 2, \dots, n, \quad (3.38)$$

де y_j - результат вимірювання початкових величин;

C_{ij} - відомі коефіцієнти;

x_i - результати порівняння різних комбінацій поєднання мір чи поділок шкал;

m - кількість значень величин, що підлягають визначенню;

n - кількість комбінацій (рівнянь).

Крім того, в багатьох випадках з фізичних умов вимірювань вводяться додаткові точні умови, що пов'язують шукані величини, - так звані рівняння зв'язку. За наявності рівнянь зв'язку можна виразити частину невідомих величин.

При калібруванні коефіцієнти C_{ij} набувають таких значень:

- 0 - якщо Y_j не бере участі в i -му вимірюванні;
- 1 - якщо вимірюється сума декількох величин, до якої входить Y_j ;
- -1 - якщо сума декількох величин порівнюється з Y_j .

Якщо число рівнянь дорівнює числу невідомих, то система (3.38) розв'язується однозначно, а дійсні значення вимірюваних величин і їх стандартні та розширені невизначеності визначаються методами обробки опосередкованих вимірювань. Однак для зменшення невизначеностей калібрування проводиться для більшого числа комбінацій, ніж кількість значень невідомих величин. Тоді оцінювання результатів вимірювання проводиться так, як при сумісних вимірюваннях. Для розв'язання системи умовних рівнянь, як правило застосовують МНК. Цей метод витікає з принципу максимальної правдоподібності і є оптимальним за таких умов:

- Результати вимірювання x містять незалежні випадкові похибки з нульовим математичним очікуванням і однаковими дисперсіями;
- Похибки мають нормальний розподіл.

При виконанні цих умов отримані оцінки будуть незміщеними і ефективними.

Систему рівнянь відносно нев'язок можна записати у вигляді [1]:

$$\delta_i = \sum_{j=1}^m C_{ij} \cdot y_j - x_i. \quad (3.39)$$

Сума квадратів буде дорівнювати:

$$Q = \sum_{i=1}^n \delta_i^2 = \sum_{i=1}^n (C_{i1} \cdot y_1 + \dots + C_{im} \cdot y_m - x_i)^2. \quad (3.40)$$

Диференціюючи вираз (3.40) за параметрами y_j , отримаємо систему:

$$\left. \begin{aligned} \frac{\partial Q}{\partial y_1} &= 2 \sum_{i=1}^n (C_{i1} \cdot y_1 + \dots + C_{im} \cdot y_m - x_i) \cdot C_{i1} \\ \frac{\partial Q}{\partial y_m} &= 2 \sum_{i=1}^n (C_{i1} \cdot y_1 + \dots + C_{im} \cdot y_m - x_i) \cdot C_{im} \end{aligned} \right\} \quad (3.41)$$

Видозмінюючи яку і застосовуючи позначення Гауса, отримуємо нормальну систему рівнянь відносно y_j :

$$\left. \begin{aligned} [xC_1] &= [C_1^2]y_1 + \dots + [C_1 C_m]y_m \\ [xC_m] &= [C_1 C_m]y_1 + \dots + [C_m^2]y_m \end{aligned} \right\} \quad (3.42)$$

Розв'язок цієї системи за допомогою визначників має вигляд:

$$y_j = \frac{D_j}{D}, \quad (3.43)$$

де D - головний визначник системи:

$$D = \begin{vmatrix} [C_1^2] & [C_1 C_2] & \dots & [C_1 C_m] \\ [C_1 C_2] & [C_2^2] & \dots & [C_2 C_m] \\ \dots & \dots & \dots & \dots \\ [C_1 C_m] & [C_2 C_m] & \dots & [C_m^2] \end{vmatrix} \quad (3.44)$$

А визначник D_j отримується з головного шляхом заміни j - го стовпця на стовпець з вільним членами:

$$D_j = \begin{vmatrix} [C_1^2] & [YC_1] & \dots & [C_1 C_m] \\ [C_1 C_2] & [YC_{21}] & \dots & [C_2 C_m] \\ \dots & \dots & \dots & \dots \\ [C_1 C_m] & [YC_{m1}] & \dots & [C_m^2] \end{vmatrix} \quad (3.45)$$

Експериментальні стандартні відхилення y_j визначаються за формулою:

$$u(y_i) = \sqrt{\frac{A_{ij} \sum_{i=1}^n \delta_i^2}{D \cdot (n - m)}}, \quad (3.46)$$

де A_{ij} - алгебраїчне доповнення головного визначника, яке отримується із останнього викреслюванням j - го стовпця та j - рядка.

Нев'язки δ_i визначають за формулою (3.39).

Розширені невизначеності результатів сукупних вимірювань визначають із виразу:

$$U(y_i) = t_p(\nu) \cdot u(y_j),$$

де $t_p(\nu)$ - коефіцієнт Стюдента для $\nu = n - m$ степенів свободи.

Такий спосіб опрацювання експериментальних даних для сукупних вимірювань доцільно застосовувати для лінійних функцій. В інших випадках опрацювання результатів значно ускладнюються.

Контрольні питання до теми 3 [1]

1. Які ви знаєте групи вимірювань фізичних величин.
2. Які вимірювання називають прямими.
3. Наведіть методику оцінювання прямих вимірювань з одноразовими спостереженнями.
4. Як виконуються операції під час опрацювання прямих вимірювань з багаторазовими спостереженнями.
5. Як вилучаються промахи з результатів багаторазових спостережень.
6. Наведіть приклад оцінювання невизначеності одноразових вимірювань.
7. Як визначається комбінована невизначеність результату прямих вимірювань з багаторазовими спостереженнями.
8. Які вимірювання називаються опосередкованими та чим вони відрізняються від прямих вимірювань.
9. Наведіть методику опрацювання результатів опосередкованих вимірювань за відсутності кореляційного зв'язку.
10. Наведіть методику опрацювання результатів опосередкованих вимірювань за наявності кореляційного зв'язку.
11. Запишіть вираз для розрахунку внутрішньогрупової дисперсії при опрацюванні груп прямих вимірювань.
12. Які вимірювання називають опосередкованими.
13. Дайте означення сумісного вимірювання.
14. Як розраховується коефіцієнт кореляції.
15. Наведіть вираз для розрахунку міжгрупової дисперсії при опрацюванні груп прямих вимірювань.
16. З якою метою виконують надлишкові вимірювання при опрацюванні прямих вимірювань з одноразовими спостереженнями.
17. Наведіть форму подання результатів багаторазових вимірювань.
18. Наведіть вираз для розрахунку комбінованої невизначеності результату опосередкованого вимірювання при значній нелінійності функції перетворення (модельного рівняння).

ТЕМА 4. ПРАКТИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ ТА ПРИКЛАДИ ОЦІНЮВАННЯ КОМПОНЕНТІВ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ

4.1 Практичні рекомендації, щодо оцінювання компонентів невизначеності

Випадковість та повторюваність спостережень

Невизначеності, які визначаються на основі повторних спостережень, часто протиставляються тим, що оцінюються за допомогою інших способів як об'єктивні, статистично точні та інші [1]. При цьому неправильно припускається, що їх можна оцінювати простим застосуванням статистичних формул до і що для їхніх оцінок не потрібно застосовувати якогось судження.

Слід, насамперед, поставити запитання «До якого ступеня повторні спостереження є цілком незалежними повтореннями вимірювальної процедури». Якщо всі спостереження входять до однієї вибірки і якщо здійснення вибірок є частиною вимірювальної процедури, оскільки вимірювана величина є властивістю будь-якого матеріалу, то тоді повторні спостереження не є незалежними; до дисперсії повторних спостережень, які входять до одної вибірки, варто додати оцінку складової дисперсії, обумовлену можливими розбіжностями між вибірками. Якщо встановлення нуля приладу є частиною вимірювальної процедури, то вона повинна проводитися як частина кожного повторення, навіть якщо є дуже малий дрейф протягом періоду проведення спостережень, яка приписується встановленню нуля.

Подібним чином, якщо знімаються дані барометра, то, в принципі, їх варто знімати при кожному повторенні вимірювань (бажано при цьому змінити його показання і дозволити йому повернутися в положення рівноваги), оскільки можуть бути зміни як у показаннях, так і в процесі їхнього зняття, навіть якщо барометричний тиск залишається постійним [1].

По-друге, потрібно запитати, чи є всі впливи, що передбачаються випадковими, дійсно випадковими. Чи є середні та дисперсії їхніх розподілів постійними, або, можливо, є дрейф значень невимірюваної впливової величини у період повторних спостережень! Якщо є достатня кількість спостережень, то можна розрахувати середні арифметичні результати першої і другої половини періоду та їх експериментальні стандартні відхилення і порівняти два середніх один з одним, щоб визначити, чи є розходження між ними статистично значимим і чи існує, змінний у часі вплив.

Якщо значення величин у лініях загального забезпечення у лабораторії (напруга і частота електричної мережі, тиск і температура води, тиск азоту та інші) є впливовими величинами, то, звичайно, в їхніх коливаннях є дуже випадковий елемент, який не можна не враховувати.

Якщо найменша значуща цифра в показаннях цифрового приладу безупинно змінюється під час спостереження під впливом «шумів», то іноді буває важко не вибрати (не усвідомлюючи) значення цього знаку, яке здається

кращим. Краще знайти які-небудь способи для «заморожування» показань приладу в довільний момент часу для записування «замороженого» показання.

Оцінювання кореляції між вхідними величинами

Коваріація, пов'язана з оцінками вхідних величин X_i, X_j , може бути прийнята рівною нулю або вважатися несуттєвою, якщо [1]:

- X_i, X_j - некорельовані випадкові змінні, а не фізичні величини, які передбачаються інваріантними, наприклад тому, що вони повторно, але не одночасно, вимірювалися в різних незалежних експериментах, або тому, що вони дають підсумкові величини різних оцінок, які проводилися незалежно;
- Якась із величин X_i, X_j може розглядатися як стала;
- Наявна інформація недостатня для оцінювання коваріації, пов'язаного з оцінками X_i, X_j .

Чи є дві вхідні величини, які повторно й одночасно спостерігаються, корельованими, можна визначити за допомогою рівняння (1.19). Наприклад, якщо вплив температури на частоту генератора не компенсується або компенсується погано, а частота є вхідною величиною, якщо навколишня температура також є вхідною величиною і якщо за ними спостерігають одночасно, то може бути значна кореляція, що демонструватиметься обчисленою коваріацією частоти генератора і навколишньої температури.

На практиці вхідні величини часто є корельованими, тому що ті ж самі речовинний еталон вимірювання, вимірювальний прилад, довідникові дані або навіть метод вимірювань, що мають суттєву невизначеність, використовуються при оцінюванні їх значень. Без втрати спільності припустимо, що дві вхідні величини X_i, X_j оцінені за допомогою x_i, x_j залежать від множини некорельованих змінних $Q_1, Q_2, \dots, Q_L$. Отже, $X_1 = f(Q_1, Q_2, \dots, Q_L)$, $X_2 = g(Q_1, Q_2, \dots, Q_L)$, хоча деякі з цих змінних можуть у дійсності з'явитися лише в одній функції.

Якщо $u^2(q_l)$ являє собою оцінену дисперсію, пов'язану з оцінкою (q_l) змінної (Q_l) , то тоді оцінена дисперсія, пов'язана з x_1 отримується з рівняння [1]:

$$u^2(x_1) = \sum_{i=1}^L \left[\frac{\partial f}{\partial q_1} \right]^2 \cdot u^2(q_1), \quad u^2(x_2) = \sum_{i=1}^L \left[\frac{\partial g}{\partial q_1} \right]^2 \cdot u^2(q_1) \quad (4.1)$$

Оцінена коваріація, пов'язана з x_1, x_2 отримується [1]:

$$u^2(x_1, x_2) = \sum_{i=1}^L \left[\frac{\partial f}{\partial q_1} \right] \cdot \left[\frac{\partial g}{\partial q_1} \right] \cdot u^2(q_1) \quad (4.2)$$

Оцінений коефіцієнт кореляції $r(x_1, x_2)$, пов'язаний з двома оцінками x_1, x_2 , визначають із $u^2(x_1, x_2)$ (4.2), при цьому $u^2(x_1)$ та $u^2(x_2)$ визначаються із (4.1). Можливо також, що оцінена коваріація, пов'язана з двома вхідними величинами, містить статистичну компоненту.

Приклад.

Еталонний резистор R_s використовується в одному і тому ж вимірюванні для визначення як струму I , так і температури t . Струм визначається шляхом вимірювання цифровим вольтметром різниці потенціалів на затискачах еталонного резистора; температура визначається за допомогою моста опору й еталонного резистора опору $R_t(t)$ каліброваного резистивного датчика температури, для якого залежність опору від температури в діапазоні $15^\circ C \leq t \leq 30^\circ C$ виражається формулою:

$$t = \alpha \cdot R_t^2(t) - t_0,$$

де α, t_0 - відомі константи.

Отже, струм визначається із співвідношення

$$I = \frac{V_s}{R_s}.$$

А температура - із співвідношення:

$$t = \alpha \cdot \beta(t) \cdot R_s^2(t) - t_0,$$

де $\beta(t) = \frac{R_t(t)}{R_s}$ - вимірюване відношення, отримане за допомогою моста.

Оскільки тільки величина R_s є спільною у виразах для струму і температури, з рівняння (4.2) отримуємо коваріацію для I та t

$$\begin{aligned} u^2(x_1, x_2) &= \left[\frac{\partial I}{\partial R_s} \right] \cdot \left[\frac{\partial t}{\partial R_s} \right] \cdot u^2(R_s) = -\frac{V_s}{R_s^2} \cdot (\alpha \cdot \beta^2(t) \cdot R_s) \cdot u^2(R_s) = \\ &= -\left(\frac{2 \cdot I \cdot (t + t_0)}{R_s} \right) \cdot u^2(R_s). \end{aligned}$$

Для одержання числового значення коваріації в цей вираз підставляють числові значення вимірюваних величин I та t , а також значення R_s і $u(R_s)$ наведені у свідоцтві про калібрування еталонного резистора.

Нехай величина P буде пов'язана з вхідними величинами I та t співвідношенням:

$$P = \frac{C_0 \cdot T^2}{T_0 + t},$$

де C_0, T_0 - відомі константи з дуже малими невизначеностями.

Тоді дисперсія P виражається через дисперсії I та t та їхні коваріації як:

$$\frac{u^2(P)}{P} = \frac{4 \cdot u^2(I)}{I^2} - \frac{4 \cdot u^2(I, t)}{I \cdot (T_0 + t)} + \frac{u^2(t)}{(T_0 + t)^2},$$

дисперсії $u^2(I)$, $u^2(t)$ одержують із рівнянь::

$$\frac{u^2(I)}{I^2} = \frac{u^2(V_s)}{V_s^2} + \frac{u^2(R_s)}{R_s^2},$$

$$u^2(t) = 4 \cdot (t + t_0)^2 \cdot \frac{u^2(\beta)}{\beta^2} + 4 \cdot (t + t_0)^2 \cdot \frac{u^2(R_s)}{R_s^2}.$$

Де для простоти передбачається, що невизначеності констант α, t_0 також дуже малі. Ці вирази можна легко оцінити, тому що $u^2(V_s)$ та $u^2(\beta)$ можуть бути визначені відповідно при повторному знятті показань вольтметра і моста опорів. Звичайно, будь-які невизначеності, властиві самим приладам і використуванним вимірювальним процедурам, повинні також бути взяті до відома.

Оцінювання складових невизначеності типу В

Якщо б вимірювальна лабораторія мала у своєму розпорядженні необмежений час і ресурси, то вона могла б провести вичерпні статистичні дослідження кожного джерела невизначеності, наприклад, використовуючи багато різних моделей і типів приладів, різні методи вимірювання, різні застосування методу і різні апроксимації у своїх теоретичних моделях вимірювання [1]. Невизначеності, пов'язані з усіма цими джерелами, могли б потім бути оцінені за допомогою статистичного аналізу ряду спостережень; і невизначеність, обумовлена кожним джерелом, могла б бути охарактеризована статистично оціненим стандартним відхиленням. Іншими словами, всі компоненти невизначеності були б отримані з оцінюванням за типом А.

Оскільки такі дослідження практично нездійсненні, з економічної точки зору, багато складових невизначеностей повинні оцінюватися будь-якими іншими практично здійсненими способами. Саме так є оцінювання за типом В.

Оцінювання математично детермінованих розподілів

Одним із джерел невизначеності цифрового приладу є дискретність його відлікового пристрою [1]. Наприклад, якщо навіть усі повторні показання були ідентичними, невизначеність вимірювання, приписувана повторюваності, не буде дорівнювати нулю, тому що існує діапазон вхідних сигналів приладу, який покриває відомий інтервал, при якому будуть ті ж самі показання. Якщо дискретність відлікового пристрою дорівнює Δx , то значення впливу, яке викликає дане показання X , може з рівною ймовірністю лежати в будь-якому

місці інтервалу від $X - \frac{\delta x}{2}$ до $X + \frac{\delta x}{2}$. Вплив, отже, описується прямокутним

розподілом ймовірності шириною δx при дисперсії $u^2 = \frac{(\delta x)^2}{12}$. При цьому припускається, що стандартна невизначеність $u = 0,29 \cdot \delta x$ для будь-якого показання.

Отже, прилад зважування з відліковим пристроєм Окгу, у якому найменша значуща цифра відповідає 1 г, має стандартну невизначеність $u = \frac{1}{\sqrt{12}} = 0,29 \text{ г}$.

Певні види гістерезису можуть викликати невизначеності аналогічного виду. Показання приладу можуть поділятися на фіксовані і відомі значення залежно від того, збільшуються чи зменшуються послідовні значення. Досвідчений оператор візьме до уваги напрямок послідовних показань і введе відповідну поправку. Проте напрямок гістерезису не завжди спостерігається: можуть існувати приховані коливання всередині приладу відносно точки рівноваги, отож показання залежать від напрямку, за яким наближаються до цієї точки.

Округлення або відсікання чисел, яке відбувається при автоматичній редукації даних комп'ютером, може також бути джерелом невизначеності.

Оцінювання невизначеності значень запозичених величин

Запозиченим значенням величини є таке, що не оцінювалося під час даного вимірювання, а було отримано десь у результаті незалежного оцінювання [1]. Часто таке запозичене значення супроводжується повідомленням того чи іншого вигляду про його невизначеність. Наприклад, невизначеність може бути зазначена у вигляді стандартного відхилення, значення, кратного стандартному відхиленню або половині ширини інтервалу, що має зазначений довірчий рівень. У інших випадках можуть бути зазначені верхня і нижня межі або може бути не дано ніякої інформації щодо невизначеності. У останньому випадку ті, хто використовують це значення, повинні застосовувати свої власні знання про можливе значення невизначеності, виходячи з природи величини, надійності джерела, невизначеностей, отриманих для таких величин на практиці, та інш.

Деякі калібровані лабораторії прийняли практику вираження невизначеності у вигляді верхньої і нижньої границь, що визначають інтервал, який має мінімальний довірчий рівень, наприклад, принаймні 95 %. Це можна розглядати як приклад так званої безпечної невизначеності, її не можна перетворити на стандартну невизначеність без знання того, як вона обчислювалася. Якщо наведено достатньо інформації, то її можна повторно розрахувати, в іншому випадку повинно бути проведено незалежне оцінювання невизначеності будь-якими способами, наявними в розпорядженні.

Деякі невизначеності даються просто як максимальні межі, в яких, як кажуть, лежать усі значення величини. Звичайно передбачається, що всі

значення в цих межах є рівномірними (прямокутний розподіл ймовірності), але такий розподіл не варто припускати, якщо є підстави очікувати, що значення, близькі до меж, менш ймовірні, ніж ті, що лежать ближче до центру інтервалу.

Прямокутний розподіл половини ширини a має дисперсію $\frac{a^2}{3}$; нормальний розподіл, для якого a є половиною ширини інтервалу з рівнем довіри 99,73 % має дисперсію $\frac{a^2}{9}$. Розумно прийняти припущення для цих значень, наприклад,

допускаючи трикутний розподіл, для якого дисперсія становить $\frac{a^2}{6}$.

Особливості оцінювання вхідних величин

Якщо оцінка вхідної величини отримана з одиничного спостереження за допомогою конкретного засобу вимірювання, що відкалібрований за допомогою еталону з малою невизначеністю, то невизначеність оцінки – це, в основному, невизначеність відтворення [1, 43-45]. Дисперсію повторних вимірювань за допомогою такого ЗВТ можна отримати раніше, не обов'язково з точно таким же значенням показання, але з достатньо близьким до нього, щоб його можна було використовувати; при цьому можна припустити, що ця дисперсія може бути застосована до аналізованої вхідної величини. Якщо така інформація відсутня, то оцінка повинна ґрунтуватися на характері вимірювальної апаратури або ЗВТ, відомих дисперсіях інших ЗВТ аналогічної конструкції.

Не всі ЗВТ надходять зі свідоцтвом про калібрування або вимірювальною характеристикою. Проте більшість вимірювальних приладів створюється відповідно до розробленого стандарту і повіряється або заводом – виробником, або незалежною повірочною організацією відповідно до чинних нормативних документів. Звичайно стандарт містить метрологічні вимоги, часто у вигляді максимально допустимих похибок, яким повинен відповідати даний ЗВТ. Ця відповідність ЗВТ вимогам визначається шляхом порівняння з еталонним ЗВТ, максимальна припустима невизначеність якого звичайно вказується у стандарті. Отже, ця невизначеність є компонентом невизначеності повіреного приладу.

Якщо невідомо про характеристику похибки градууювальної кривої повіреного ЗВТ, то слід припустити, що існує рівна ймовірність того, що похибка має будь-яке значення а припустимих межах, тобто, прямокутний розподіл ймовірностей. Проте деякі типи ЗВТ мають такі градууювальні криві, що похибки можуть бути, наприклад, завжди додатними в одній частині діапазону вимірювання і від'ємними в інших частинах.

Вимірювання часто здійснюються в стандартних контрольованих умовах, які вважаються постійними протягом усіх рядів вимірювань.

Відомі випадки, коли всі можливі значення величини лежать по одну сторону від одного граничного значення.

Оцінювання невизначеності стандартного зразка

Багато вимірювань пов'язано зі звіренням невідомого об'єкту з відомим еталоном, що має аналогічні характеристики, для калібрування цього невідомого об'єкту [1, 43-45].

Як приклад можна навести кінцеві міри довжини, деякі термометри, набори мас, резистори і високочисті матеріали.

У деяких ситуаціях, які зустрічаються в практиці вимірювань, вибір і підготування зразків відіграють достатньо важливу роль. Це часто спостерігається при хімічному аналізі природних матеріалів. На відміну від штучно створених матеріалів, які можуть забезпечити однорідність більшого ступеня, ніж це потрібно для вимірювань, природні матеріали частот бувають дуже неоднорідними. Ця неоднорідність призводить до двох додаткових компонентів невизначеності. Оцінювання першого з них потребує визначення того, наскільки адекватно обраний зразок відображає вихідний матеріал, який піддається аналізу. Оцінювання другого компоненту потребує визначення того, якою мірою повторні компоненти впливають на вимірювання і наскільки адекватний для них застосований метод вимірювання.

В інших випадках ретельне планування експерименту може дозволити зробити статистичне оцінювання невизначеності, обумовленої зразком. Проте, як правило, особливо в тих випадках, коли дія впливових факторів навколишнього середовища на зразок є суттєвою, для оцінювання невизначеності необхідні майстерність і знання аналітика, отримані з практичного досвіду та всієї доступної існуючої інформації.

4.2 Узагальнений алгоритм оцінювання та подання невизначеності вимірювань

Основні етапи, яких необхідно дотримуватися при оцінюванні та представленні невизначеностей результату вимірювання, можна звести до єдиного алгоритму опрацювання [1].

1. Складання рівняння вимірювання

Скласти математичну залежність (рівняння вимірювання) між вихідною Y та вхідними X_i величинами, від яких вона залежить: $Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$. Функція f повинна мати кожен величину, охоплюючи всі поправки та поправкові множники на відомі систематичні ефекти, яка може внести значну складову в невизначеність результату вимірювання, основні та додаткові абсолютні похибки ЗВТ, що використовуються при вимірюваннях.

*Примітка. Під час складання математичної залежності необхідно дотримуватися рекомендацій, які наведені в МІ 13.002-2003 «Методика обґрунтування рівнянь вимірювань та оцінки методичної складової похибки (невизначеності) результатів вимірювань».

2. Визначити оцінене значення вхідної величини

Визначити x_i - оцінене значення вхідної величини X_i - або на основі статистичного аналізу серії спостережень, або іншим способом (оцінювання із зовнішніх джерел, таких як величини, пов'язані з атестованими еталонами, стандартними зразками речовин і матеріалів чи стандартними довідниковими даними).

При проведенні багаторазових вимірювань за значення i -тої вхідної величини x_i приймають середнє арифметичне n результатів ряду окремих спостережень.

В отримані значення $x_1, x_2, \dots, x_N$ вносять поправки на відомі систематичні ефекти.

3. Обчислення оцінки результату вимірювання вихідної величини

Обчислення оцінки результату вимірювання вихідної величини y у отримують при підстановці в рівняння оцінок вхідних величин $y = f(x_1, x_2, \dots, x_N)$.

4. Розрахунок стандартних невизначеностей

4.1 Якщо кількість спостережень i -тої вхідної величини більше трьох і невідомо ні закон розподілу ймовірності, ні довідникові дані, ні дані перевірки чи калібрування, то стандартна невизначеність $u(x_i)$ розраховується тільки за типом А.

4.2 Якщо ж відомо і результати багаторазових спостережень вхідної величини, і дані зовнішніх джерел (отримані іншими способами), то, крім розрахунку стандартної невизначеності за типом А, необхідно виконувати обчислення стандартних невизначеностей типу В.

4.3 Стандартні невизначеності типу В можна обчислити через верхні і нижні межі $[a_-; a_+]$ припустимого закону розподілу чи проміжок U_p , що має заданий довірчий рівень p .

4.4 При відсутності багаторазових спостережень та наявності інших даних (нестатистичних) розраховується лише стандартна невизначеність типу В.

5. Розрахунок коефіцієнту кореляції

Якщо значення яких - небудь вхідних величин x_i, x_j пов'язані між собою (попарно корельовані), то необхідно розрахувати коефіцієнт кореляції.

6. Розрахунок комбінованої невизначеності

Обчислити комбіновану невизначеність $u_c(y)$ результату вимірювання y з урахуванням стандартних невизначеностей типу А і В (А або В) та коефіцієнту кореляції.

Якщо вклади в $u_c^2(y)$ стандартних невизначеностей оцінювалися окремо за типом А і за типом В, то, позначивши їх як $u_{cA}^2(y)$ та $u_{cB}^2(y)$ і розрахувавши окремо, отримаємо загальну комбіновану стандартну невизначеність, яка пов'язана співвідношенням:

$$u_c^2(y) = u_{cA}^2(y) + u_{cB}^2(y).$$

7. Розрахунок розширеної невизначеності

Для розрахунку розширеної невизначеності U потрібно отримати значення коефіцієнту охоплення k_p , що створює проміжок, який відповідає заданому довірчому рівню p . В загальному випадку коефіцієнт охоплення вибирають згідно з формулою: $k = t_p(\nu_{eff})$ - квантиль розподілу Стюдента з ефективним числом степенів свободи ν_{eff} і довірчою ймовірністю (рівнем довіри) p .

Ефективне число степенів свободи визначається за формулою Велча-Саттерстейта (1.17) в якій $u_i(y) = \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right) \cdot u(x_i)$; ν_i - число степенів свободи при розрахунку невизначеності оцінки i -ї вхідної величини, при цьому: $\nu_i = n - 1$ - для розрахунку невизначеності за типом А; $\nu_i = \infty$ - для розрахунку невизначеності за типом В.

Розрахувавши ефективне число ступенів свободи та вибравши коефіцієнт охоплення k_p , отримаємо розширену невизначеність:

$$U = k \cdot u_c(y).$$

8. Подання результату

Подання повного результату вимірювання містить у собі оцінку вихідної величини і приписане їй значення розширеної невизначеності із зазначенням рівня довіри.

Записують результат вимірювання у вигляді

$$Y = (y \pm U), P = \%$$

Значення розширеної невизначеності вказується з кількістю значущих цифр не більше двох.

Отже, при поданні результатів вимірювань рекомендується наводити достатню кількість інформації для того, щоб можна було проаналізувати чи повторити весь процес отримання результату вимірювання і обчислення невизначеностей вимірювань, а саме [1, 43-45]:

- Алгоритм отримання результату вимірювання;
- Алгоритм розрахунку всіх поправок та їх невизначеностей;
- Невизначеності всіх використовуваних даних та способи їх отримання;
- Алгоритм обчислення комбінованої та розширеної невизначеності.

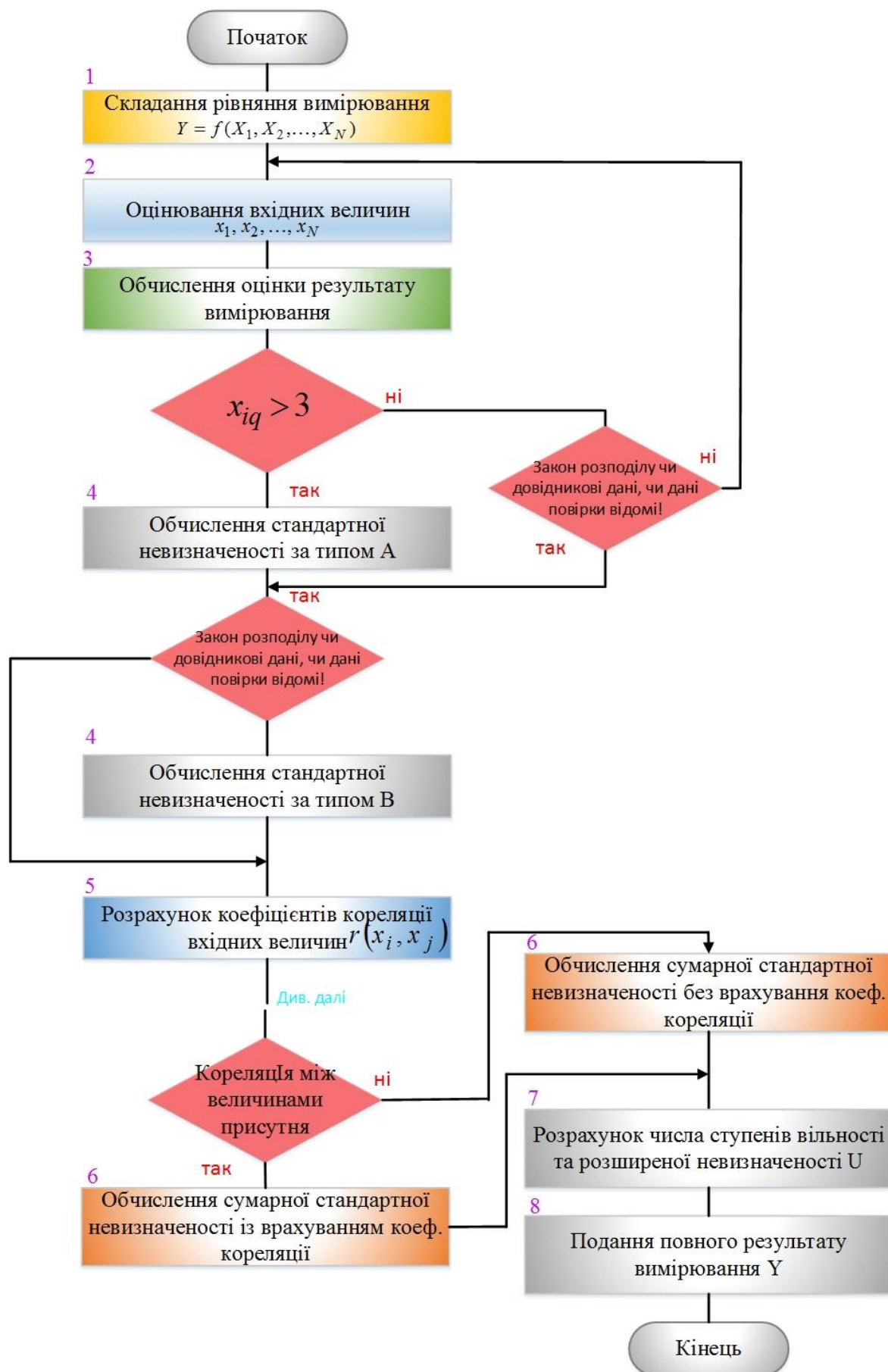


Рисунок 4.1 - Узагальнений алгоритм опрацювання результатів вимірювань на основі концепції невизначеності [1]

4.3 Порівняльний аналіз двох підходів до вираження характеристик точності вимірювань

Метою вимірювань є отримання оцінки істинного значення вимірюваної величини. Поняття похибки як різниці між результатом вимірювання і істинним (дійсним) значенням вимірюваної величини використовується для опису точності вимірювань в нормативних документах з метрології в галузі забезпечення єдності вимірювань. Говорячи про оцінювання похибки, в метрологічній практиці мають на увазі оцінювання характеристик.



Рисунок 4.2 - Підхід, що використовується при оцінюванні характеристик похибок вимірювань [1]

В Керівництві для вираження точності вимірювань вживається поняття невизначеності вимірювань [41]. Невизначеність вимірювань розуміють як неповне знання значення вимірюваної величини, і для кількісного вираження цієї неповноти вводять розподіл ймовірностей можливих (обґрунтовано приписаних) значень вимірюваної величини. Отже, параметр цього розподілу (невизначеність) кількісно характеризує точність результату вимірювань.

Однаковим для обох підходів є такі послідовності операцій при оцінюванні характеристики похибки і невизначеності вимірювань [1]:

- Аналіз рівняння вимірювання;
- Виявлення всіх джерел похибки (невизначеності) вимірювань і їх кількісне оцінювання;
- Введення поправок на систематичні похибки (ефекти), які можна вилучити.

Таблиця 4.1 - Процедура оцінювання характеристики похибки

Похибка	$\Delta y = y_e - y_i \Leftrightarrow y_e = y_i + \Delta y$		
Модель похибки	Δy - випадкова величина зі щільністю розподілу ймовірності $p(x, M, \sigma^2)$, де M - математичне сподівання; σ^2 - дисперсія		
Характеристики похибки	S - середнє-квадратичне відхилення	Θ - межі невилученої систематичної похибки	Δ_p - довірчі межі
Початкові дані для оцінювання характеристик похибки	1. Модель об'єкту дослідження. 2. Експериментальні дані x_{iq} . 3. Інформація про закон розподілу. 4. Відомості про джерела похибок, їх природу і характеристики складових $S(x_i)$, Θ_i . 5. Стандартні довідникові дані та інші довідникові матеріали.		

Методи оцінювання характеристик	
а) випадкових похибок	$S(x_{iq}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_{iq} - \bar{x}_i)^2}{n_i - 1}}; \quad S(\bar{x}_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_{iq} - \bar{x}_i)^2}{(n_i - 1) \cdot n_i}};$ $S_{\Sigma} = \sqrt{\sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot s^2(\bar{x}_i)}.$
б) невилучених систематичних похибок	$\Theta(p) = k \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot \Theta_i^2},$ де $k = 1,1$ при $p = 0,95$; $k = 1,4$ при $p = 0,99$, $m > 4$
в) сумарної похибки	$\Delta_p = \frac{t_p(f_{eff}) \cdot S_{\Sigma} + \Theta(p)}{S_{\Sigma} + \sqrt{\sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot \frac{\Theta_i^2}{3}}} \cdot \sqrt{S_{\Sigma}^2 + \sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot \frac{\Theta_i^2}{3}},$ при виконанні нерівності $0,8 \leq \frac{\Theta(p)}{S_{\Sigma}} \leq 8,0$. $\Delta_p = t_p(f_{eff}) \cdot S_{\Sigma}$ при $\frac{\Theta(p)}{S_{\Sigma}} \leq 0,8$, тобто нехтують систематичною складовою похибки; $\Delta_p = \Theta(p)$ при $\frac{\Theta(p)}{S_{\Sigma}} > 8,0$, тобто нехтують випадковою складовою похибки; $f_{eff} = \frac{\left(\sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot S^2(\bar{x}_i) \right)^2 - \frac{2 \cdot \sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^4 \cdot S^4(\bar{x}_i)}{m+1}}{\sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^4 \cdot S^4(\bar{x}_i)} \cdot (m+1)$
Форма подання характеристик похибки	$\Theta(p), S_{\Sigma}, n, f_{eff}, \Delta_p$
Інтерпретація отриманих результатів	інтервал $(-\Delta_p; +\Delta_p)$ з ймовірністю p має похибку вимірювання, що рівносильно тому, що інтервал $(y - \Delta_p; y + \Delta_p)$ з ймовірністю p має істинне значення вимірюваної величини.

Процедура оцінювання невизначеності вимірювань наведена в табл.4.2.

Таблиця 4.2 - Процедура оцінювання невизначеності вимірювань

Модель невизначеності (подання знань про значення вимірюваної величини)	ε - випадкова величина зі щільністю розподілу ймовірності $p(x, y, u^2)$, де y - математичне сподівання; u^2 - дисперсія		
Невизначеність (кількісна міра)	стандартна u	сумарна $u_c = \sqrt{\sum_{i=1}^m u_i^2}$	Розширена $U_p = k \cdot u_c$
Початкові дані для оцінювання невизначеності	1. Модель об'єкту дослідження. 2. Експериментальні дані x_{iq} . 3. Інформація про закон розподілу. 4. Відомості про джерела невизначеності та інформація про значення невизначеності. 5. Стандартні довідникові дані та інші довідникові матеріали.		
Методи оцінювання невизначеності:			
за типом А	$u_A = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$; $u_A(\bar{x}) = \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$		
за типом В	$u_B(x_i) = \frac{b_{i+} - b_{i-}}{2\sqrt{3}}$ - рівномірний закон, $u_B(x_i) = \frac{b_{i+} - b_{i-}}{\sqrt{24}}$ - трикутний закон, $u_B(x_i) = \frac{[b_{i+} - b_{i-}] \cdot \sqrt{1 + \beta^2}}{\sqrt{24}}$ - трапецевидний закон, $u_B(x_i) = \frac{b_{i+} - b_{i-}}{\sqrt{8}}$ - арксинусний закон, $u_B(x_i) = \frac{U_p}{k_p}$ - нормальний закон.		
розширеної невизначеності	$U = k \cdot u_c(y)$, $k = t_p(\nu_{eff})$ - $t_p(\nu_{eff})$ - квантиль розподілу Стюдента з ефективним числом степенів свободи ν_{eff} і довірчою ймовірністю (рівнем довіри) p: $\nu_{eff} = \frac{u_c^4}{\sum_{i=1}^m \frac{u^4(x_i)}{\nu_i} \cdot \left(\frac{\partial f}{\partial x_i}\right)^4}$, де ν_i - число степенів свободи при розрахунку невизначеності оцінки i-ї вхідної величини, при цьому: $\nu_i = n - 1$ - для розрахунку невизначеності за типом А; $\nu_i = \infty$ - для розрахунку невизначеності за типом В.		

Форма невизначеності	подачі	u_c, U_p, k, u_i, v_i
Інтерпретація отриманих результатів		інтервал $(y - U_p; y + U_p)$ містить велику частку (р) розподілу значень, які можуть бути обґрунтовано приписані вимірюваній величині

При зіставленні оцінок характеристик похибки і невизначеності результатів рекомендується наступна схема відповідності [1]



Якщо відсутня інформація для розрахунку невизначеності, то її оцінка $\hat{u}$ може бути отримана на основі оцінок характеристик похибки на наведеними нижче схемами рис.4.3, 4.4 [1]

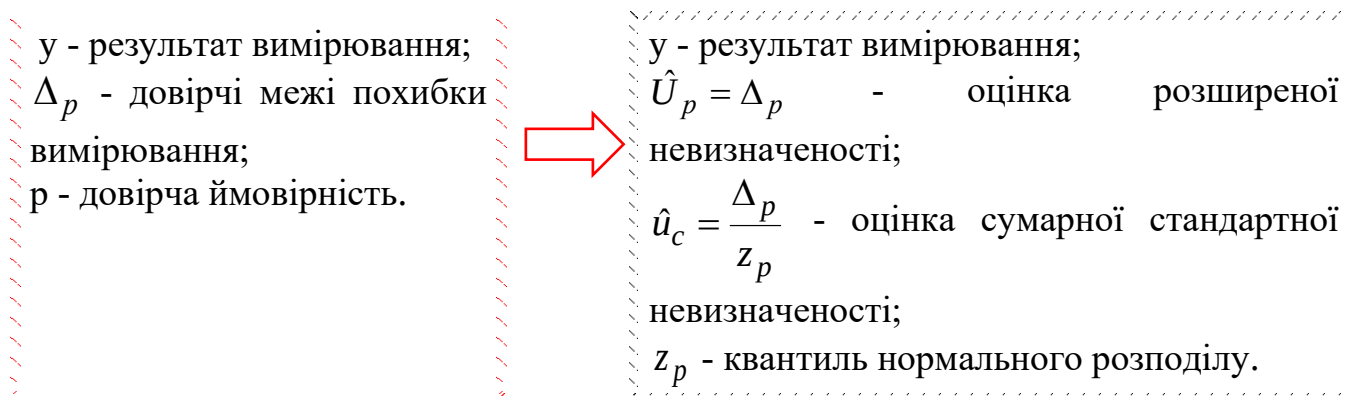


Рисунок 4.3 - Схема оцінювання невизначеності через довірчі границі межі похибки вимірювання [1]

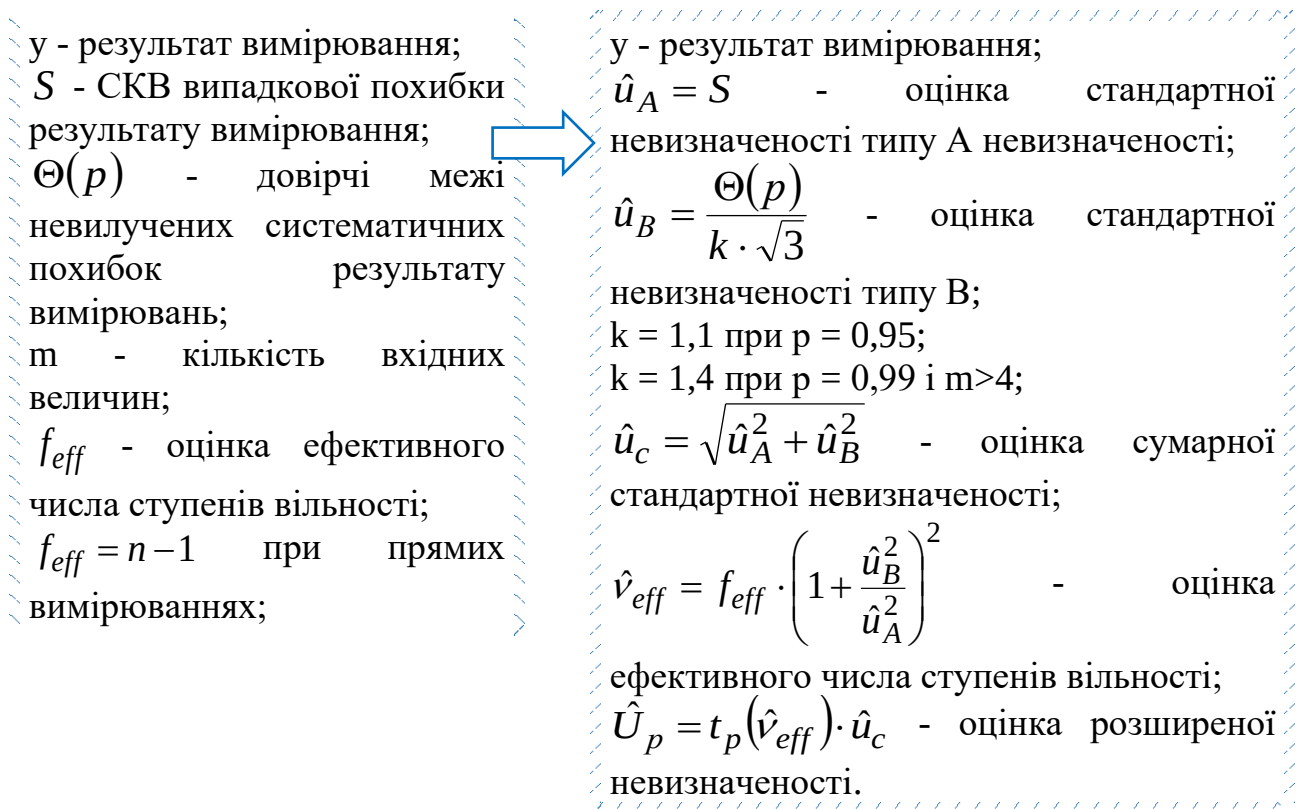


Рисунок 4.4 - Схема оцінювання невизначеності через СКВ випадкової похибки результату вимірювання і довірчі границі невилучених систематичних похибок [1]

Схеми, що наведені на рис.4.3, 4.4 відповідають двом різним способам подання результатів вимірювань, прийнятих в нормативних документах з метрології. Необхідно відмітити те, що оцінки невизначеностей, які отримуються за наведеними вище двома схемами, в ряді випадків не збігаються зі значеннями невизначеностей, що розраховуються в темі 3 способами оцінювання.

Методика перерахунку характеристик похибок в характеристики невизначеності вимірювань

При зіставленні результатів вимірювань і оцінок їх достовірностей, які здійснювалися різними способами, виникає задача перерахунку характеристик похибок в характеристики невизначеності і навпаки.

Розглядаємо методику перерахунку і мінімальний набір параметрів, що необхідні для здійснення такого перерахунку.

Спосіб перерахунку, що наведений на рис.4.4, дозволяє розрахувати розширену невизначеність, використовуючи відомі характеристики випадкової і систематичної похибки для рівних рівнів довіри і довірчої ймовірності. Але довірчі межі похибок первинних та вторинних еталонів необхідно оцінювати для довірчої ймовірності 0,99. Саме у таких випадках краще скористатися

формулами для взаємного перерахунку довірчої похибки і розширеної невизначеності.

Вихідними даними для перерахунку характеристик похибки в характеристики невизначеності є [1]:

- Довірчі границі загальної похибки вимірювання Δ_p ;
- Довірча ймовірність P ;
- Відношення $\gamma = \frac{\Theta(p)}{S_\Sigma}$ довірчих меж невилученої систематичної

похибки $\Theta(p)$ до середньоквадратичної випадкової похибки S_Σ ;

- Кількість повторюваних вимірювань n ;
- Кількість невилучених підсумовуваних систематичних похибок m .

Для перерахунку довірчих меж похибки прямих одноразових вимірювань, відомих із ймовірністю 0,95 або 0,99, у розширену невизначеність з рівнем довіри 0,95 необхідно скористатися наступними виразами:

- Для похибки із ймовірністю $P = 0,95$ [1]:

$$U_{0,95} = \begin{cases} \Delta_{0,95} \cdot \sqrt{1 + \frac{\gamma^2}{3,63}} & \text{при } \gamma < 0,8, \\ \frac{\Delta_{0,95}}{K \cdot (\gamma + 2)} \cdot \sqrt{1 + \frac{\gamma^2}{3,63}} & \text{при } 0,8 \leq \gamma \leq 8, \\ 2 \cdot \Delta_{0,95} \cdot \sqrt{\frac{1}{\gamma^2} + \frac{1}{3,63}} & \text{при } \gamma > 8. \end{cases} \quad (4.3)$$

- Для похибки із ймовірністю $P = 0,99$ [1]:

$$U_{0,99} = \begin{cases} \frac{\Delta_{0,99}}{1,3} \cdot \sqrt{1 + \frac{\gamma^2}{3 \cdot d}} & \text{при } \gamma < 0,8, \\ \frac{2 \cdot \Delta_{0,99}}{K \cdot (\gamma + 2,6)} \cdot \sqrt{1 + \frac{\gamma^2}{3 \cdot d}} & \text{при } 0,8 \leq \gamma \leq 8, \\ \frac{2 \cdot \Delta_{0,99}}{d} \cdot \sqrt{\frac{1}{\gamma^2} + \frac{1}{3 \cdot d}} & \text{при } \gamma > 8. \end{cases} \quad (4.4)$$

де d - коригувальний коефіцієнт, який для $P = 0,99$ визначається

<i>коефіцієнт коригувальний</i>	<i>m</i>
1,2	2
1,3	3
1,4	4
1,45	>4

K - коефіцієнт, значення якого залежно від P і γ наведено в таблиці

γ	0,8	1	2	3	4	5	6	7	8
$K_{0,95}$	0,76	0,74	0,71	0,73	0,76	0,78	0,79	0,8	0,81
$K_{0,99}$	0,84	0,82	0,8	0,81	0,82	0,83	0,83	0,84	0,85

При перерахунку довірчих меж похибки прямих багаторазових вимірювань, відомих з ймовірністю 0,95 або 0,99 у розширену невизначеність з рівнем довіри 0,95 необхідно використати наступні формули:

✓ Для похибки з ймовірністю $P = 0,95$ [1]:

$$U_{0,95} = \begin{cases} \frac{\Delta_{0,95} \cdot t_{0,95}(v_{eff})}{t_{0,95} \cdot (n-1)} \cdot \sqrt{1 + \frac{\gamma^2}{3,63}} & \text{при } \gamma < 0,8, \\ \frac{\Delta_{0,95} \cdot t_{0,95}(v_{eff})}{K \cdot (\gamma + t_{0,95} \cdot (n-1))} \cdot \sqrt{1 + \frac{\gamma^2}{3,63}} & \text{при } 0,8 \leq \gamma \leq 8, \\ \Delta_{0,95} \cdot t_{0,95}(v_{eff}) \cdot \sqrt{\frac{1}{\gamma^2} + \frac{1}{3,63}} & \text{при } \gamma > 8. \end{cases} \quad (4.5)$$

✓ Для похибки з ймовірністю $P = 0,99$ [1]:

$$U_{0,99} = \begin{cases} \frac{\Delta_{0,99} \cdot t_{0,99}(v_{eff})}{t_{0,99} \cdot (n-1)} \cdot \sqrt{1 + \frac{\gamma^2}{5,88}} & \text{при } \gamma < 0,8, \\ \frac{\Delta_{0,99} \cdot t_{0,99}(v_{eff})}{K \cdot (\gamma + t_{0,99} \cdot (n-1))} \cdot \sqrt{1 + \frac{\gamma^2}{5,88}} & \text{при } 0,8 \leq \gamma \leq 8, \\ \Delta_{0,99} \cdot t_{0,99}(v_{eff}) \cdot \sqrt{\frac{1}{\gamma^2} + \frac{1}{5,88}} & \text{при } \gamma > 8, \end{cases} \quad (4.6)$$

де $t_{0,95}(v_{eff})$, $t_p \cdot (n-1)$ - коефіцієнти Стюдента, відповідно для ймовірності p , кількості ступенів вільності $(n-1)$ і ефективної кількості ступенів вільності v_{eff} , яка визначається за формулою:

$$v_{eff} = (n-1) \cdot \left[1 + \frac{\gamma^2}{3 \cdot d^2} \right]^2 \quad (4.7)$$

Згідно міжнародних нормативних документів при поданні результату вимірювання як міра невизначеності може бути вказана розширена або комбінована стандартна невизначеність.

При поданні результату вимірювання розширеною невизначеністю вказуються наступні характеристики:

- Результат вимірювання y ;
- Розширена невизначеність U_p ;
- Коефіцієнт охоплення k ; Рівень довіри p ;
- Кількість стандартних невизначеностей типу В (для $p = 0,99$).

Додатково до перерахованих характеристик для розрахунку похибок багаторазових вимірювань потрібно знати:

- Кількість спостережень n ;
- Ефективну кількість ступенів вільності ν_{eff} .

При цьому можна отримати:

- Оцінку середньоквадратичного відхилення, що характеризує сумарну похибку [1]:

$$S_{\Sigma} = U_p / k = u_c. \quad (4.8)$$

- Оцінку середньоквадратичного відхилення випадкової похибки:

$$S = u_A = S_{\Sigma} \cdot \sqrt{\frac{n-1}{\nu_{eff}}}. \quad (4.9)$$

- Оцінку СКВ, що характеризує невилучену систематичну похибку:

$$S_{\Theta} = u_B = \sqrt{S_{\Sigma}^2 - S^2}. \quad (4.10)$$

- Оцінку довірчих меж невилученої систематичної похибки:

$$\Theta(P) = k \cdot \frac{S_{\Theta}}{\sqrt{3}}. \quad (4.11)$$

- Оцінку довірчих меж похибки:

$$\Delta_p = \frac{t_p \cdot (n-1) \cdot S + \Theta(P)}{S + S_{\Theta}} \cdot S_{\Sigma}. \quad (4.12)$$

Методика перерахунку характеристик невизначеності в характеристики похибки

У міждержавному нормативному документі ДСТУ-Н РМГ 43:2006 [41] сказано, що оцінка невизначеності результату вимірювання може подаватися у вигляді комбінованої невизначеності або у вигляді розширеної невизначеності, якщо вимірювання стосуються здоров'я людини чи екології.

Якщо оцінка невизначеності результату вимірювання була подана у вигляді комбінованої невизначеності, то згідно з п.5.3 та 5.4 ДСТУ-Н РМГ 43:2006 [41]

можна перерахувати такі характеристики невизначеності в характеристики похибки:

- Оцінку стандартної невизначеності типу А $u_A(\bar{x})$ в оцінку СКВ випадкової похибки, тобто $S(\bar{x}) = u_A(\bar{x})$;
- Оцінку стандартної невизначеності типу В u_B в оцінку СКВ невиключеної систематичної похибки, тобто $\Theta(p) = u_B$;
- Оцінку комбінованої невизначеності $u_c(y)$ в оцінку СКВ, що характеризує сумарну похибку, тобто $S_\Sigma = u_c(y)$.

Якщо ж оцінка невизначеності результату вимірювання була подана у вигляді розширеної невизначеності, то перераховуються наступні характеристики невизначеності в характеристики похибки:

- Оцінка розширеної невизначеності U_p в оцінку довірчих меж похибки, тобто $\Delta_p = U_p = k \cdot u_c(y)$;
- Оцінка комбінованої невизначеності $u_c(y)$ в оцінку СКВ, що характеризує сумарну похибку, тобто $S_\Sigma = \frac{U_p}{k}$.

Контрольні питання до теми 4 [1]

1. В яких випадках коваріація може вважатися несуттєвою, а в яких випадках її обов'язково необхідно враховувати.
2. Розкажіть про необхідність оцінювання за типом В.
3. Що Ви знаєте про математично детерміновані розподіли.
4. Наведіть узагальнений алгоритм оцінювання результатів вимірювань на основі концепції невизначеності.
5. Розкажіть про порівняльний аналіз двох підходів до вираження характеристик точності вимірювань.
6. Наведіть процедуру оцінювання характеристик невизначеностей вимірювань.
7. Наведіть процедуру оцінювання характеристик невизначеностей вимірювань.
8. Наведіть рекомендовану схему відповідності при зіставленні оцінок характеристик похибки і невизначеності результату вимірювань.
9. Перерахуйте дії, які необхідно виконувати при складанні звітів щодо невизначеностей результатів вимірювань.
10. Перерахуйте основні рекомендації, яких необхідно дотримуватися при детальному описі того, як було отримано результати вимірювання і його невизначеності.

ТЕМА 5. НЕВИЗНАЧЕНІСТЬ РЕЗУЛЬТАТІВ ДИНАМІЧНИХ ВИМІРЮВАНЬ

5.1 Динамічні характеристики засобів вимірювальної техніки

Динамічні вимірювання, тобто вимірювання з використанням засобів вимірювань в динамічному режимі, отримують все більше розповсюдження в техніці та наукових дослідженнях [1]. Ці вимірювання пов'язані, в першу чергу, з вивченням закономірностей проходження фізичних процесів в досліджуваних об'єктах. Тому роль динамічних вимірювань особливо велика, по перше, в галузях науки пов'язаних з дослідженням структури матерії, аналізом і синтезом нових речовин та матеріала, вивченням об'єктів в експериментальних умовах і, по-друге, в галузях техніки і виробництва, для яких характерне створення нових технологічних процесів і випробування нових засобів вимірювальної техніки. Крім того, передача розмірів одиниць ЗВ відрізняється тим, що потрібно передати розмір одиниці не тільки вимірюваної величини, але і часу. Методи передавання розміру одиниці часу відомі і достатньо точні. Але при цьому необхідно також врахувати складову динамічної невизначеності, яка виникає при фіксації часу.

При проведенні вимірювань фізичних величин завжди виникає перехідний режим роботи ЗВ, при якому сигнал на його виході суттєво змінюється в часі. Ця обставина пояснюється інерційними властивостями ЗВ, оскільки вони складаються, в загальному випадку, з набору різних мас і пружин, ємностей та індуктивностей або інерційних елементів, які зумовлюють появу динамічної невизначеності. Крім того, в цифрових ЗВ спостерігається запізнення сигналу, зумовлене кінцевим часом його перетворення в цифровий код. Це призводить до того, що рівняння перетворення ЗВ, яке відображає його статику, в динамічному режимі є неприйнятним. В такому випадку переходять до диференціальних рівнянь, які описують динамічний взаємозв'язок вихідної та вхідної величин засобу вимірювання [1]:

$$a_n \frac{d^n Y}{dt^n} + \dots + a_1 \frac{dY}{dt} + a_0 Y = b_m \frac{d^m X}{dt^m} + \dots + b_1 \frac{dX}{dt} + b_0 X$$
$$a_n y^n(t) + \dots + a_1 y^{n-1}(t) + a_0 y(t) = b_m x^m(t) + \dots + b_1 x^{m-1}(t) + b_0 x(t), \quad (5.1)$$

де $x(t), y(t)$ - відповідно вхідна та вихідна величини;

n, m - порядок похідних;

a, b - коефіцієнти, що характеризують властивості ЗВТ.

Яке в операторній формі має вигляд [1]:

$$(a_n p^n + \dots + a_1 p + a_0) \cdot Y(t) = (b_m p^m + \dots + b_1 p + b_0) \cdot X(t), \quad (5.2)$$

де $p = \frac{d}{dt}$ - оператор диференціювання;

$$y(p) = S_0 \cdot \frac{(b_m p^m + \dots + b_1 p + b_0)}{(a_n p^n + \dots + a_1 p + a_0)} \cdot x(p) = S(p) \cdot x(p), \quad (5.3)$$

де $S_0 = \frac{b_0}{a_0}$ - статична чутливість, тобто чутливість до постійної вхідної величини;

$S(p)$ - передатна функція ЗВТ або операторна чутливість.

Отже, передатна функція ЗВТ – це відношення зображення вихідної величини до зображення вхідної величини [1]:

$$S(p) = \frac{y(p)}{x(p)} = \frac{(b_m p^m + \dots + b_1 p + b_0)}{(a_n p^n + \dots + a_1 p + a_0)} \quad (5.4)$$

Найхарактернішими для ЗВТ є динамічні характеристики, які описуються диференційними рівняннями першого табл.5.1 та другого порядку табл.5.2.

Для вираження динамічної невизначеності результатів вимірювань зручною для практичного застосування є частотна характеристика ЗВТ. Частотну характеристики ЗВТ $S(j\omega)$ отримують шляхом заміни у виразу передаточної функції ЗВТ $S(p)$ оператора $p \Rightarrow j\omega$.

Для безінерційного ЗВТ (ідеальний вимірювальний перетворювач) частотна характеристика записується у вигляді:

$$S(j\omega) = K,$$

де K - коефіцієнт передачі ЗВТ.

Для ЗВТ, що мають аперіодичну ланку (наприклад, вимірювальні перетворювачі температури в опір), частотна характеристика має вигляд:

$$S(j\omega) = \frac{K}{1 + j\omega\tau}, \quad (5.5)$$

де τ - стала часу, що визначається параметрами ЗВТ.

Для ЗВТ, що мають інтегрувальну ланку (наприклад, інтегрувальні підсилювачі) частотна характеристика має вигляд:

$$S(j\omega) = \frac{K}{j\omega}. \quad (5.6)$$

Для ЗВТ, що мають форсувальну ланку (наприклад, диференційні підсилювачі), частотна характеристика має вигляд:

$$S(j\omega) = K \cdot (1 + j\omega\tau) \quad (5.7)$$

Таблиця 5.1 - Диференційні рівняння перетворювачів першого порядку [1]

Найменування	Диференційне рівняння	Позначення
Вимірювальний перетворювач кута повороту	$J \frac{d\beta(t)}{dt} + b_0 \cdot l_0 \cdot \beta_0(t) = H_0 \cdot \psi_0(t)$	J - момент інерції; β - кут повороту; l ₀ - відстань, від осі обертання до лінії дії сили демпфування; b ₀ - питома сила демпфування; H ₀ - вектор кінетичного моменту; ψ ₀ (t) - поточне значення кута повороту об'єкта.
Вимірювальний перетворювач вологості газу	$\frac{d\phi_r(t)}{dt} + \frac{1}{\lambda_0} \cdot \phi_r(t) = \frac{1}{\lambda_0} \cdot \phi_{II}(t)$	φ _r (t) - показання гігрометра; λ ₀ - коефіцієнт, що характеризує умови вимірювання і конструктивні особливості гігрометра; φ _{II} (t) - поточне значення відносної вологості газу (вимірювана величина)
Вимірювальний перетворювач швидкості потоку	$J \frac{d\omega(t)}{dt} + r_0 \cdot \omega(t) = c_0 \cdot \vartheta^2(t)$	J - момент інерції ротора; ω(t) - швидкість обертання ротора; r ₀ - коефіцієнт сили тертя; c ₀ - стала анемометра; ϑ ² (t) - швидкість потоку
Вимірювальний перетворювач температури	$\frac{dU(t)}{dt} + \frac{a_k \cdot S}{m \cdot c} \cdot U(t) = \frac{a_k \cdot S}{m \cdot c} \cdot \theta(t)$	S - площа поверхні сенсора; m - маса сенсора; c - питома теплоємність матеріалу сенсора; a _k - коефіцієнт конвекційного обміну; U(t) - температура сенсора; θ(t) - вимірювана температура.
Вимірювальний перетворювач витрат	$J \frac{d\omega(t)}{dt} + D \cdot Q \cdot \omega(t) = A \cdot Q^2$	J - момент інерції крильчатки; A, D - постійні коефіцієнти; Q - об'ємні витрати; ω(t) - кутова швидкість обертання крильчатки.

Вимірювальний перетворювач тиску	$\tau_0 \frac{dP_2(t)}{dt} + P_2(t) = P_1(t)$ $\tau_0 = \frac{128 \cdot \mu_0 \cdot V_0 \cdot l_0}{\pi \cdot d^2 \cdot P_2}$	$P_1(t)$ - значення тиску на вході в манометричну трубку; $P_2(t)$ - поточне значення тиску газу; μ_0 - коефіцієнт динамічної в'язкості газу; V_0 - об'єм газу; l_0, d - довжина та діаметр трубки манометра.
-------------------------------------	--	---

Таблиця 5.2 - Диференційні рівняння перетворювачів другого порядку [1]

Найменування	Диференційне рівняння	Позначення
Вимірювальний перетворювач прискорення тіла	$m \frac{d^2 x_0(t)}{dt^2} + k_1 \frac{dx_0(t)}{dt} + c_1 \cdot x_0(t) = m \cdot a_n(t)$	$x_0(t)$ - переміщення інерційної маси m приладу; $a_n(t)$ - вимірюване прискорення; k_1, c_1 - коефіцієнти демпфування і жорсткості пружного елемента.
Вимірювальний перетворювач кутової швидкості	$J \frac{d^2 \phi(t)}{dt^2} + b_0 \cdot l_0 \cdot \frac{d\phi(t)}{dt} + c_0 \cdot l_1^2 \cdot \phi(t) = H \cdot \omega(t)$	$\phi(t)$ - кут повороту; $\omega(t)$ - кутова швидкість (вимірювана величина); c_0 - пружність протидійної пружини; l_1 - відстань від вихідної осі до лінії дії сили пружини.
Вимірювальний перетворювач вологості газу	$a_0 \cdot T_0^2 \cdot \frac{d^2 \phi_r(t)}{dt^2} + (a_0 \cdot T_0 + T_0) \cdot \frac{d\phi_r(t)}{dt} + \phi_r(t) = k \cdot \phi_n(t)$	k - масштабний множник; $a_0 \cdot T_0$ - параметри, які визначаються експериментально;
Вимірювальний перетворювач температури	$\frac{d^2 U(t)}{dt^2} + (\beta_1 + \beta_2 + \beta_3 \cdot \alpha_k) \cdot \frac{dU(t)}{dt} + \beta_1 \cdot \beta_3 \cdot \alpha_k \cdot U(t) = \beta_1 \cdot \beta_3 \cdot \alpha_k \cdot \theta(t)$	$U(t)$ - показання термометра; $\beta_1 = \frac{k_0 \cdot S_c}{c_c}; \beta_2 = \frac{k_0 \cdot S_c}{c_{об}}; \beta_3 = \frac{S_{об}}{c_{об}};$

		$c_c, c_{об}$ - повні теплоємності сенсора і оболонки; k_0 - коефіцієнти теплопередачі; $S_c, S_{об}$ - площі сенсора і оболонки.
Вимірювальний перетворювач тиску	$m \cdot \frac{d^2 W(t)}{dt^2} + k_1 \cdot \frac{dW(t)}{dt} + c_1 \cdot W(t) = P(t)$	m - маса мембрани; k_1 - коефіцієнт демпфування; c_1 - жорсткість мембрани; $W(t)$ - поточне значення прогинання мембрани; $P(t)$ - вимірюваний тиск.

Для ЗВТ, що мають ланку запізнення (наприклад, АЦП), частотна характеристика має вигляд [1]:

$$S(j\omega) = \exp(-j\omega\tau). \quad (5.8)$$

Для ЗВТ, що мають коливальну ланку (наприклад, електромеханічні ВП), частотна характеристика має вигляд:

$$S(j\omega) = \frac{K}{1 + j\omega\tau_1 - \omega^2 \cdot \tau_2^2} = \frac{K}{1 + 2j\omega\beta\tau - \omega^2 \cdot \tau^2}. \quad (5.9)$$

5.2 Форма подання динамічної невизначеності вимірювань

Під **динамічною невизначеністю вимірювань** розуміється складова невизначеності вимірювання, яка обумовлена реакцією засобу вимірювання на частоту (швидкість) вимірювання вхідної величини (вихідного сигналу), що залежить від динамічних властивостей ЗВТ і частотного спектру вхідного сигналу [1].

Динамічну невизначеність u_D вихідного сигналу, який отримують за допомогою ЗВТ з відомою частотною характеристикою, можна виразити через корінь квадратний із інтегралу від добутку квадрата модуля частотної характеристики ЗВТ і квадрата спектральної функції вхідного сигналу в широкому діапазоні частот [1]:

$$u_D = \sqrt{\frac{1}{2 \cdot \pi} \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} |S(j\omega)|^2 \cdot |X(j\omega)|^2 d\omega}, \quad (5.10)$$

де $|S(j\omega)|$ - модуль частотної характеристики ЗВТ, що використовується при динамічних вимірюваннях, або амплітудно-частотна характеристика ЗВТ, що визначається за формулою:

$$|S(j\omega)| = \sqrt{a^2(\omega) + b^2(\omega)}, \quad (5.11)$$

де $a(\omega), b(\omega)$ - відповідно дійсна та уявна частини частотної характеристики $S(j\omega)$;

$X(j\omega)$ - спектральна функція вхідного сигналу, яка пов'язана із функцією часу $x(t)$ виразом Лапласа:

$$X(j\omega) = \int_0^{\infty} x(t) \cdot e^{-j \cdot \omega_0 \cdot t} dt, \quad (5.12)$$

де ω_0 - частота вхідного сигналу.

Верхня межа інтегрування рівняння (5.12) на скінченному інтервалі часу може бути замінена на сумарний час спостереження T .

Якщо вимірюваний сигнал $x(t)$ є дискретним, то в рівнянні (5.12) знак інтегрування можна змінити на знак підсумовування, при цьому виконують такі заміни:

t	$n \cdot T_a$, причому n змінюється від 0 до $N-1$; T_a - період дискретизації
$x(t)$	$x(n \cdot T_a)$
$e^{-j \cdot \omega_0 \cdot t}$	$e^{-j \cdot \omega_0 \cdot n \cdot T_a}$

Виконавши такі зміни рівняння (5.12) можна записати в дискретному вигляді:

$$X_d(j\omega) = \sum_{n=0}^{N-1} x(n \cdot T_a) \cdot e^{-j \cdot \omega_0 \cdot n \cdot T_a} = \sum_{n=0}^{N-1} x(n \cdot T_a) \cdot \cos(\omega_0 \cdot n \cdot T_a) - j \sum_{n=0}^{N-1} x(n \cdot T_a) \cdot \sin(\omega_0 \cdot n \cdot T_a) \quad (5.13)$$

$$\text{де } \omega_0 = \frac{2 \cdot \pi}{N \cdot T_a} \cdot k, \quad k = 0, 1, \dots, N - 1.$$

Для того, щоб дискретна спектральна функція за величиною відповідала неперервній спектральній функції, її необхідно домножити на інтервал дискретизації:

$$X(j\omega) = T_a \cdot X_d(j\omega). \quad (5.14)$$

При динамічних вимірюваннях дискретних в часі сигналів рівняння для розрахунку динамічної невизначеності (5.10) з урахуванням (5.12), (5.13) має вигляд:

$$u_D = \sqrt{\frac{T_a}{N} \cdot \sum_{k=0}^{N-1} \sum_{n=0}^{N-1} x^2(n \cdot T_a) \cdot e^{-j \frac{4 \cdot \pi \cdot n \cdot k}{N}} \cdot A^2\left(k \cdot \frac{2 \cdot \pi}{N \cdot T_a}\right)}, \quad (5.15)$$

де $A\left(k \cdot \frac{2 \cdot \pi}{N \cdot T_a}\right) = A(\omega) = |S(j\omega)|$ - амплітудно-частотна характеристика ЗВТ;

$\Delta\omega = \frac{2 \cdot \pi}{N \cdot T_a}$ - відстань розташування дискретних значень частоти;

T_a - час дискретизації;

N - кількість вибірок;

$N \cdot T_a$ - сумарний час спостереження.

5.3 Невизначеність відновлення сигналів під час динамічних вимірювань

При вимірюванні швидкоплинних процесів, необхідно враховувати і коригувати динамічну невизначеність використовуваного ЗВТ [1]. Ця невизначеність зумовлена неідеальністю динамічних властивостей використаних ЗВТ і пов'язана з ненульовим часом відгуку ЗВ на вхідний сигнал. Однією із основних задач ІВТ є знаходження вимірюваної величини $x(t)$ зв вихідним сигналом ЗВТ $y(t)$.

Коригування динамічної похибки вхідного сигналу $x(t)$ передбачає розв'язання операторного рівняння динаміки [1]:

$$x(t) = B^{-1}[y(t)], \quad (5.16)$$

де $y(t)$ - вихідний сигнал ВП;

B^{-1} - обернений оператор ВП.

При цьому припускається, що відомо оцінки оператора В вихідного сигналу $y(t)$ та їх непевності $u[B], u[y(t)]$. Під ров'язком розуміють знаходження оцінки вхідного сигналу $x(t)$ і його невизначеності $u[x(t)]$. Невизначеність $u[B]$ - це невизначеність знаходження оператора конкретного ЗВТ, або відхилення конкретного оператора від нормованого значення. Невизначеність $u[y(t)]$ є невизначеністю визначення $y(t)$, яка в загальному випадку складається із непевності реєстрації і підрахунку. Неперервність $u[x(t)]$ є невизначеністю коригування, тобто непевністю визначення динамічної непевності. Очевидно, що коригування доцільне лише у тому випадку, коли $u[x(t)] < \frac{u[y(t)]}{k}$.

Компенсація динамічної невизначеності (непевності), на відміну від статичної, де вносяться поправки в результат вимірювання, може бути здійснена лише шляхом складної обробки вихідного сигналу ЗВТ.

Відновлення вхідного сигналу полягає в:

- Отриманні вихідного сигналу ЗВТ $y(t)$ з тривалістю T ;
- Розкладанні виміряного сигналу $y(t)$ в ряд Фур'є з періодом першої гармоніки вигляду [1]:

$$y(t) = \frac{m_0}{2} + \sum_{k=1}^K m_k \cdot \cos(k\omega_0 t) + \sum_{k=1}^K n_k \cdot \sin(k\omega_0 t), \quad (5.17)$$

де $\omega_0 = \frac{2\pi}{T}$;

T - тривалість вихідного сигналу $y(t)$;

m_0, m_k, n_k - коефіцієнти, які визначаються за формулами [1]:

$$\begin{aligned} m_0 &= \frac{2}{N} \sum_{n=0}^{N-1} y_n, \\ m_k &= \frac{2}{N} \sum_{n=0}^{N-1} y_n \sin(k\omega_0 t_n), \\ n_k &= \frac{2}{N} \sum_{n=0}^{N-1} y_n \cos(k\omega_0 t_n) \end{aligned} \quad (5.18)$$

- Експериментальному визначенні АЧХ $A(\omega)$ та ФЧХ $\Phi(\omega)$ ЗВТ і знаходженні дійсної та уявної частини комплексної частотної характеристики [1]:

$$\begin{aligned} a(\omega) &= A(\omega) \cos(\Phi(\omega)), \\ b(\omega) &= A(\omega) \sin(\Phi(\omega)). \end{aligned} \quad (5.19)$$

- Обчисленні коефіцієнтів Фур'є c_k, z_k вхідного сигналу $x(t)$ із системи рівнянь [1]:

$$\begin{cases} c_k a(k\omega) + z_k b(k\omega) = m_k, \\ z_k a(k\omega) - c_k b(k\omega) = n_k; \end{cases} \quad (5.20)$$

$$m_0 = \frac{c_0}{a(0)};$$

- Визначенні вхідного сигналу $x(t)$ у вигляді ряду Фур'є [1]:

$$x(t) = \frac{c_0}{2} + \sum_{k=1}^K c_k \cdot \cos(k\omega t) + \sum_{k=1}^K z_k \cdot \sin(k\omega t) \quad (5.21)$$

Недоліком такої послідовності дій є надлишковість обчислень. Оскільки реальний вихідний сигнал $y(t)$ визначений лише на проміжку $[0; T]$, то досить припустити, що функція $y(t)$ парна і розкласти її за косинусами, або непарна - її розкласти її за синусами. Це значно скоротить об'єм підрахунків і спростить алгоритм коригування.

У реальних ЗВТ (як цифрових, так і аналогових) вихідний сигнал $y(t)$ поданий у вигляді дискретних відліків $y(t_i)$. Тому при обчисленні коефіцієнтів ряду Фур'є знак інтегрування змінюється на знак підсумовування.

Припустимо, що функція $y(t_i)$ парна і розкладемо її за косинусами обмежившись K -ю гармонікою [1]:

$$y(t_i) = \frac{m_0}{2} + \sum_{k=1}^K m_k \cdot \cos(k\omega t) \quad (5.22)$$

Коефіцієнти m_0, m_k розраховуються за формулами [1]:

$$\begin{aligned} m_0 &= \frac{2}{N} \sum_{i=1}^N y(t_i) T_a, \\ m_k &= \frac{2}{N} \cos(k\omega t) \sum_{i=1}^N y(t_i) T_a, \end{aligned} \quad (5.23)$$

$$\text{де } N = \frac{T}{T_a};$$

T_a - крок дискретизації сигналу.

Вихідний сигнал $x(t_i)$, розкладений в ряд Фур'є за косинусами, має аналогічний формулі і має вигляд [1]:

$$x(t_i) = \frac{c_0}{2} + \sum_{k=1}^K c_k \cdot \cos(k\omega t) \quad (5.24)$$

$$\text{де } c_0 = \frac{2}{N} \sum_{i=1}^N x(t_i) T_a;$$

$$c_k = \frac{2}{N} \cos(k\omega t) \sum_{i=1}^N x(t_i) T_a.$$

Коефіцієнти c_0, c_k визначаються за формулами [1]:

$$c_0 = \frac{m_0}{a(0)};$$

$$c_k = \frac{m_k a(k\omega)}{a^2(k\omega) + b^2(k\omega)}. \quad (5.25)$$

Для більшості ЗВТ $\Phi(\omega) = 0$, тому формулу (5.25) можна спростити до вигляду:

$$c_k = \frac{m_k}{a(k\omega)} = \frac{m_k}{A(k\omega)} \quad (5.26)$$

Отже, відновлений сигнал можна описати виразом:

$$x(t_i) = \frac{T_a \sum_{i=1}^N y(t_i)}{A(0)} + \sum_{k=1}^K \frac{2T_a \sum_{i=1}^N y(t_i)}{A(k\omega)} \cos^2(k\omega t) \quad (5.27)$$

При відновленні сигналу потрібно оцінювати його невизначеність. Для цієї задачі вона може бути двох видів: методична, що пов'язана із заміною нескінченної межі підсумовування гармонік сигналу на кінцеву кількість K , та інструментальна, що викликана невизначеністю реєстрації вихідного сигналу $y(t)$ і частотних характеристик ЗВТ.

Розглянемо інструментальну невизначеність відновлення вхідного сигналу. Вимірювання вхідного сигналу ЗВТ є опосередкованим, тобто шукана величина $x(t)$ визначається на підставі результатів прямих $y(t)$ і амплітудно-частотної характеристики (АЧХ) ЗВТ $A(\omega)$, з якими вона функціонально пов'язана. Найчастіше величини $y(t)$ та $A(\omega)$ корельовані між собою, тому що визначаються за допомогою одного ЗВТ.

Алгоритм вираження невизначеності відновлення сигналів при динамічних вимірюваннях

1. Визнати оцінку вхідного сигналу за формулою (5.27)

2. Визнати стандартні непевності $u[y(t)], u[A(\omega)]$

Якщо вимірювання величин $y(t)$ та $A(\omega)$ багаторазові, то непевність розраховують за типом А; або за типом В, якщо вимірювання одноразові. На практиці результати вимірювання $y(t)$ частіше отримують одноразово, а АЧХ

ЗВТ визначається заздалегідь при випуску з виробництва (або під час метрологічних досліджень).

3. Розрахувати коефіцієнти чутливості

$$\frac{\partial x(t_i)}{\partial y(t_i)} = \frac{N \cdot T_a}{A(0)} + \sum_{k=1}^K \frac{2 \cdot N \cdot T_a}{A(k\omega)} \cdot \cos^2(k\omega t),$$

$$\frac{\partial x(t_i)}{\partial A(\omega)} = \sum_{k=1}^K \frac{2T_a \sum_{i=1}^N y(t_i)}{A^2(k\omega)} \cos^2(k\omega t).$$

4. Визначити коефіцієнти кореляції $r[y(t), A(\omega)]$

5. Розрахувати квадрат комбінованої невизначеності результату вимірювання за формулою:

$$u_s^2 = \left(\frac{\partial x(t_i)}{\partial y(t_i)} \right)^2 \cdot u^2 \left[y(t) + \left(\frac{\partial x(t_i)}{\partial A(\omega)} \right)^2 \cdot u^2 [A(\omega)] \right] + \\ + \frac{\partial x(t_i)}{\partial y(t_i)} \cdot \frac{\partial x(t_i)}{\partial A(\omega)} \cdot u[y(t)] \cdot u[A(\omega)] \cdot r[y(t), A(\omega)].$$

6. Визначити розширену невизначеність $U = t_p(v_{eff}) \cdot u_s$

Контрольні питання до теми 5 [1]

1. Які динамічні характеристики використовуються для вираження динамічної невизначеності вимірювань.

2. Наведіть вираз для розрахунку динамічної невизначеності та вирази для визначення компонент, з яких вона складається.

3. Наведіть алгоритм відновлення вхідного сигналу за допомогою вимірюного значення вихідного сигналу і експериментальної амплітудно-частотної характеристики ЗВТ при динамічних вимірюваннях.

4. Наведіть алгоритм вираження невизначеності відновлення сигналів на основі невизначеності вихідного сигналу і невизначеності амплітудно-частотної характеристики ЗВТ при динамічних вимірюваннях.

5. Які вимоги повинні виконуватися для того, щоб вимірювання були достовірними, з урахуванням динамічної невизначеності.

6. Як динамічна невизначеність впливає на достовірність та точність вимірювань.

ТЕМА 6. ОЦІНЮВАННЯ ХАРАКТЕРИСТИК ТОЧНОСТІ РЕЗУЛЬТАТІВ ЛАБОРАТОРНИХ ВИПРОБУВАНЬ

6.1 Загальні положення

Лабораторні випробування є невід'ємною частиною забезпечення якості продукції. Одночасна присутність інтересів виробників і споживачів висуває проблему забезпечення необхідної точності результатів випробувань, створення умов для забезпечення їх порівняння та взаємного визначення незалежно від часу і місця проведення випробувань [1].

Основою для порівняння результатів випробувань є їх єдність за принципом, оголошеним Міжнародною організацією із стандартизації ISO - «єдиний стандарт-єдиний метод випробувань - єдина процедура оцінювання відповідності».

Випробування є багатоетапною процедурою, яка починається з підготовки проб і закінчується вимірюванням фізичної величини, що несе інформацію про характерні властивості об'єкту дослідження. Кожна з випробувальних процедур супроводжується невизначеністю, основні джерела виникнення якої показано на рис.6.1 у вигляді узагальненої структурно-логічної схеми.

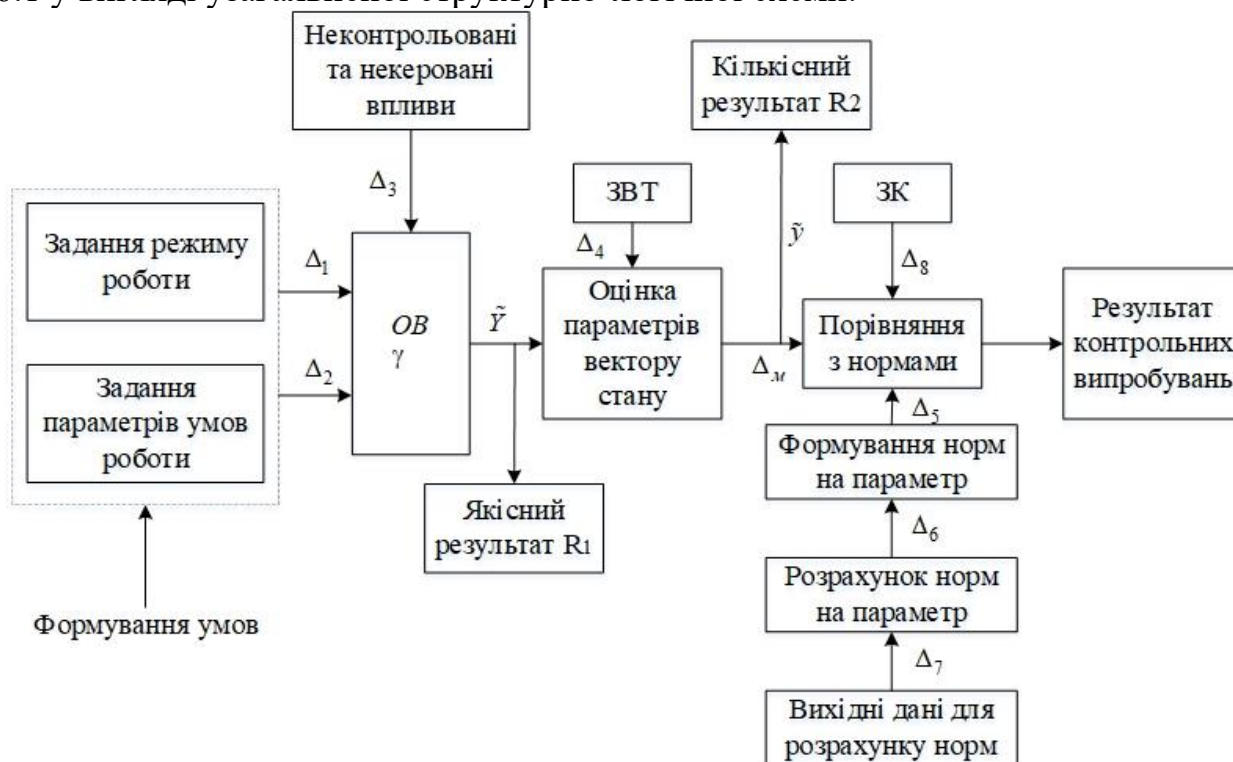


Рисунок 6.1 - Узагальнена структурно-логічна схема виникнення невизначеності результатів випробувань [1]

Вектор спостережуваного стану об'єкту $\tilde{Y}$, що відповідає дійсним зазначенням параметрів умов, які в загальному випадку відрізняються від нормованих значень, в подальшому використовується як вихідний для оцінювання результатів випробувань. Некількісну оцінку властивості об'єкту

(якісний результат) R_1 , наприклад, зміну форми, кольору одержують шляхом експертного оцінювання або органолептичними методами за реакцією об'єкта на впливи умов випробувань, а також зовнішніх неконтрольованих факторів. У цьому випадку невизначеність кількісної оцінки описується виразом [1]:

$$\Delta(R_1) = \Phi_1(\Delta_1 * \Delta_2 * \Delta_3), \quad (6.1)$$

де Φ_1 - знак функціоналу;

Δ_1 - невизначеність завдання режиму роботи об'єкта;

Δ_2 - невизначеність завдання параметрів умов роботи об'єкта;

Δ_3 - невизначеність, обумовлена неконтрольованими й некерованими впливами;

* - символ поєднання.

Якщо зміни стану об'єкта оцінюються за кількісними результатами, то поряд з точністю вимірювання (завдання) умов випробувань, виникає вимірювальне завдання з оцінювання значень параметра вихідної величини об'єкта. У цьому випадку суттєвим є правильне уявлення про вектор стану об'єкта $\tilde{Y}$, беручи до уваги, що в більшості випадків вид взаємозв'язку умов випробувань із параметрами вимірювальної величини об'єкта невідомий, що вносить невизначеність Δ_m . Кількісну оцінку результату випробувань R_2 одержують, виходячи із значення параметру об'єкту випробування (ОВ) $\tilde{y}$ за допомогою засобу вимірювальної техніки (ЗВТ), що вносить невизначеність Δ_4 . Тоді невизначеність кількісної оцінки R_2 описується виразом [1]:

$$\Delta(R_2) = \Phi_2(\Delta_1 * \Delta_2 * \Delta_3 * \Delta_4 * \Delta_m) \quad (6.2)$$

При проведенні контрольних випробувань відбувається порівняння оцінки параметра $\tilde{y}$ за допомогою засобу контролю (ЗК), що вносить невизначеність Δ_8 з нормами на параметр $[\hat{y}_n, \hat{y}_e]$, які сформовані невизначеністю Δ_5 . Формування норм на параметр здійснюється шляхом перетворення розрахункових значень норм у фізичний еквівалент, однорідний з отриманою оцінкою параметра вектору стану. Розрахунок норм здійснюється з невизначеністю Δ_6 на підставі вихідних даних, що мають невизначеність Δ_7 . Результат R_3 контрольних випробувань показника якості ОВ буде відомий із комбінованою невизначеністю [1]:

$$\Delta(R_3) = \Phi_3(\Delta_1 * \Delta_2 * \Delta_3 * \Delta_4 * \Delta_5 * \Delta_6 * \Delta_7 * \Delta_8 * \Delta_m) \quad (6.3)$$

Яка буде впливати на формування вірогідності рішення: «ОВ придатний» (П) або «ОВ не придатний» ($\bar{P}$). Ці рішення будуть відомі з деякою помилкою, що характеризує ризик виробника і ризик споживача.

Джерела невизначеності можна об'єднати у дві основні групи [1]:

- Дії яких проявляються нерегулярно і з інтенсивністю, яку складно передбачити, та є причиною розсіювання результатів, наприклад, неконтрольовані та некеровані впливи;
- Дії яких закономірно змінюються в процесі проведення випробувань, і є причиною зсуву результату випробувань, наприклад, методика, що реалізує метод випробувань. У процесі випробувань деякі джерела одночасно спричиняють зсув та розсіювання результату. Саме, виходячи із цієї позиції, необхідно оцінювати їх вплив.

При атестації або валідації методики необхідно оцінювати, а потім нормувати її показники точності, які враховують можливі впливи умов проведення випробувань, характерні риси організації експерименту в лабораторіях, включаючи багатостадійний етап пробопідготовки. Безпосередньо аналітичним шляхом таке завдання вирішити практично неможливо, тому що, зазвичай, відсутня математична модель, яка враховує зв'язок характеристик об'єкта випробувань, умов і режимів його роботи з вихідною вимірювальною величиною. Тому це завдання вирішують шляхом проведення міжлабораторного спільного експерименту, який є фізичною моделлю реалізації процедури випробувань.

Для проведення спільного експерименту залучаються компетентні у передовій галузі випробувальні лабораторії, що утворюють співдружність лабораторій, на якій базується єдність лабораторних випробувань, і головною характеристикою якої є досяжна відтворюваність результатів на даний час. За рахунок цього при встановленні та оцінюванні характеристик точності результатів випробувань відходять від ідеології призначення їх припустимих меж, їх нормування здійснюється на основі статистичного оцінювання та становлення на шлях формалізації існуючого на поточний час становища випробувального процесу у лабораторіях.

З наведеної схеми витікає, що метрологічні характеристики ЗВТ, які входять до складу випробувального обладнання, залежать від наявності взаємозв'язку між параметрами фактичних умов проведення випробувань. Тому необхідно здійснювати експериментальне оцінювання метрологічних характеристик ЗВТ в умовах проведення випробувань, коли присутній взаємний вплив параметрів на результат вимірювання. При цьому результати випробувань, які проводяться в одній лабораторії, де існує «своя» організація цієї процедури та умови її проведення, мають бути порівняні з результатами, отриманими іншими лабораторіями.

Отже, при випробуваннях основною оцінкою їх якості є порівнянність отриманих результатів. При цьому, необхідно виходити із реальних можливостей лабораторії, організацій в них випробувань при реалізації атестованої або стандартизованої методики. Сучасний підхід не передбачає декларування «будь-яка лабораторія при вимірюванні за цією методикою повинна мати похибку, що не перевищує приписану цією методикою». Можна скільки завгодно підвищувати вимоги до точності результатів випробувань, але це не буде об'єктивною характеристикою технічних і організаційних

можливостей лабораторії. Тому при нормуванні показників (характеристик) точності випробувань необхідно встановлювати, а потім нормувати показники точності на основі статистичного підходу.

У зв'язку з вищесказаним, вимоги до показників точності результатів випробувань та методів їхнього оцінювання формулюються так, щоб з одного боку, ці показники забезпечували надійність оцінювання, а з іншого боку, подавалися в простій і зручній формі.

Як характеристики властивостей об'єкта вимірювань (випробувань) використовуються показники точності результатів, рекомендовані стандартом, а також [14].

Визначення цих показників є необхідною умовою валідації методик вимірювання (випробування). **Валідація** - це документально оформлена процедура, яка дає високий ступінь впевненості в тому, що конкретна методика буде приводити до результатів, які відповідають попередньо встановленим критеріям відповідності. При валідації встановлюється придатність методики забезпечувати відтворюваність і достовірність результатів, точність яких відповідає заданим нормам.

Валідації підлягають [1]:



Основним якісним показником для будь-якої експериментальної процедури є точність отриманого кількісного результату (рис.6.2).

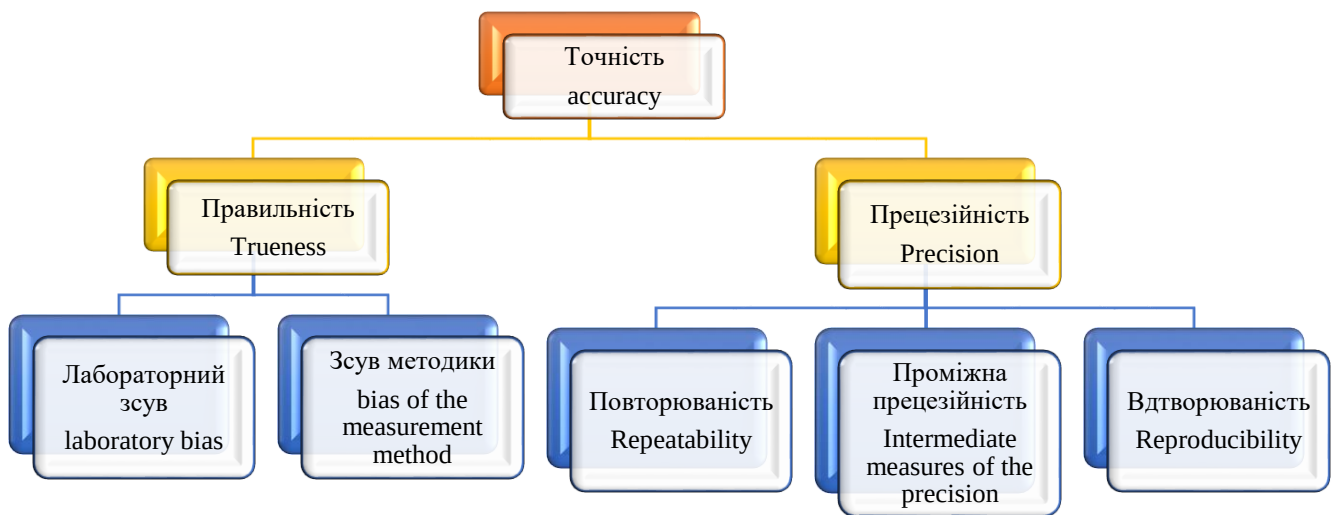


Рисунок 6.2 - До визначення поняття «точність» [1]

Точність. Згідно з [2, 14, 54, 55] точність - це ступінь близькості результату вимірювань до прийнятого опорного значення. При цьому прийняте опорне значення використовують як дійсне значення (погоджене значення для порівняння) в умовах відсутності еталонів. Залежно від виду розв'язуваного завдання й можливостей лабораторії прийнятим опорним значенням може бути:

1. Теоретичне або встановлене значення, основане на наукових принципах

2. Приписане або сертифіковане значення, основане на експериментальних даних національних або міжнародних організацій (при наявності референтної лабораторії)

3. Погоджене або атестоване значення, основане на спільній роботі (проведення спільного експерименту, створення міжнародної співдружності лабораторій)

4. Математичне сподівання вимірюваної характеристики (середнє значення результатів спостережень) лише у випадку, коли перші три позиції недоступні.

Точність у цьому випадку виступає як інтегральний якісний показник, що характеризується правильністю і прецизійністю. Складові точності наведені на рис.6.2.

У свою чергу правильність характеризується лабораторним зсувом та зсувом методики, а поняття прецизійності диференціюється при різних умовах виконання експерименту і називається відповідно до них або *повторюваністю*, або *проміжною прецезійністю*, або *відтворюваністю* результатів (методики).

Правильність результатів випробувань характеризує ступінь близькості середнього значення до істинного та обумовлена недосконалістю методики,

недосконалістю формування або встановлення умов випробувань, конструктивними особливостями ЗВТ і випробувального обладнання тощо [1]. Мірою правильності є систематична похибка, а оцінкою систематичної похибки є зсув.

Отже, зсув - це різниця між математичним очікуванням результатів випробування та прийнятим опорним значенням. Правильність можна оцінити тільки тоді, коли є інформація про прийняте опорне значення вимірюваної величини, наприклад, про стандартні зразки (СЗ) матеріалів та речовин, стандартні концентрації розчинів тощо.

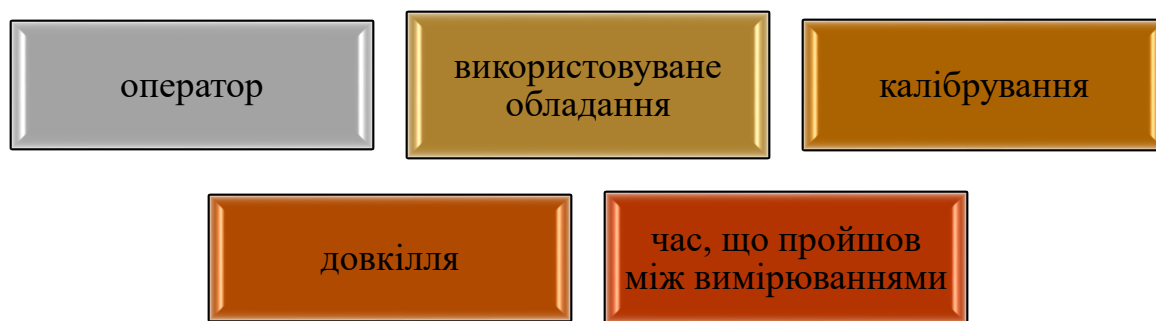
Складовими правильності є лабораторний зсув, що характеризує індивідуальні особливості організації процедури випробування в лабораторії, та зсув методики, що характеризує її правильність.

Оцінку лабораторного зсуву результату можна здійснювати двома шляхами:

- З використанням СЗ із атестованими характеристиками;
- Звіренням результатів з результатами, отриманими референтною (базовою) лабораторією.

Оскільки випробування є складною експериментальною процедурою, яка містить етап виділення інформативних параметрів або величин, що характеризують властивості об'єкта, то правильність методики залежатиме від якості реалізації цього етапу. Наприклад, при хімічному аналізі зсув результату може виникати, якщо застосовувана методика випробування не в змозі «витягти» весь компонент, або якщо присутність одного компонента перешкоджає визначенню іншого, близького за властивостями компонента.

Прецизійність. Для одержання результату випробувань необхідно реалізувати процедуру вимірювання, яка супроводжується впливом випадкових величин, що призводить до розсіювання результатів спостережень навколо деякого середнього. На розсіювання результатів спостережень може впливати безліч факторів. Серед них можна виділити п'ять основних:



Характеристикою розсіювання результатів вимірювань є прецизійність – друга, так звана експериментальна, складова точності.

Прецизійність характеризує близькість незалежних результатів випробувань, отриманих у встановлених (заданих) умовах, а показником прецизійності є стандартне (середньоквадратичне) відхилення результатів випробувань, виконаних в цих умовах. Причому, як результати можуть розглядатися і результати одноразових спостережень, і середні значення декількох спостережень. Для характеристики прецизійності часто

використовують відносно стандартне відхилення, що є величиною безрозмірною, тому і більш наочною.

Прецизійність залежить тільки від випадкових факторів (їх можливих значень) і не пов'язана ні з істинним значенням, ні із заданим. При цьому особлива увага приділяється умовам випробувань, які саме і впливають на мінливість результатів.

Повторюваність. Як відомо із математичної статистики [14], стійкість результатів вимірювань спостерігається в їхній повторюваності при незмінних умовах випробувань. Тому для забезпечення умов повторюваності необхідно забезпечити сталість під час проведення експерименту всіх п'яти перерахованих вище факторів. Якщо дослідження проводяться в тій самій лабораторії на ідентичних випробувальних об'єктах тим самим оператором та ній самій установці за малий, порівняно із змінами довкілля, проміжок часу, то розбіжності між спостереженнями будуть визначатися впливом лише випадкових величин. Розкид результатів в окремій лабораторії в умовах повторюваності характеризує внутрішньо лабораторна дисперсія [1]:

$$\text{Var}(e_w) = \sigma_w^2. \quad (6.4)$$

Загальне середнє значення внутрішньо лабораторних дисперсій описується виразом [1]:

$$\sigma_r^2 = (\text{Var}(\bar{e}_w)) = \bar{\sigma}_w^2 \quad (6.5)$$

Загальне середнє значення внутрішньо лабораторних дисперсій, отриманих при спільному експерименті, нормується як дисперсія повторюваності, що надалі приймається як характеристика випадкової складової лабораторної похибки для даної методики.

У більшості випадків ці розбіжності добре апроксимуються нормальним законом.

Характеристикою зміни результатів спостережень у лабораторії є повторюваність - прецизійність в умовах повторюваності. Умови повторюваності полягають у дотриманні сталості вищевказаних факторів.

Згідно із визначенням умов повторюваності, вимірювання для визначення показника повторюваності мають бути виконані в стабільних режимах, тобто протягом часу вимірювання впливові фактори мають бути стабільними. Зокрема, устаткування не повинно повторно калібруватися між вимірюваннями, і випробування мають проводитися за найкоротші проміжки часу, щоб мінімізувати зміни факторів, такі як умови довкілля, значення стандартних зразків, сталість яких не можна гарантувати (особливо при біомедичних дослідженнях). Однак, навіть при цьому результати, перебуваючи у встановлених межах, будуть, як правило, відрізнятися один від одного.

Показником повторюваності є стандартне (середньоквадратичне) відхилення σ_r великої кількості результатів випробувань, отриманих в умовах

повторюваності. Статистичною мірою є межа повторюваності g - значення, яке з довірчою ймовірністю 95 % не перевищується абсолютною величиною різниці між результатами двох вимірювань (випробувань), які були отримані в умовах повторюваності.

У деяких документах ця характеристика називається збіжністю. Однак, термін «збіжність» - це результат помилкового перекладу і застосування цього терміну у використовуваному сенсі не є коректним.

Якщо випробування проводяться тільки однією лабораторією, то поняття повторюваність і прецизійність ідентичні.

Відтворюваність. Випробування того самого об'єкта, виконані за однією методикою, можуть здійснювати декількома лабораторіями у різних, але таких, що перебувають у заданих або нормованих межах, умовах, оснащеними устаткуванням з різними (індивідуальними) технічними характеристиками, а досліди проводитись за участю різних операторів та у різний час [1]. Різниця між характеристиками лабораторного устаткування, кваліфікацією операторів, а також організацією проведення випробувань у лабораторіях, що має місце навіть у випадку їхнього знаходження в межах припустимих норм, призводить зрештою до того, що будуть відрізнятися і лабораторні складові зсуву B° , розсіювання яких характеризується міжлабораторною дисперсією $Var(B^\circ) = \sigma_L^2$. За необхідності вплив цих складових може бути оцінено окремо в умовах проміжної прецизійності.

Оскільки лабораторна похибка містить випадкову складову, а систематична її складова є одним з можливих значень випадкової величини «міжлабораторної зміни» B° , то для характеристики дисперсії відтворюваності результатів σ_R^2 необхідно розглядати як вплив дисперсії повторюваності, так і міжлабораторної дисперсії [1]:

$$\sigma_R^2 = Var(\bar{e}_W) + Var(B^\circ). \quad (6.6)$$

Тобто

$$\sigma_R^2 = \sigma_L^2 + \sigma_r^2. \quad (6.7)$$

Результати отримані у такий спосіб (за умов повторюваності), можуть відрізнятися. Цій властивості повторних випробувань відповідає особлива характеристика – відтворюваність результатів випробувань – прецизійність в умовах відтворюваності. При цьому в кожній лабораторії має виконуватися умова повторюваності.

Як показник відтворюваності використовується стандартне відхилення σ_R результатів вимірювань (випробувань), отриманих в умовах відтворюваності, за регламентованою методикою випробування та за стабільних характеристик об'єкта.

Дисперсія відтворюваності є основою повторюваності та підтвердження відповідності результатів, отриманих у лабораторіях, атестації, стандартизації та валідації методик випробувань, а також важливою характеристикою при акредитації лабораторії.

Повторюваність та відтворюваність є два крайні випадки прецизійності, де перша характеризує мінімальну, а друга - максимальну можливу мінливість результатів.

За умови відтворюваності беруться умови, при яких результати вимірювання (випробування) отримують за однією методикою та ідентичних об'єктах випробування, але в різних лабораторіях, різними операторами, з використанням «свого» обладнання одного і того ж самого типу. Межа відтворюваності R - це значення, яке на множині можливих пар результатів вимірювань, отриманих в умовах відтворюваності з σ_R , з довірчою ймовірністю 95 % не перевищується абсолютною величиною різниці результатів двох вимірювань, що входять у пари. Введення цих меж забезпечує сумісність (прийнятність) одержуваних результатів.

Так, межа повторюваності визначається [1]:

$$r = 1,96 \cdot \sqrt{2 \cdot \sigma_r^2} = 2,77 \cdot \sigma_r. \quad (6.8)$$

А межі відтворюваності як

$$R = 1,96 \cdot \sqrt{2 \cdot \sigma_R^2} = 2,77 \cdot \sigma_R. \quad (6.9)$$

Проміжна прецизійність. Між умовами повторюваності та відтворюваності, регламентованими методикою, у практиці випробувань існує низка випадків, коли деякі вимоги, передбачувані цими умовами, не виконуються. Одним із прикладів може бути робота випробувальної лабораторії в дві зміни, коли експериментальні дослідження проводяться різними операторами, в різний час. Для характеристики таких ситуацій вводиться поняття «проміжних умов прецизійності». Кількість видів проміжної прецизійності дорівнює загальній кількості сполучень, яку можна утворити із чотирьох елементів: час, калібрування, оператор, устаткування. Як міри проміжкової прецизійності використовуються стандартні відхилення σ_I результатів випробувань, отриманих експериментально у відповідних умовах. При записуванні цих величин рекомендується вказувати, які саме фактори змінюються: час T , калібрування C , оператор O , устаткування E ($\sigma_{I(T)}, \sigma_{I(C)}, \sigma_{I(O)}, \sigma_{I(E)}$). Використання значень деяких видів проміжної прецизійності можливо, наприклад, при порівняльному оцінюванні лабораторій, що виконують випробування за тією самою методикою, при валідації методики в лабораторії, а також при контролі якості роботи лабораторії, оцінюванні кваліфікації оператора.

Особливе значення серед всіх видів прецизійності має відтворюваність. Випробування крім вимірювання вихідної величини об'єкта містять у собі сукупність взаємозалежних процедур, таких як виділення компонентів із проби, сприйняття інформативних величин, що характеризують властивості об'єкта, задання умов та режимів роботи об'єкта, які можуть бути реалізовані у деяких межах, що призводить до неоднозначності одержуваних результатів. При цьому значення вимірюваної величини є деякими функціоналом від дійсних значень величин, які мають місце при реалізації цих процедур, але вид аналітичної залежності, що описує цей взаємозв'язок, установити не є можливим. З огляду на це, відтворюваність, отримана на основі експериментальних даних, є комплексним показником методики випробувань, що характеризує можливе розсіювання результатів, одержуваних незалежно від часу і місця проведення випробувань. У такий спосіб за значенням відтворюваності можна порівнювати між собою не тільки конкретні дані, отримані при реалізації методики, а й спроможність лабораторій, що спеціалізуються на випробуваннях даного виду, реалізувати цю методику.

При вдосконаленні організації процедури випробувань в лабораторіях, застосуванні сучаснішого устаткування відтворюваність може змінюватися і бути характеристикою або сумісності лабораторій, що виконують випробування тієї самої продукції, або характеристикою досконалості (або недосконалості) методики при виконанні випробувань різними лабораторіями.

Отже, розглянуті оцінки показників точності можна подати у вигляді трьох рівнів. Першому, найвищому, рівню відповідає поняття точності, мірою якої є інтегральна похибка (невизначеність) вимірювання. На другому рівні точність подається складовими: правильністю та прецизійністю, оцінками яких є відповідно зсув та стандартне відхилення прецизійності. На третьому рівні розглядаються складові правильності: лабораторний зсув та зсув, внесений недосконалістю методики, а прецизійність диференціюється залежно від умов виконання вимірювань і характеризується стандартним відхиленням повторюваності, проміжної прецизійності та відтворюваності..

Такий підхід у трактуванні «точність» відповідає концепції невизначеності, що у цьому випадку може бути поширена на випробування, де правильність результату характеризується комбінованою невизначеністю типу В, а прецизійність, оцінювана на підставі експериментальних даних, що є результатами прямих вимірювань, характеризується оцінкою невизначеності типу А і враховує всі впливові фактори із встановленням їх причинно-наслідкового зв'язку. У разі складності встановлення таких зв'язків можна безпосередньо оцінювати невизначеність результату за показниками правильності та складовими дисперсії прецизійності при асимптотично нормальних оцінках та вибірках порівняно великого обсягу.

6.2 Експериментальний підхід до оцінювання невизначеності результатів випробувань

Модельний підхід при оцінюванні невизначеності результатів вимірювання дозволяє оцінити внески складових невизначеності і тим самим, за необхідності, зменшувати їх вплив на точність вимірювань [1]. Він є доцільним і може бути єдиним методом у випадку неможливості проведення статистичних спостережень, наприклад, при випробуваннях з руйнуванням, за економічної недоцільності, за можливості нехтування випадковою похибкою, використовуючи тільки апіорну інформацію типу В. При цьому оцінювання невизначеності ґрунтується на можливості формалізації впливу всіх складових вимірювального процесу. Фактори, що фігурують у цьому підході, описуються відповідними вхідними величинами, які формують модель опосередкованих вимірювань, що є алгоритмом перетворення цих величин у вихідну (вимірювану) величину.

При проведенні випробувань багато джерел невизначеності результатів не можуть бути формалізовані в тому чи іншому вигляді. До них можна віднести такі, які або не можуть бути оцінені кількісно, або від яких важко встановити залежність вимірюваної величини при поданні моделі вимірювань. Вони діють на всіх етапах випробувального процесу, у тому числі і на початковому, наприклад, оператор, дрейф характеристик устаткування, неповне визначення вимірюваної величини, неадекватність моделі вимірювання тощо. Вплив більшості факторів, що характеризують зовнішні умови вимірювань, таких як електромагнітні, віброакустичні, радіаційні, механічні та інші впливи складно подати подати в аналітичному вигляді.

Зокрема, при проведенні аналітичних, медико-біологічних досліджень, власне процедурі вимірювань передують цілий ряд специфічних етапів, пов'язаних з відбором і підготовкою зразків (проб), виконання яких є суттєвим внеском у невизначеність результатів випробувань (приклади застосування наведено в розділі 6 СРС).

Неможливість аналітичного подання впливу більшості зовнішніх і внутрішніх факторів на вихідну вимірювану величину означає, що неможливо знайти коефіцієнти впливу того чи іншого фактору, тим паче, що часто така інформація взагалі відсутня. Причиною відсутності інформації про дисперсії і коваріації вхідних величин є також і те, що деякі з них взагалі не мають кількісного вираження.

При проведенні експериментальних досліджень на результат вимірювання впливають випадкові величини e° , розсіювання яких характеризується дисперсією повторюваності, яка є середньою оцінкою лабораторних розсіювань. Крім того, кожна з лабораторій буде мати «свою» складову зсуву В та для конкретної лабораторії вона буде величиною постійною, тому що кожна з лабораторій, що проводить той самий вид випробувань, має устаткування зі «своїми» відмінними характеристиками, але такими, що перебувають у межах заданих норм, операторів зі своїми індивідуальними особливостями, «власний»

рівень організації випробувань, що перебуває в регламентованих межах, особливості процедур контролю. Для оцінювання можливих значень лабораторної складової зсуву B° , що має місце при міжлабораторному експерименті, використовується середньоквадратичне відхилення σ_L , що характеризує міжлабораторну мінливість результатів вимірювань при випробуванні.

Описана вище ситуація зображена на рис. 6.3, де лабораторна складова зсуву B , відповідно до вищезгаданого, є центром розподілу випадкової похибки e_w в цій лабораторії.

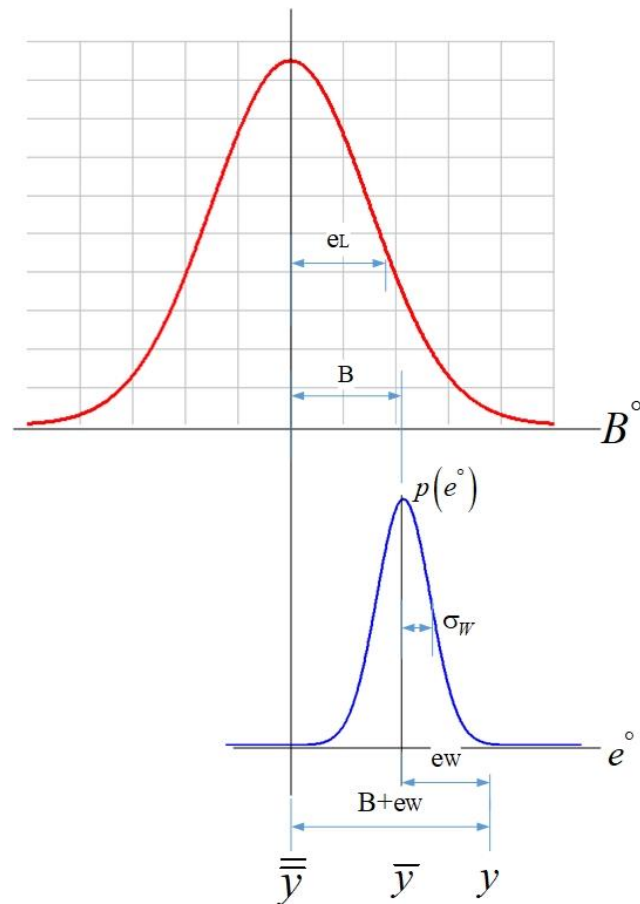


Рисунок 6.3 - Складові загальної похибки при випробуваннях: а - закон розподілу можливих значень B° , де σ_L - міжлабораторне СКВ (розсіювання B°); $\bar{\bar{y}}$ - загальне середнє; б – закон розподілу випадкової похибки лабораторії e° , де $\bar{y}$ - середнє значення по лабораторії, σ_w - внутрішньо лабораторне СКВ [1]

При оцінюванні показників точності методики випробувань важливим є значення правильності та відтворюваності результатів, отриманих згідно цієї методики. При цьому вихідним є загальне середнє $\bar{\bar{y}}$ результатів спільного експерименту, проведеного сукупністю лабораторій. Математичне очікування цього середнього може відрізнятися від опорного значення μ . Можливе значення кожного результату випробування Y при цьому буде подано статистичною моделлю, що є базовою [1]:

$$Y = m_{\bar{y}} + B^{\circ} + e^{\circ}, \quad (6.10)$$

де $m_{\bar{y}}$ - математичне очікування загального середнього результатів вимірювань $m_{\bar{y}} = \mu + \delta$;

B° - можливе значення лабораторної складової зсуву результату (правильності) в умовах відтворюваності;

e° - випадкова складова похибки вимірювання в умовах повторюваності;

δ - зсув результату, внесений недосконалістю методики випробувань.

Застосування статистичної моделі результату випробування для оцінювання його невизначеності дозволяє автоматично враховувати вхідні фактори (у тому числі невідомі), що є основним джерелом розсіювання результатів. Прецизійність, отримана при цьому, відповідає сукупностям факторів, що характеризують ті або інші умови проведення вимірювань при випробуваннях.

При такому підході одноразову вимірювання вихідної величини об'єкта розглядаються як базова форма вимірювань. При цьому невизначеність вимірювань відносять до окремих результатів, а повторюваність, відтворюваність та правильність - до виконання процесу випробувань на підставі методики, що використовується всіма лабораторіями.

Мірами при оцінці прецизійності, як і невизначеності, є стандартні відхилення результатів вимірювань, отриманих в умовах повторюваності, відтворюваності, а також у проміжних умовах прецизійності. Ці оцінки, отримані заздалегідь у результаті спільного експерименту, не менше характеризують «дисперсію значень, які могли б бути обґрунтовано приписані вимірюваній величині», отриману безпосередньо з результатів прямих вимірювань.

Згідно Керівництва [2] невизначеність має розраховуватися як комбінована невизначеностей всіх етапів виконання вимірювань. Через орієнтацію на вхідні величини такий підхід у документі [17] називають висхідним підходом оцінки невизначеності. Інакше кажучи, передбачається теоретично або експериментально оцінити всі складові невизначеності і підсумувати їх за певними правилами.

Такий підхід не зовсім придатний для випробувальних лабораторій, оскільки передбачається, що модель процесу вимірювань відома, а вхідні дані виміряні або приписані. Для випробувальних лабораторій у більшості випадків модель процесу вимірювань не відома, тому краще застосовувати альтернативний підхід, який називають спадним [17] і базується він на тому, що показники точності стандартної методики вимірювань і одержуваних результатів безвідносна до моделі процесу вимірювань і характеризується показниками прецизійності та правильності, отриманими, як правило, при спільному експерименті. При цьому передбачається, що в лабораторії процедури випробувань реалізуються відповідно до стандартизованої методики, тому

необхідно обов'язково проводити контроль якості процедури випробувань у лабораторії.

Вихідними принципами застосування цього підходу є:

стандартне відхилення відтворюваності, отримане при спільному експерименті, воно є правомірною основою для оцінювання невизначеності результатів вимірювань при випробуваннях в лабораторії	впливи, які не спостерігалися при спільному експерименті, мають бути незначними або враховані шляхом розширення базової статистичної моделі $y^{\circ} = m + B^{\circ} + e^{\circ}$ у вигляді додаткових складових
--	--

Беручи до уваги, що стандартній невизначеності результату випробування відповідає розсіювання результатів вимірювання вихідної величини y° , вираз для комбінованої невизначеності лабораторних результатів відповідно до базової статистичної моделі матиме вигляд [1]:

$$u(y) = \sqrt{u^2(B) + u^2(e)}. \quad (6.11)$$

При повному виконанні стандартизованої методики такий підхід, який базується на результатах вимірювання вихідної величини, дозволяє оцінити невизначеності результатів випробування для будь-якої лабораторії.

Беручи до уваги обмежений обсяг експериментальних даних в лабораторії, замість $u^2(B)$ використовується оцінка міжлабораторної дисперсії s_L^2 , а замість $u^2(e)$ - оцінка дисперсії відтворюваності s_r^2 . Тоді рівняння для оцінки стандартної невизначеності результату, одержуваного при проведенні випробувань в лабораторії, записується у вигляді [1]:

$$u(\hat{y}) = \sqrt{s_L^2 + s_r^2}. \quad (6.12)$$

Права частина виразу (6.12) характеризує оцінку дисперсії відтворюваності.

Отже, оцінка стандартного відхилення відтворюваності s_R повністю характеризує невизначеність базової статистичної моделі:

$$u(\hat{y}) = u_R, \quad (6.13)$$

де $u_R = s_R$.

Стандартна невизначеність $u(\hat{\delta})$, обумовлена зсувом методики, визначається із виразу:

$$u^2(\hat{\delta}) = s_{\delta}^2 + u^2(\mu), \quad (6.14)$$

де $u^2(\mu)$ - стандартна невизначеність, яка відповідає можливому відхиленню сертифікаційного значення μ , що використовується для оцінювання правильності при спільному експерименті.

Отже, стандартна невизначеність стандартизованої методики набуде вигляду [1]:

$$u'(y) = \sqrt{u_R^2 + u^2(\hat{\delta})}. \quad (6.15)$$

З викладеного можна зробити висновок, що спостережуване стандартне відхилення зсуву методики δ , лабораторна складова зсуву B та вплив випадкових величин e повністю характеризують мінливість результатів в умовах спільного міжлабораторного експерименту і використовуються в нормативних документах для регламентації показників точності методики випробувань.

Якщо є підстави передбачати, що в лабораторії випробування проводяться повністю згідно з методикою, то для випадку, коли результат випробування визначається за базовою статистичною моделлю, нормоване значення $u'(y)$ може бути використане як вихідне для оцінювання невизначеності отриманих в лабораторії результатів.

На практиці u_R та $u(\hat{\delta})$ не обов'язково містять у собі всі можливі джерела мінливості, що впливають на результати вимірювань. Відсутність оцінки впливу деяких важливих факторів, які присутні при виконанні лабораторією робочих (поточних) досліджень, обумовлена характером спільних експериментів, коли всі лабораторії знаходились в однакових обумовлених умовах, не передбачена планом експерименту або викликана простою випадковістю. Всі впливи, виявлені або спостережувані в процесі спільного експерименту, якщо вони є або передбачаються значними, повинні бути враховані. Але навіть у цьому випадку при спільному експерименті все врахувати неможливо.

Підготовка у різних випробувальних лабораторіях абсолютно однорідних проб матеріалів або зразків випробуваних об'єктів, а також їхнє зберігання ускладнено. Крім того, у кожній лабораторії існують свої особливості організації проведення випробувань. У таких випадках оцінки стандартного відхилення повторюваності та особливо стандартного відхилення відтворюваності, отримані при спільному експерименті, будуть викривлені розходженням проб матеріалів або зразків, використовуваних конкретними лабораторіями.

Всі ці відхилення можна оцінити, розширюючи базову статистичну модель, уводячи додаткові складові, тобто зробивши доповнення невизначеності складовими, які обчислюються з використанням модельного підходу [1]:

$$y = \mu + \delta + B + \sum_i c_i \cdot x_i' + e, \quad (6.16)$$

де x_i' - значення, відхилені від номінального x_i , що не враховано при спільному експерименті;

c_i - коефіцієнти чутливості, які дорівнюють $\frac{\partial y}{\partial x_i}$.

З огляду на модель, описувану рівнянням (6.16), невизначеність $u''(\hat{y})$ можна оцінити так [1]:

$$u''(\hat{y}) = \sqrt{s_R^2 + u^2(\hat{\delta}) + \sum_{i=1}^n c_i^2 \cdot u^2(x_i)}, \quad (6.17)$$

де s_R^2 - сума оцінок дисперсії В та е;

$u(\hat{\delta})$ - складова невизначеності обумовлена неточністю оцінки δ , отриманої на основі вимірювань вихідного еталона або зразка порівняння із сертифікованим значенням μ ;

$u(x_i)$ - невизначеність, пов'язана з x_i .

У загальному випадку рівняння (6.17), з огляду на те, що впливи, не передбачені в спільних експериментах, підсумовуються, можна застосовувати до будь-яких умов прецизійності.

Спадний підхід ураховує відмінність умов проведення дослідження в конкретній лабораторії від умов проведення спільного лабораторного експерименту, при цьому оцінкою невизначеності є дисперсія, складові якої враховують ці відмінності у вигляді додаткових доданків.

Значення невизначеності, отримані на основі висхідного та спадного підходів, при наявності невідомих або непередбачуваних впливів, будуть відрізнятися.

Спадний підхід застосовується тільки у тому випадку, коли лабораторна складова зсуву та повторюваності перебувають під контролем, наприклад, шляхом застосування карт Шухарта. При виявленні надмірного зсуву необхідно започаткувати дії для приведення зсуву в межі необхідного діапазону до продовження вимірювань. Такі дії зазвичай потребують проведення досліджень та усунення причини зсуву.

Отже, спадний підхід переважніший при оцінюванні невизначеності результатів лабораторних випробувань у випадку наявності нормованих значень дисперсії повторюваності та відтворюваності, при цьому обов'язковим є проведення внутрішньо лабораторного контролю. Об'єднання елементів експериментального спадного) підходу, що не потребує знання причинно-наслідкових зв'язків, з елементами модельного (висхідного) підходу дозволяє надійно оцінювати невизначеність кількісних результатів випробувань.

6.3 Робастні методи для оцінювання повторюваності результатів випробувань

При атестації методик випробувань, метою яких є встановлення характеристик точності з наступним їх нормуванням, проводять, як правило, спільний лабораторний експеримент. При чому, оцінюванню правильності методики передують експеримент прецизійності. За результатами спільних випробувань для кожної лабораторії знаходять оцінку середнього квадратичного відхилення (СКВ), сукупність яких використовується для обчислення СКВ повторюваності – нижнього граничного значення прецизійності методики.

Згідно із літературними даними [54], при оцінюванні сумісності лабораторні результати перевіряють на однорідність за G-критерієм Кохрена, за результатами якого виявляються «квазівикиди» та «статистичні викиди». Традиційно, оцінки СКВ, які визнаються спотвореним, вилучаються і подальше оброблення здійснюється без них. Однак вилучення цих даних, як і не вилучення їх призводить до неадекватного відображення результатів спільних випробувань. Так, при вибірках малих об'ємів кожний результат має окрему вагу [55]. Похибка оцінювання СКВ при числі спостережень $n < 10$ може змінюватися на десятки відсотків.

При обробленні експериментальних даних допускають, як правило, що вони підлягають гаусівському (нормальному) закону розподілу. Насправді, особливо при вибірках малого об'єму має місце деяке відхилення від нормального закону і до них неможливо безпосередньо застосувати в традиційному вигляді статистичні критерії, які, як відомо, є асимптотичними.

Тому припущення про можливий розподіл може розходитися з дійсним розподілом експериментальних даних.

Однак, класичний параметричний підхід при оцінюванні результатів експериментальних досліджень, де вихідним є припущення про нормальний закон розподілу, настільки увійшов у практику, що немає сенсу відмовлятися від нього. Ці методи прості і очевидні, для них розроблена повна і глибока теорія статистичних висновків.

Необхідно відмітити, що критерій Кохрена досить чутливий до відхилення закону від нормального. Тому виникла проблема пристосування «старої» моделі до нових задач, тобто знаходження методів оцінювання, які враховували б на певних умовах «грубі помилки» і дозволяли при цьому доволі точно визначати оцінки параметрів, виходячи з наявних даних. Ці методи отримали назву робастних.

Під робастністю (стійкістю) в статистиці розуміється нечутливість до різноманітних відхилень і неоднорідностей у вибірці, пов'язаних, в загальному випадку, з невідомим причинами.

Для робастних методів базовою є не модель випадкової величини з нормальним законом розподілу, а розподіл «суміші» - нормальна модель з «засміченнями», що характеризують «розтягнуті» хвости цільності ймовірності. При цьому має місце стійка середня частина розподілу, що відповідає ймовірній нормальній моделі, та розтягнуті «хвости», що характеризуються відносно різкими викидами (чи квазівикидами для малих вибірок) результатів одноразових вимірювань. Використання такого способу дозволяє, з одного боку, зберегти зручне традиційне уявлення про однорідність гіпотетичної генеральної сукупності, на якій будуються всі ймовірні оцінки, аз іншого – ввести потрібне уявлення про можливість появи великих відхилень на «хвостах» розподілу. При цьому на «хвости» накладається деяке обмеження, яке відображається згідно з обраним статистичним показником.

При розробці робастних методів і реалізуючих алгоритмів найбільш широкого розповсюдження отримав класичний підхід Хьюбера [4]. Тут

використовується деяка величина k , визначена з урахуванням «засмічення» статистичної сукупності, яка визначає крок модифікації результатів спостережень, які можна віднести до «грубих» помилок:

$$\hat{\theta} = \frac{1}{n} \cdot \left[\sum_{|x_i - \theta| < k} x_i + (n_1 + n_2) \cdot k \right], \quad (6.18)$$

де $\hat{\theta}$ - стійка оцінка визначена за допомогою ітеративних дій;

n_1 - чисельність груп спостережень із сукупності, що відзначилися найменшими значеннями $x_i < (\theta - k)$;

n_2 - чисельність груп спостережень із сукупності, що відзначилися найбільшими значеннями $x_i > (\theta + k)$;

k - величини, що допускається як відхилення від центру сукупності та набуває постійного значення з урахуванням питомої маси «грубих» помилок в сукупності даних.

На першочерговому етапі при розрахунку згідно з (6.21) як оцінка $\hat{\theta}$ зазвичай береться медіана, оцінена за вибіркою як стійкіша до «викидів», ніж середнє значення. Так звані «помилки» не виключаються з наявних даних, а замінюються відповідними величинами $x_i - k$ та $x_i + k$. За «істинними» (вихідними) і модифікованим даними на кожному наступному j -тому етапі визначається уточнена оцінка $\hat{\theta}$, і ітерація повторюється до тих під, доки всі вихідні дані не опиняться в інтервалі «істинних» значень $|x_i - \theta| < k$.

Найширше розповсюдження знайшов метод, в основі якого лежить так званий «S-алгоритм», направлений на забезпечення стійкості оцінки дисперсії, наприклад, повторюваності.

Необхідною умовою, яка повинна виконуватися при реалізації цього методу, є незміщеність робастної оцінки S_j^* , яка на кожному j -му кроці ітерації «підганяється» під СКВ вихідної генеральної сукупності σ . Для забезпечення незміщеності вводиться узгоджувальний фактор ξ . При цьому повинна виконуватися умова [1]:

$$E \left\{ \left(\xi S^* \right)^2 \right\} = \sigma^2. \quad (6.19)$$

Значком «*» тут і надалі буде позначатися робастна оцінка.

Робастна оцінка СКВ S^* повинна знаходитися в заданих межах стійкості до викидів з деякою ймовірністю. З цією метою вводиться обмеження на максимальне відхилення $\eta\sigma$ від центру розподілу, що задається у вигляді нерівності [1]:

$$P \{ S^* > \eta\sigma \} = \alpha, \quad (6.20)$$

де σ - СКВ генеральної сукупності нормально розподілених відповідно до наявних експериментальних даних в припущенні «чистого» нормального закону розподілу;

η - обмежений фактор, що залежить від числа елементів у вибірці;

$P=1-\alpha$ - ймовірність виконуватості обмеження згори на допустиме відхилення робастної оцінки СКВ S^* (найчастіше цей параметр береться рівним $\alpha=0,1$).

Отже, обмежувальний фактор η обирається як верхня $(1-\alpha) \cdot 100\%$ точка розподілу.

Отже, маємо, що оцінка відхилення від центру параметру k у виразі (6.18) описується виразом:

$$\psi_j = \eta \cdot S_j^*, \quad (6.21)$$

де S_j^* - робастна оцінка СКВ, обчислена на j -тому кроці ітерації.

Виходячи із знайденого на цьому кроці значення ψ_j знаходять модифіковані значення для сукупності розглянутих дисперсій S_{ij}^* , а потім уточнену робастну оцінку СКВ повторюваності [1]:

$$S_{j+1}^* = \xi \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(S_{ij}^*)^2}{n}}, \quad (6.22)$$

де S_{ij}^* - робастна оцінка СКВ, обчислена на j -тому кроці i -тої лабораторії, що приймає участь у спільному експерименті (n - спільне число лабораторій).

Обчислене значення S_{j+1}^* використовується при обчисленні нового обмеженого значення ψ_{j+1} .

Ітераційна процедура продовжується, доки всі висхідні значення СКВ розглянутих спільно лабораторних досліджень не «увійдуть» у межі поточного граничного значення.

Оцінка дисперсій, а, отже, і СКВ, залежить від числа ступенів свободи $\nu = n - 1$

Враховуючи, що домноживши обидві частини виразу (6.19) на ν отримаємо [1]:

$$E \left\{ \nu \left(\frac{S^*}{\sigma} \right)^2 \right\} = \frac{\nu}{\xi^2}. \quad (6.23)$$

У лівій частині рівності (6.23) стоїть статистика χ^2 . Отже, умова незміщеності робастної оцінки дисперсії записується у вигляді:

$$E \left\{ \chi_{\nu_{робаст}}^2 \right\} = \frac{\nu}{\xi^2}. \quad (6.24)$$

Використовуючи вираз (6.20) визначається еквівалентне ймовірнісне обмеження зверху для випадкової величини χ^2 :

$$E\{\chi_{\text{вробаст}}^2 > v \cdot \eta^2\} = \alpha. \quad (6.25)$$

Отже, математичне очікування випадкової величини χ^2 подається у вигляді двох складових:

$$E\left\{v \left(\frac{S^*}{\sigma}\right)^2\right\} = \int_0^{v\eta^2} x \cdot p_{\chi_v}(x) dx + \int_{v\eta^2}^{+\infty} x \cdot p_{\chi_v}(x) dx, \quad (6.26)$$

де p_{χ_v} - щільність розподілу випадкової величини з v степенями свободи

$$p_{\chi_v}(x) = e^{-x/2} \cdot x^{(v/2-1)} \cdot \frac{2^{-v/2}}{\Gamma\left(\frac{v}{2}\right)}, \quad (6.27)$$

де $\Gamma\left(\frac{v}{2}\right)$ - Гамма функція.

Оскільки розглядається оцінка робастного СКВ з обмеженням згори поданим відношенням (6.20), другий інтеграл у правій частині виразу (6.26) можна апроксимувати рівномірно розподіленою випадковою величиною. При цьому допускається, що «хвіст» розподілу χ^2 , який містить $\alpha \cdot 100$ % можливих значень даної випадкової величини, має рівноймовірні значення $x = v \cdot \eta^2$:

$$\int_{v\eta^2}^{+\infty} x \cdot p_{\chi_v}(x) dx = v \cdot \eta^2 \int_{v\eta^2}^{+\infty} f(x) dx = \alpha \cdot v \cdot \eta^2. \quad (6.28)$$

Виходячи з виразу (6.25), за таблицями розподілу Пірсона знаходять значення $\chi_{v,P=1-\alpha}^2$, а потім на основі виразу (6.28) визначають обмежений фактор η , при якому виконується умова (6.23). Отже,

$$\eta = \frac{\chi_{v,P=0,1}^2}{v}. \quad (6.29)$$

Перший доданок в правій частині виразу (6.26) також у неявному вигляді залежить від числа ступенів свободи v . Введення параметру $\omega = v + 2$ та використання властивості Гамма-функції:

$$\Gamma\left(\frac{\omega}{2}\right) = \left(\frac{\omega}{2} - 1\right) \cdot \Gamma\left(\frac{\omega}{2} - 1\right). \quad (6.30)$$

Із врахуванням того, що $\frac{\nu}{2} = \frac{\omega}{2} - 1$, Гамма функція записується:

$$\Gamma\left(\frac{\omega}{2}\right) = \left(\frac{\nu}{2}\right) \cdot \Gamma\left(\frac{\nu}{2}\right).$$

Звідки отримується

$$\Gamma\left(\frac{\nu}{2}\right) = \Gamma\left(\frac{\omega}{2}\right) \cdot \frac{2}{\nu}. \quad (6.31)$$

Тоді при підстановці відношення (6.31) у вираз (6.27) та зі спрощеннями $x \cdot x^{\frac{\nu}{2}} = x^{\left(\frac{\omega}{2}-1\right)}$, перший доданок у правій частині виразу (6.26) записується так:

$$\int_0^{\nu \cdot \eta^2} x \cdot e^{-x/2} \cdot x^{\left(\frac{\nu}{2}-1\right)} \cdot \frac{2^{-\nu/2}}{\Gamma\left(\frac{\nu}{2}\right)} dx = \nu \cdot \int_0^{\nu \cdot \eta^2} e^{-x/2} \cdot x^{\left(\frac{\omega}{2}-1\right)} \cdot \frac{2^{-\omega/2}}{\Gamma\left(\frac{\omega}{2}\right)} dx. \quad (6.32)$$

Під знаком інтеграла у виразі (6.32) стоїть $p_{\chi_{\omega}}(x)$ - щільність розподілу випадкової величини χ^2 з числом ступенів свободи ω . Виходячи із цього, вираз (6.35) відповідає значенню $\nu \cdot z$, де значення $z = P\left(\chi_{\omega}^2 \leq \nu \cdot \eta^2\right)$ визначається із таблиці розподілу Пірсона.

У результаті вираз (6.31) записується у вигляді:

$$E\left\{\chi_{\nu}^2 \text{ робаст}\right\} = \nu \cdot z + 0.1 \cdot \nu \cdot \eta^2. \quad (6.33)$$

З іншого боку, виходячи із виразу (6.23) для математичного очікування, маємо:

$$E\left\{\nu \cdot \left(S^* \cdot \sigma\right)^2\right\} = \frac{\nu}{\xi^2}. \quad (6.34)$$

Звідси випливає, що

$$\xi = \frac{1}{\sqrt{z + 0.1 \cdot \eta^2}}. \quad (6.35)$$

Вираз (6.35) дозволяє обчислити узгоджувальний фактор ξ , при якому робастна оцінка СКВ буде незміщеною при обраному обмежувальному факторі η . В таблиці 6.1 наведено число ступенів свободи ν і відповідні їх значення обмежувального фактору та узгоджувального фактору ξ [1].

Таблиця 6.1 - Числові значення ступенів свободи та відповідні їх значення обмежувального і узгоджувального фактору

<i>Ступінь свободи ν</i>	<i>Обмежувальний фактор η</i>	<i>Узгоджувальний фактор ξ</i>
1	1,645	1,097
2	1,517	1,054
3	1,444	1,039
4	1,395	1,032
5	1,359	1,027
6	1,332	1,024
7	1,310	1,021
8	1,292	1,019
9	1,277	1,018
10	1,264	1,017

6.4 Методика використання абсолютного медіанного відхилення при оцінюванні точності результатів випробувань

Як уже згадувалося, при атестації характеристик точності методики випробувань проводять спільний експеримент, для участі у якому долучаються лабораторії, що мають відповідну професійну підготовку [1]. При спільному експерименті існують припущення, що усі долучені працівники лабораторії мають однаковий професійний рівень. На практиці часто виявляється, що деякі лабораторії мають гіршу організацію процедури випробувань, і цьому є об'єктивні причини. Згідно із (6.26) при визначенні відтворюваності, попередньо до середніх результатів, отриманих у лабораторії й за розкидом яких оцінюється дисперсія відтворюваності методики, використовується критерій Губбса для визначення, так званих, викидів. Виключення результатів, отриманих цими лабораторіями, по-перше, трохи ідеалізує реальні умови випробувань, а по-друге, збільшує невизначеність отриманого результату.

Уся статистична обробка і прийняті на її основі рішення базуються на припущенні про нормальність розподілу. Це в цілому обумовлено тим, що існує добре розроблена теорія статистичних висновків. Але у низці практичних задач немає достатнього об'єму вихідних даних для побудови параметричних моделей, адекватних експериментальним даним. Досить давно вчені в галузі математичної статистики на основі результатів детальних дослідів, встановили, що дані, котрі обробляються на основі теорії про нормальність розподілу, як правило, в середньому в 10 % містять грубі промахи (від 1 до 20 %) як в явній, так і в неявній формі.

Усі теоретичні передумови базуються на можливості проведення дослідів при одних і тих самих незмінних умовах. На практиці є місце просторово-часова мінливість умов проведення спостережень, в тому ж числі і мінливість самого об'єкта випробувань. Отже, можна погодитися із висновком Тьюки, що «нормальність - міф і нормальності розподілу не було і не ніколи не буде». Причинами появи викидів у результатах дослідів можуть бути помилки, збій ЗВТ,

застосованих при проведенні випробувань, недотриманні правил проведення експерименту.

Модель «засмічення» характеризується розтягнутими «хвостами» щільності ймовірності. У схемі із засміченням існує середня стійка частина розподілу, яка обумовлена звичайними малими складовими похибки, і розтягнутими «хвостами», що характеризують відносно рідкі викиди. Використання такої схеми дозволяє, з одного боку, зберегти зручне ймовірне припущення про однорідність гіпотетичної генеральної сукупності, за якою будуються усі ймовірні оцінки, а, з іншого боку, - внести потрібне уявлення про можливість появи похибки високого рівня [1].

Відомо, що через вплив випадкових величин можна визначити деяку оцінку дійсного значення параметру з похибкою. Як правило, похибки відносно дійсного значення розташовуються несиметрично. Чим менший об'єм вибірки, тим спостерігається більша несиметричність. Вибіркове середнє мінімізує суму квадратів відхилень результатів від його дійсного значення. Але це і є джерелом чутливості оцінки до викидів, які суттєво збільшують цю суму.

Також існує деяка центральна частина розподілу експериментальних даних, що відповідає припущенню про розподіл генеральної сукупності. Для даних, що знаходяться в цій частині розподілу, доцільно проводити від'єднання, тобто використати метод найменших квадратів (МНК). Модульний критерій, запропонований Лапласом, є стійкішим до викидів, ніж МНК, тобто дає найкращий результат при найбільш несприятливому розподілі. Тому, виходячи з вищенаведених міркувань, при побудові робастних методів утворюється «симбіоз» - для деякої центральної групи використовується МНК, а, починаючи з деякої межі, для зменшення впливу викидів, але із збереженням даних, використовується модульний критерій.

Щоб зменшити чутливість до викидів запропоновано мінімізувати функціонал [1]:

$$\sum_{i=1}^n \rho \cdot (x_i - \mu), \quad (6.36)$$

де $\rho(\epsilon)$ - функція втрат, що дозволяє менш «строго» підходити до відбракування викидів, які знаходяться від центру розподілу на значення ϵ , більше, ніж $c \cdot \sigma$.

Константа c регулює ступінь робастності, і значення її залежить від ступеня «засмічення». Так, при «засміченості» 1 % $c = 2$, а при «засміченні» 5 % $c = 1,4$. Зазвичай обирають значення $c = 1,5$.

Згідно із обраними критеріями необхідно провести модифікацію наявних даних, а саме [1]:

$$x_i^* = \begin{cases} x_i & \text{при } |x_i - \hat{\mu}| \leq c \cdot \sigma, \\ \hat{\mu} - c \cdot \sigma & \text{при } x_i < \hat{\mu} - c \cdot \sigma, \\ \hat{\mu} + c \cdot \sigma & \text{при } x_i > \hat{\mu} + c \cdot \sigma, \end{cases} \quad (6.37)$$

де $x_i^* = \text{med}\{x_i\}$ (x_i попередньо ранжовані в порядку зростання).

Проведені дослідження показали, що найкращі властивості з точки зору стійкості до викидів має середина інтервалу, що знаходиться між вибірковими кuartилями. Тому як первісна оцінка центру $\hat{\mu}$, стійка до викидів, береться медіана $med\{x_i\}$. Як стійкий інтервал береться інтерквартильний інтервал (розмах) – різниця між значеннями третього $p = 3/4$ і першого $p = 1/4$ кuartилів.

Інтерквартильний інтервал є характеристикою розкиду розподілу. Площа під кривою розподілу щільності ймовірності на цьому інтервалі (рис.6.4) складає 50 %. В припущенні про можливий закон розподілу довжина інтервалу однозначно відповідає дисперсії цього розподілу.

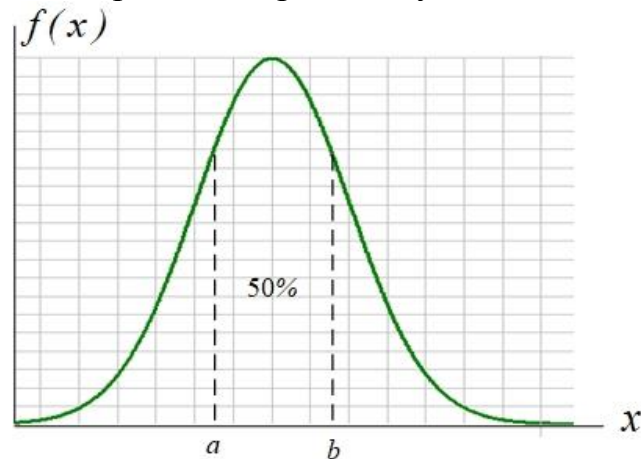


Рисунок 6.4 - Визначення інтерквартильного інтервалу: a і b - відповідають ординатам першого і третього кuartилів [1]

Для взаємозв'язку інтерквартильного інтервалу з дисперсією вводиться абсолютне медіанне відхилення, яке як раз і є оцінкою масштабу – переходу від «повного» розподілу до «облікового» [1]:

$$MAD_n = med\{|x_i - M_n|\}, \quad (6.38)$$

де $M_n = med\{x_i\}$;

x_i - елемент вибірки, а індекс n відповідає числу елементів у вибірці.

Для того, щоб установити взаємозв'язок між параметрами «усіченого» і передбачуваного генерального розподілу сукупності, тобто виконати умову масштабування, необхідно здійснити перерахунок СКВ (σ), скориставшись коригуючим коефіцієнтом, котрий визначають з початкової щільності розподілу:

$$f(x) = \frac{d}{\sigma \cdot \sqrt{2 \cdot \pi}} \cdot e^{\frac{-(x-m)^2}{2 \cdot \sigma^2}}. \quad (6.39)$$

При «неусіченому» розподілі $d = 1$, при інтерквартильному «усіченому» розподілі:

$$d = \frac{0.5}{\Phi\left(\frac{b-m}{\sigma}\right) - \Phi\left(\frac{a-m}{\sigma}\right)}, \quad (6.40)$$

де $\Phi(z)$ - інтегральна нормована функція нормального розподілу.

Використавши таблиці для нормального розподілу, визначено значення

$$d = \frac{1}{0,6745} = 1,4826 \approx 1,483.$$

Виходячи з цього, зміна масштабу при переході від «неусіченого» розподілу до «усіченого» становить 1,483. Отже, оцінка СКВ s^* для вибірки об'ємом n знаходиться на основі нормованого інтерквартильного розмаху і становить:

$$s^* = 1,483 \cdot MAD_n \quad (6.41)$$

Порівняно з оцінкою СКВ, що визначається за основі відомого виразу

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum (x_i - \bar{x})^2} \quad (6.42)$$

Оцінка s^* буде стійкою, навіть якщо вибірка становить до 50 % аномальних результатів. Відповідно для реалізації критерію стійкості до викидів на основі обраної функції втрат, необхідно визначити медіану вихідного масиву даних. Потім, використавши вираз (6.41), обчислити значення s^* , яке разом з обраним значенням $c = 1,5$ дозволить встановити первісну межу переходу від МНК до методу найменшого модуля (МНМ), а саме:

$$\varphi = c \cdot s^*. \quad (6.43)$$

Як оцінку розподілу необхідно брати медіану висхідного ряду, яка стійкіша до викидів, ніж середнє значення. Застосувавши умову (6.37), отримаємо модифікований ряд x_i^* , для якого обчислюється середнє значення:

$$\bar{x}^* = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n x_i^*. \quad (6.44)$$

А також, згідно із виразом (6.51), після підстановки x_i^* і $\bar{x}^*$, визначається значення СКВ $s(x^*)$. Розраховане значення $s(x^*)$ використовується для обчислення «нового» стійкого значення СКВ:

$$s^* = 1,134 \cdot s(x^*). \quad (6.45)$$

Де коефіцієнт 1,134 відповідає $c = 1,5$ для нормального розподілу.

Коефіцієнт 1,134 враховує той факт, що аналізуються дані для усіченого розподілу при $c = 1,5$, що відповідає 86,6 % передбачуваного нормального

розподілу, під яке «підганяються» вхідні дані, що містять і аномальні результати. Така підгонка здійснюється послідовно у декілька етапів, на кожному із яких початковими є модифіковані відповідно до (6.46) величини (дані).

Знайдене значення s^* використовується для розрахунку нового наступного (попереднього) етапу.

За різницею між значеннями $\bar{x}^*$, що обчислені на поточному і наступному (попередньому) етапі ітерацій, визначається збіжність алгоритму. Процедура повторюється до тих пір, доки x^* і s^* від одного розрахунку до іншого не стануть мінімальними.

КОНТРОЛЬНІ ПИТАННЯ ДО ТЕМИ 6*

1. Які основні характеристики точності результатів лабораторних випробувань?
2. Що таке невизначеність результатів випробувань і як вона впливає на оцінювання точності?
3. Який експериментальний підхід використовується для оцінювання невизначеності результатів випробувань?
4. Які основні кроки методики використання абсолютного медіанного відхилення при оцінюванні точності результатів випробувань?
5. Що таке повторюваність результатів випробувань і як її оцінюють?
6. Які робастні методи можна використовувати для оцінювання повторюваності результатів випробувань?
7. Які переваги використання абсолютного медіанного відхилення у порівнянні з іншими методами оцінювання точності результатів випробувань?
8. Які фактори можуть спричиняти невизначеність результатів випробувань?
9. Як впливає обладнання та прилади на точність результатів випробувань?
10. Як можна покращити повторюваність результатів лабораторних випробувань за допомогою робастних методів оцінювання?

*Примітка. Питання були знеровані ChatGPT, синтезованим мовним модулем OpenAI <https://openai.com>

САМОСТІЙНА РОБОТА СТУДЕНТА

ТЕМА 1. ОСНОВНІ ПОНЯТТЯ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ У ВИМІРЮВАННЯХ

Нормативна документація

Україна поступово впроваджує зведення Європейських стандартів (EN) як національні стандарти, зокрема гармонізовані європейські стандарти, добровільне застосування яких вважається таким, що відповідає вимогам законодавства. Одночасно з таким впровадженням Україна скасовує конфліктні національні стандарти, зокрема міждержавні стандарти (ГОСТ), розроблені до 1992 року. Ціль припинення дії на території України до кінця 2015 року міждержавних стандартів, розроблених до 1992 року (далі - ГОСТ), визначена Програмою діяльності Кабінету Міністрів України, затвердженою постановою Кабінету Міністрів України від 09.12.2014 № 695 та схваленою постановою Верховної Ради України від 11.12.2014 № 26-VIII. На виконання Програми у 2015 році були видані відповідні накази національного органу стандартизації (далі – НОС) про скасування ГОСТ із втратою чинності у 2016, 2017, 2018 роках та з 01.01.2019 року. Протягом 2016, 2017 та 2018 років до ДП «УкрНДНЦ» від ТК та зацікавлених сторін надходили пропозиції щодо подовження термінів чинності ГОСТ. Всього до 01.01.2019 був подовжений термін 4935 ГОСТ.

Отже, оскільки розроблення, прийняття, перевірка, перегляд, скасування та відновлення дії нормативних документів настільки швидкоплинний процес, що недоцільно наводити будь-який усталений їх перелік.

Нормативні документи необхідні для досягнення результатів навчання аналізуються студентом із різноманітних інформаційних ресурсів, наприклад, http://www.leonorm.com.ua/Default.php?Page=search&TableNumber=2&nodename=lnbod_S3337

¹
<http://csm.kiev.ua/nd/nd.php?b=1&z=%D0%9E%D0%BF%D1%82%D0%B8&l=220>,
<http://uas.org.ua/ua/zagalni-vidomosti-pro-dp-ukrndnts/>,
<https://metrology.com.ua/normativnaya-baza/>,
<http://www.leonorm.lviv.ua/P/DG/CND2018.HTM>,
<http://csm.kiev.ua/nd/nd.php?z=%D0%9F%D0%BE%D0%B2%D1%96%D1%80&st=0&b=1>
<http://www.leonorm.com.ua/Default.php?Page=stlist&ObjId=278&CatId=1&code=&TableNum=4>
http://online.budstandart.com.ua/?option=com_searchonlineua

Наведені нижче нормативні документи пропонуються студенту для самостійного опрацювання та допоможуть студенту набути навичок роботи з нормативними документами, зокрема набути загальної компетентності ЗК3 «Навички використання інформаційних і комунікаційних технологій», ЗК5 «Здатність до пошуку, оброблення та аналізу інформації з різних джерел», ФК6 «Здатність застосовувати розуміння метрології як науки про вимірювання при роботі з технічною літературою та іншими джерелами інформації» та зорієнтує в безмежному інформаційному просторі нормативних документів.

Ознайомитися з нормативними документами та встановити чинність цих документів на момент перевірки використовуючи будь-який доступний інформаційний ресурс.

*всі наведені нормативні документи розташовані на ресурсі дистанційної освіти Moodle та доступні студенту для ознайомлення за посиланням <http://fet.moodle.chdtu.edu.ua/course/view.php?id=114> в розділі «Методичні рекомендації до СРС».

Методичні рекомендації до СРС

 ДСТУ-Н РМГ 43:2006 Метрологія. Застосування Руководства по выражению неопределенности измерений (РМГ 43-2001, IDT).

 ДСТУ-Н 7531:2014 Метрологія. Впровадження концепції невизначеності вимірювання під час випробування з урахуванням вимог ДСТУ ISO/IEC 17025.

 ДСТУ OIML G 19:2018 Роль невизначеності вимірювання під час прийняття рішень про оцінку відповідності в законодавчо регульованій метрології (OIML G 19:2017, IDT).

 ДСТУ ISO/IEC Guide 98-1:2018 Невизначеність вимірювань. Частина 1. Вступ до подання невизначеності у вимірюванні (ISO/IEC Guide 98-1:2009, IDT).

 ДСТУ ISO/IEC Guide 98-3:2018 Невизначеність вимірювань. Частина 3. Настанова щодо подання невизначеності у вимірюванні (GUM:1995) (ISO/IEC Guide 98-3:2008, IDT).

 ДСТУ ISO/IEC Guide 98-4:2018 Невизначеність вимірювань. Частина 4. Роль невизначеності вимірювань під час оцінювання відповідності (ISO/IEC Guide 98-4:2012, IDT).

 ДСТУ ISO/TS 21749:2013 Невизначеність вимірювання в метрологічній практиці. Повторні вимірювання та ієрархічні експерименти (ISO/TS 21749:2005, IDT).

 ДСТУ ISO/TS 14253-2:2006 Вимоги до геометричних розмірів виробів. Перевірка вимірюванням робочих зразків та ЗВТ. Частина 2. Рекомендації з оцінювання невизначеності вимірів геометричних розмірів виробів, калібрування ЗВТ та контролю виробів

 ДСТУ ISO 5168:2013 Вимірювання витрати плинного середовища. Методики оцінювання невизначеності (ISO 5168:2005, IDT).

 ДСТУ ISO/TR 7066-1:2007 Оцінення невизначеності під час калібрування та застосування приладів вимірювання витрати. Частина 1. Лінійні калібрувальні характеристики (ISO/TR 7066-1:1997, IDT).

 ДСТУ ISO 7066-2:2007 Оцінення невизначеності під час калібрування та застосування приладів вимірювання витрати. Частина 2. Нелінійні калібрувальні характеристики (ISO 7066-2:1988, IDT).

ДСТУ-Н РМГ 43:2006 Метрологія. Застосування Руководства по выражению неопределенности измерений (РМГ 43-2001, IDT).

ДСТУ-Н 7531:2014 Метрологія. Впровадження концепції невизначеності вимірювання під час випробування з урахуванням вимог ДСТУ ISO/IEC 17025.

ДСТУ OIML G 19:2018 Роль невизначеності вимірювання під час прийняття рішень про оцінку відповідності в законодавчо регульованій метрології (OIML G 19:2017, IDT).

ДСТУ ISO/IEC Guide 98-1:2018 Невизначеність вимірювань. Частина 1. Вступ до подання невизначеності у вимірюванні (ISO/IEC Guide 98-1:2009, IDT).

ДСТУ ISO/IEC Guide 98-3:2018 Невизначеність вимірювань. Частина 3. Настанова щодо подання невизначеності у вимірюванні (GUM:1995) (ISO/IEC Guide 98-3:2008, IDT).

ДСТУ ISO/IEC Guide 98-4:2018 Невизначеність вимірювань. Частина 4. Роль невизначеності вимірювань під час оцінювання відповідності (ISO/IEC Guide 98-4:2012, IDT).

ДСТУ ISO/TS 21749:2013 Невизначеність вимірювання в метрологічній практиці. Повторні вимірювання та ієрархічні експерименти (ISO/TS 21749:2005, IDT).

ДСТУ-Н ISO Guide 35:2018 Референтні матеріали. Рекомендації з характеризування та оцінювання однорідності та стабільності (ISO Guide 35:2017, IDT).

ДСТУ ISO/TS 14253-2:2006 Вимоги до геометричних розмірів виробів. Перевірка вимірюванням робочих зразків та засобів вимірювальної техніки. Частина 2. Рекомендації з оцінювання невизначеності вимірів геометричних розмірів виробів, калібрування засобів вимірювальної техніки та контролю виробів (ISO/TS 14253-2:1999).

ДСТУ ISO 5168:2013 Вимірювання витрати плинного середовища. Методики оцінювання невизначеності (ISO 5168:2005, IDT).

ДСТУ ISO/TR 7066-1:2007 Оцінення невизначеності під час калібрування та застосування приладів вимірювання витрати. Частина 1. Лінійні калібрувальні характеристики (ISO/TR 7066-1:1997, IDT).

ДСТУ ISO 6974-2:2007 Природний газ. Визначення складу із заданою невизначеністю методом газової хроматографії. Частина 2. Характеристики вимірювальної системи і статистичне оброблення даних (ISO 6974-2:2001, IDT).

ДСТУ ISO 7066-2:2007 Оцінення невизначеності під час калібрування та застосування приладів вимірювання витрати. Частина 2. Нелінійні калібрувальні характеристики (ISO 7066-2:1988, IDT).

ДСТУ ГОСТ 8.586.1:2009 Метрологія. Вимірювання витрати та кількості рідини й газу із застосуванням стандартних звужувальних пристроїв. Частина 1. Принцип методу вимірювання та загальні вимоги (ГОСТ 8.586.1-2005 (ISO 5167-1:2003), IDT; ISO 5167-1:2003, NEQ).

Результат перевірки нормативно документу на чинність подати в наступному вигляді

<i>№ п.п</i>	<i>Назва нормативного документу</i>	<i>Дата введення</i>	<i>Дата втрати чинності</i>	<i>Заміна</i>
1				
2				
...				

ТЕМА 2. ВИДИ НЕВИЗНАЧЕНОСТЕЙ У ВИМІРЮВАННЯХ

Галузь застосування суб'єктивного оцінювання

Розвиток технологій вимірювання дозволив створити такі вимірювальні установки, які, з одного боку, все менше обмежені можливостями людських органів чуттів, а з іншого - є оптимальними в ергономічному сенсі [1]. Галузь застосування суб'єктивного оцінювання на сьогодні значно звузилася. Так, все рідше використовується слух для оцінювання в акустиці, за винятком декількох завдань: виявлення сигналу на тлі перешкод (звукова індикація), оцінювання якості звучання музичних інструментів та оцінювання звукової якості приміщень. Нюх використовується при оцінюванні та експертизі продукції в медичній, парфумерній та харчовій промисловості. Смак використовується в органолептичних вимірюваннях (дегустація та оцінювання якості харчових продуктів). Проте зір все ще відіграє важливу роль у вимірюваннях, він дозволяє зчитувати покази аналогових ЗВТ і виконувати цілу низку оптичних спостережень. Людське око наразі перевершує за чутливістю багато оптичних детекторів. Найбільшу чутливість має око, яке адаптоване до темноти (для цього спостерігач повинен пробути в темному приміщенні не менше 30 хвилин). Максимальна чутливість ока припадає на довжину хвилі 507 нм. Мінімальна порція енергії, яку сприймає око на цій довжині хвилі, дорівнює $2 \cdot 10^{-18}$ Дж, що відповідає приблизно п'яти квантам світла, які повинні потратити в одне і те ж місце сітківки за 1 мс. Еквівалентний за чутливістю фотокатод повинен мати квантовий вихід біля 20 %. Такий високий квантовий вихід мають лише зразкові ЗВТ. Відносна спектральна чутливість ока, а отже, і світлове відчуття, що виникає при одному і тому ж випромінюванні, сильно відрізняється у різних людей і залежить від сили світла. Тому був прийнятий міжнародний стандарт, який визначає криву спектральної чутливості, що ідеалізується для усередненого спостерігача. Ця крива спектральної чутливості $V(\lambda)$ стандартизована для зору, адаптованого до темноти та світла. Обидві функції $V(\lambda)$ нормовані на 1 та подані на рис.2.1.

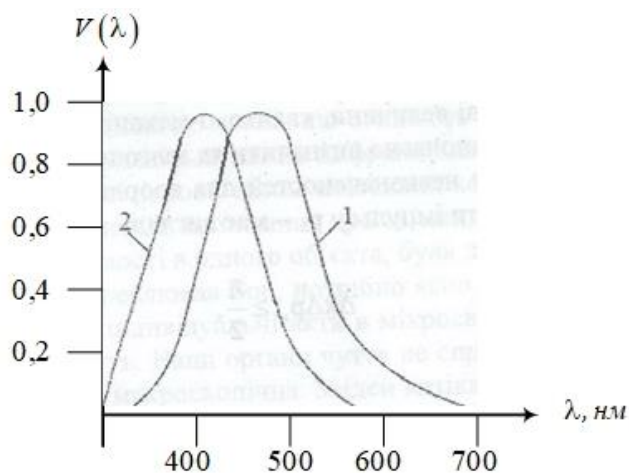


Рисунок 2.1 - Спектральна чутливість людського ока: 1 - адаптована до світла; 2 - адаптована до темноти [1]

Для денного зору максимум припадає на довжину хвилі приблизно 555 нм. Для ока, звиклого до темноти, спектральна крива чутливості зміщена у бік коротших довжин хвиль, а її форма трохи відрізняється від кривої для денного зору. Найменший кут зору, під яким можна упевнено спостерігати за дрібними об'єктами при хорошому контрасті зображення, залежить від структури сітківки ока і становить близько $2,9 \cdot 10^{-4}$ рад (1 кутова хвилина).

Принцип невизначеності Гейзенберга

Принцип невизначеності є фундаментальним положенням квантової механіки, яке стверджує, що принципово неможливо одночасно виміряти з будь-якою точністю координати та імпульси квантового об'єкта [1]. Це твердження справедливе не тільки щодо вимірювання, а й до теоретичної побудови квантового стану системи. Неможливо побудувати такий квантовий стан, в якому система одночасно характеризувалася б точними значеннями координати та імпульсу.

Принцип невизначеності був сформульований у 1927 році німецьким фізиком Вернером Гейзенбергом і став важливим етапом у з'ясуванні закономірностей атомних явищ та побудови квантової механіки.

При підвищенні точності вимірювань або збільшенні чутливості ЗВТ проявляються природні чинники, що обмежують достовірність вимірювань.

Наявність вказаних чинників обумовлює появу природної невизначеності вимірювань, що визначає потенційну точність вимірювань.

Потенційне обмеження цього рівня обумовлене дискретністю вимірюваних величин (наприклад, вимірювання заряду не може бути проведено точніше ніж визначений заряд електрону) або флуктуаціями, що визначаються дискретністю речовини та енергії. Точність вимірювання на цьому рівні обмежується законами квантової механіки. Формальним віддзеркаленням виходу на квантово-механічний рівень точності вимірювань слугує поява в математичному описі чинників, якими не можна нехтувати, сталої Планка ($h = 6,63 \cdot 10^{-34}$ Дж·с). Одним із таких чинників є принцип невизначеності Гейзенберга, що накладає обмеження на граничну точність, з якою можна визначити динамічні змінні мікроскопічної системи. Згідно із цим принципом окрема величина може бути, в принципі, визначена з будь-якою точністю, проте дві величини, квантово-механічні оператори яких не комутують, не можна одночасно визначити як завгодно точно.

Так, співвідношення невизначеностей для координати x і пов'язана з нею змінна - компоненти імпульсу p_x - має вигляд [1]:

$$\Delta x \cdot \Delta p_x \geq \frac{\hbar}{2},$$

$$\text{де } \hbar = \frac{h}{2\pi}.$$

Аналогічно формулюється співвідношення невизначеностей для другої пари пов'язаних величин - енергії і часу:

$$\Delta E \cdot \Delta t \geq \frac{\hbar}{2}.$$

Це співвідношення пов'язує невизначеність $\Delta E = \sigma_E$ енергії атомної системи з невизначеністю $\Delta t = \sigma_t$ часу t , протягом якого вимірюється енергія.

Оскільки стала Планка надзвичайно мала, то наведені вирази при макроскопічних вимірюваннях не мають практичного значення. Невизначеність вказаних величин лежить далеко за межами досягнутої точності експериментів.

При вимірюванні макроскопічних величин максимальна точність також обмежена статистичними флуктуаціями в околі середнього значення. Якщо флуктуації неможливо зменшити при фіксованих зовнішніх умовах то їх, як правило, називають шумами. Причини виникнення шумів можна розділити на три групи:

- Теплові коливання при ненульовій температурі;
- Корпускулярна природа речовин та електрики;
- Співвідношення невизначеностей квантової механіки.

Принцип доповнюваності і співвідношення невизначеностей

Принцип доповнюваності - виник на основі спроб усвідомити причину появи суперечливих образів, які доводиться пов'язувати з об'єктами макросвіту [1].

У низці експериментів електрон та інші елементарні частинки виявляють корпускулярні властивості, тобто властивості частинок. Будь-який пристрій для детектування мікрооб'єктів завжди реєструє їх як щось ціле, локалізоване в дуже малій області простору.

З іншого боку, під час руху всі мікрочастинки виявляють типові хвильові властивості. Спостерігається інтерференція (накладання хвиль одна на одну) та дифракція (огинання хвилями перешкод) частинок на кристалічних решітках або штучно створених перешкодах. Електрон та інші частинки поведуть себе подібно до хвиль, що огинають перешкоди, і ніби одночасно проходять через декілька щілин дифракційних решіток.

Отже, усім мікрооб'єктам властивий корпускулярно-хвильовий дуалізм. Загальна відповідь на питання про те, яким же чином поєднуються ці суперечливі властивості об'єкту, була дана Нільсоном Бором.

Перш за все, підкреслював Бор, потрібно усвідомити, що всі прилади, які реєструють індивідуальні акти в мікросвіті, є макроскопічними і іншими бути не можуть. Наші органи чуття не сприймають мікропроцесів. Сама людина – істота макроскопічна. Звідси витікає, що поняття, яким ми користуємося для опису явищ, - це макроскопічні поняття, в термінах яких описується робота приладів.

Але ці поняття не можуть бути повністю застосовані до мікрооб'єктів, оскільки їх поведінка не підлягає законам класичної механіки.

Згідно з принципом доповнюваності Бора, для повного опису квантово-механічних явищ необхідно застосовувати два взаємовиключні (додаткові) набори класичних понять частинок і хвиль. Лише сукупність таких понять дає вичерпну інформацію про цілісність явища.

Принцип доповнюваності є результатом філософського осмислення нової незвичної фізичної теорії – квантової механіки. Він виражає на макроскопічному рівні один з основних законів діалектики – закон єдності протилежностей.

Частковим випадком принципу доповнюваності є співвідношення невизначеності Гейзенберга.

Говорячи про частинку, ми уявляємо собі речовину, що знаходиться в цей момент в певному місці, яка має певну енергію та рухається із визначеною швидкістю. При цьому ми допускаємо, що можна абсолютно точно знати координати, імпульс та енергію частинки у будь-який момент часу. Проте, пов'язуючи частинку із хвилею, ми переходимо до образу необмеженої синусоїди, що поширюється у просторі. І поняття «довжина хвилі в конкретній точці» та «імпульс в конкретній точці» просто не можуть мати сенсу. Також не має сенсу поняття енергії частинки в цей момент часу.

Принцип суперпозицій

Принцип суперпозицій - один з найзагальніших законів в багатьох розділах фізики, особливо в квантовій механіці [1]. Принцип суперпозицій (накладання) – це припущення, згідно з яким результуючий ефект є сумою ефектів, що викликаються кожним впливним явищем окремо. Одним із простих прикладів є правило паралелограма, згідно з яким додаються дві сили, що впливають на тіло. Принцип суперпозицій виконується лише за умови, коли діючі явища не впливають одне на одне.

У мікросвіті, навпаки, принцип суперпозицій - фундаментальний принцип, який поряд з принципом невизначеності становить основу математичного апарату квантової механіки. У квантовій теорії принцип суперпозицій позбавлений наочності, що характерна для класичної механіки, тому що у квантовій теорії складаються альтернативні виключні один одного стани.

У релятивістській квантовій теорії, що передбачає взаємне перетворення частинок, принцип суперпозицій має бути доповнений принципом супервідбору. Наприклад - при анігіляції електрона і позитрона принцип суперпозиції доповнюється принципом збереження електричного заряду - до та після перетворень сума зарядів має бути постійною. Оскільки заряди електрона і позитрона рівні та взаємно протилежні, то повинна виникати незаряджена частинка, якою є фотон, що народжується в процесі анігіляції.

Найвідоміший принцип суперпозицій в електростатиці, який стверджує, що напруженість електростатичного поля, що створюється в даній точці системою зарядів, є сумою напруженостей полів окремих зарядів.

Для принципу суперпозицій справедливі і інші формулювання [1]:

- Взаємодія між двома частинками не змінюється при внесенні третьої частинки, що також взаємодіє з першими двома;
- Енергія взаємодії всіх частинок в багаточастинковій системі є сумою енергій парних взаємодій між усіма можливими парами частинок. У системі немає багаточастинкових взаємодій;
- Рівняння, що описує поведінку багаточастинкових систем, є лінійним за кількістю частинок.

Саме лінійність фундаментальної теорії в певній галузі науки і техніки є причиною виникнення в ній принципу суперпозицій.

У мікросвіті принцип суперпозицій - фундаментальний принцип, який поряд з принципом невизначеності становить основу математичного апарату квантової механіки.

Контрольні питання до теми 2 [1]

1. Які фізичні величини не можна точно виміряти одночасно згідно з принципом невизначеності Гейзенберга?
2. Як впливає вимірювання величини на її значення згідно з принципом невизначеності Гейзенберга?
3. Які наслідки має принцип невизначеності Гейзенберга для квантової механіки та її застосування?
4. Які головні принципи розуміння квантової механіки базуються на принципі невизначеності Гейзенберга?
5. Що таке принцип доповнюваності Бора?
6. Які величини не можуть бути точно виміряні одночасно згідно з принципом доповнюваності Бора?
7. Яким чином знання однієї величини впливає на точність визначення іншої величини згідно з принципом доповнюваності Бора?
8. Який найбільш відомий приклад застосування принципу доповнюваності Бора?
9. Яке значення має принцип доповнюваності Бора для квантової механіки та пов'язаних з нею наук?

ТЕМА 3. СПОСОБИ ОПРАЦЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАННЯ НА ОСНОВІ КОНЦЕПЦІЇ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ

Оцінювання невизначеності при калібруванні штангенциркуля

ДСТУ 3989-2000 «Калібрування засобів вимірювальної техніки. Основні положення, організація, порядок проведення та оформлення результатів»

Калібрування ЗВТ - визначення в певних умовах або контроль метрологічних характеристик ЗВТ [5]. Тобто виходячи із визначення калібрування ЗВТ може виконуватися за двома напрямками:

- контролю;
- визначення метрологічних характеристик ЗВТ.

Що проводити контроль чи визначення повинен вказати користувач ЗВТ. В першому випадку (при контролі) калібрування мало чим відрізняється від процедури перевірки (тільки формальністю оформлення результатів). В другому випадку (при визначенні) користувач повинен вказати при яких умовах і в якому обсязі повинно проводитися калібрування. В цьому випадку, повірювач лише фіксує результат вимірювання, але не приймає рішення про придатність або непридатність ЗВТ до експлуатації. Рішення приймає користувач. Виходячи із цього повірювач не має права ставити клеймо (тим самим підтверджуючи придатність ЗВТ), а повинен лише видати свідоцтво про калібрування із вказанням дійсних характеристик, отриманих при калібруванні. Нормативним документом, що регламентує процедуру калібрування є ДСТУ 3989-2000 «Калібрування засобів вимірювальної техніки. Основні положення, організація, порядок проведення та оформлення результатів».

Калібрування ЗВТ провадять під час випуску з виробництва, після ремонту та під час експлуатації.

Калібрування під час випуску ЗВТ із виробництва провадять для контролю метрологічних характеристик. Калібрування під час експлуатації ЗВТ або після ремонту ЗВТ провадять для визначення в певних умовах або контролю метрологічних характеристик цих засобів (залежно від вимог користувача ЗВТ).

Калібруванню під час випуску з виробництва підлягають ЗВТ, типи яких занесено до Державного реєстру засобів вимірювальної техніки, допущених до застосування в Україні та на які не поширюється державний метрологічний нагляд.

Калібрування ЗВТ під час випуску із виробництва не провадять, якщо ці ЗВТ підлягають метрологічній атестації.

Калібрування ЗВТ, які використовують для власних потреб підприємства, організацій та громадян - суб'єктів підприємницької діяльності, під час експлуатації та після ремонту провадять за бажанням користувачів цих ЗВТ.

ЗВТ, призначені для продажу або видачі напрокат, повинні мати чинне свідоцтво про калібрування або відбиток калібрувального тавра.

Калібрування ЗВТ для інших підприємств, організацій і для громадян - суб'єктів підприємницької діяльності можуть проводити:

- Державні наукові метрологічні центри Держстандарту України (далі - метрологічні центри) на державних та вторинних еталонах, які зберігаються в цих центрах;
- Територіальні органи Держстандарту України (далі територіальні органи), акредитовані на право проведення повірки ЗВТ, згідно із галуззю акредитації;
- Метрологічні служби центральних органів виконавчої лади, підприємств і організацій, акредитовані на право повірки ЗВТ, згідно з галуззю акредитації;
- Калібрувальні лабораторії метрологічних служб або інших організаційних структур підприємств і організацій, акредитовані на право проведення калібрування ЗВТ для інших підприємств, організацій і для громадян, згідно з галуззю акредитації.
- Калібрувальні лабораторії іноземних виробників, акредитовані на право проведення калібрування ЗВТ, що постачаються в Україну.

Для ЗВТ встановлюють такі види калібрування: первинне, періодичне та позачергове.

Первинне калібрування ЗВТ провадять під час випуску із виробництва та ремонту.

Періодичному калібруванню можуть підлягати ЗВТ, які перебувають в експлуатації або призначені для продажу та прокату. Міжккалібрувальний інтервал встановлюється користувачем з урахуванням рекомендованого значення цього інтервалу, отриманого під час затвердження типу ЗВТ чи метрологічної атестації так, щоб визначені або проконтрольовані метрологічні характеристики зберігалися протягом цього проміжку часу.

Позачергове калібрування здійснюють до закінчення міжккалібрувального інтервалу за рішенням користувача, якщо є необхідність упевнитися в працездатності ЗВТ. Позачергове калібрування можна проводити, якщо:

- Пошкоджено калібрувальне тавро та (або) загублено свідоцтво про калібрування;
- Минула більш як половина міжккалібрувального інтервалу ЗВТ, який застосовують як комплектувальний виріб, або ЗВТ, який виробник надсилає користувачеві;
- ЗВТ вводять в експлуатацію після тривалого зберігання.

Позитивні результати калібрування засвідчують відбитком калібрувального тавра (тільки у разі контролю метрологічних характеристик) та (або) свідоцтвом про калібрування за формою додатку А та, за необхідності, записом у відповідному розділі експлуатаційних документів.

Порядок засвідчення позитивних результатів калібрування, а також місце нанесення відбитку калібрувального тавра зазначають у методиці калібрування.

У разі контролю метрологічних характеристик на зворотній стороні свідоцтва або в додатку до свідоцтва, за необхідності, наводять дані, одержані під час калібрування.

Якщо в результаті калібрування ЗВТ визнають непридатним до застосування, свідоцтво анулюють і (або) гасять попередній відбиток тавра або роблять відповідний запис в експлуатаційній документації. На вимогу користувач ЗВТ видають довідку про непридатність ЗВТ за формою додатку В.

Калібрування ЗВТ проводять відповідно до методик калібрування. Методики калібрування може бути наведено в окремих документах або у відповідних розділах експлуатаційних документів. За відсутності методик калібрування під час калібрування ЗВТ можна використовувати відповідні методики повірки.

Організація і порядок калібрування згідно з ДСТУ 3989-2000

Перелік ЗВТ, що перебувають в експлуатації та для яких визнано необхідність калібрування, складає метрологічна служба підприємства або організації за поданням підрозділів – користувачів ЗВТ і затверджує керівник цього підприємства (організації).

Метрологічна служба підприємства (організації) складає графіки періодичного калібрування ЗВТ із зазначенням підрозділу свого підприємства (організації), що проводять калібрування.

ЗВТ подають на калібрування укомплектованим, разом з необхідним допоміжними пристроями, експлуатаційними документами, свідоцтвом про останнє калібрування або метрологічну атестацію (на вимогу калібрувальної лабораторії) та, за необхідності, з іншими документами, в яких зазначено певні умови використання ЗВТ.

Калібрування ЗВТ можна здійснювати:

- У стаціонарних та пересувних повірочних та калібрувальних лабораторіях;
- На місцях виготовлення, ремонту або експлуатації ЗВТ.

Допускається проведення вибіркового калібрування ЗВТ, якщо це передбачено методикою калібрування або повірки. Позитивні результати вибіркового калібрування поширюються на всі ЗВТ із партії, поданої на калібрування. Вказівки щодо дій у разі отримання негативних результатів вибіркового калібрування має бути наведено у методиці калібрування.

На підставі аналізу результатів калібрування ЗВТ калібрувальна лабораторія, що його калібрувала, може запропонувати змінити міжкалібрувальний інтервал, який було рекомендовано під час затвердження типу, під час метрологічної атестації або користувачем. Остаточне рішення про зміну міжкалібрувального інтервалу приймає користувач ЗВТ.

Якщо ЗВТ призначено для вимірювання (відтворення розміру) кількох фізичних величин і (або) він має кілька діапазонів вимірювання, але його використовують для вимірювання (відтворення розміру) меншої кількості фізичних величин або не у всіх діапазонах, або лише в окремій частині діапазону вимірювання, то за рішенням користувача цього ЗВТ проводять калібрування лише стосовно зазначених фізичних величин та діапазонів (частини діапазонів).

При цьому на ЗВТ повинно бути нанесено чіткий напис або умовне позначення, які визначають особливості його застосування. Відповідний запис потрібно зробити в експлуатаційних документах та у свідоцтві про калібрування.

Форми звітності відповідно ДСТУ 3989-2000 наведені в додатку В.

Метрологічні характеристики штангенінструментів і порядок їх перевірки

До штангенінструментів відносяться:

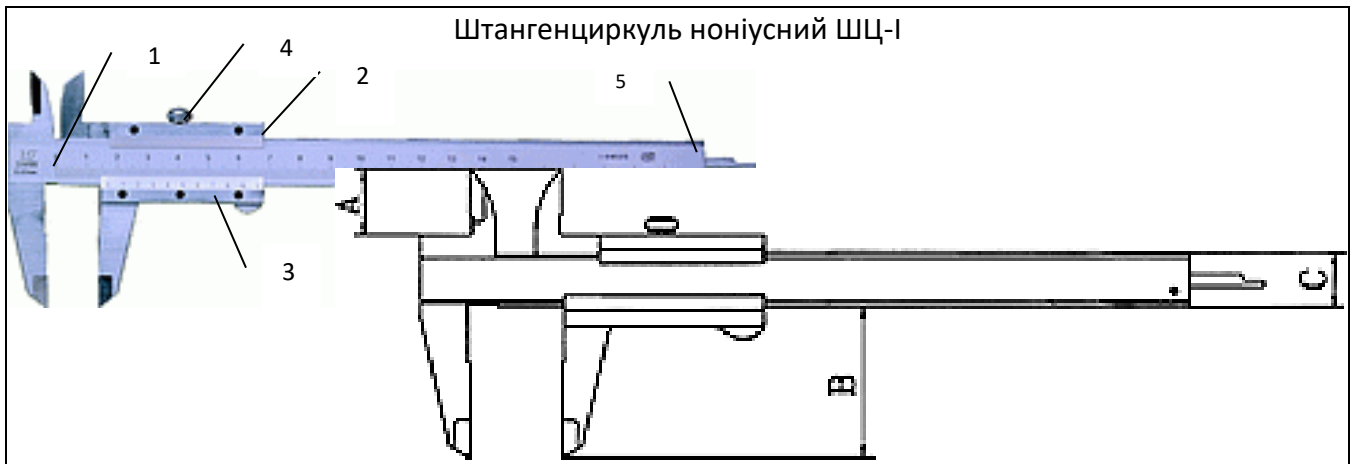
- Штангенциркуль за ДСТУ EN ISO 13385-1:2018 [60];
- Штангенглибиномір за ДСТУ ГОСТ 162:2009 (не чинний, скасовано 01.01.2019 без заміни);
- Штангенрейсмас за ДСТУ ГОСТ 164:2009.

Штангенциркулі призначені для вимірювання зовнішніх і внутрішніх розмірів і для розмітки. Їх випускають декількох типів і моделей:

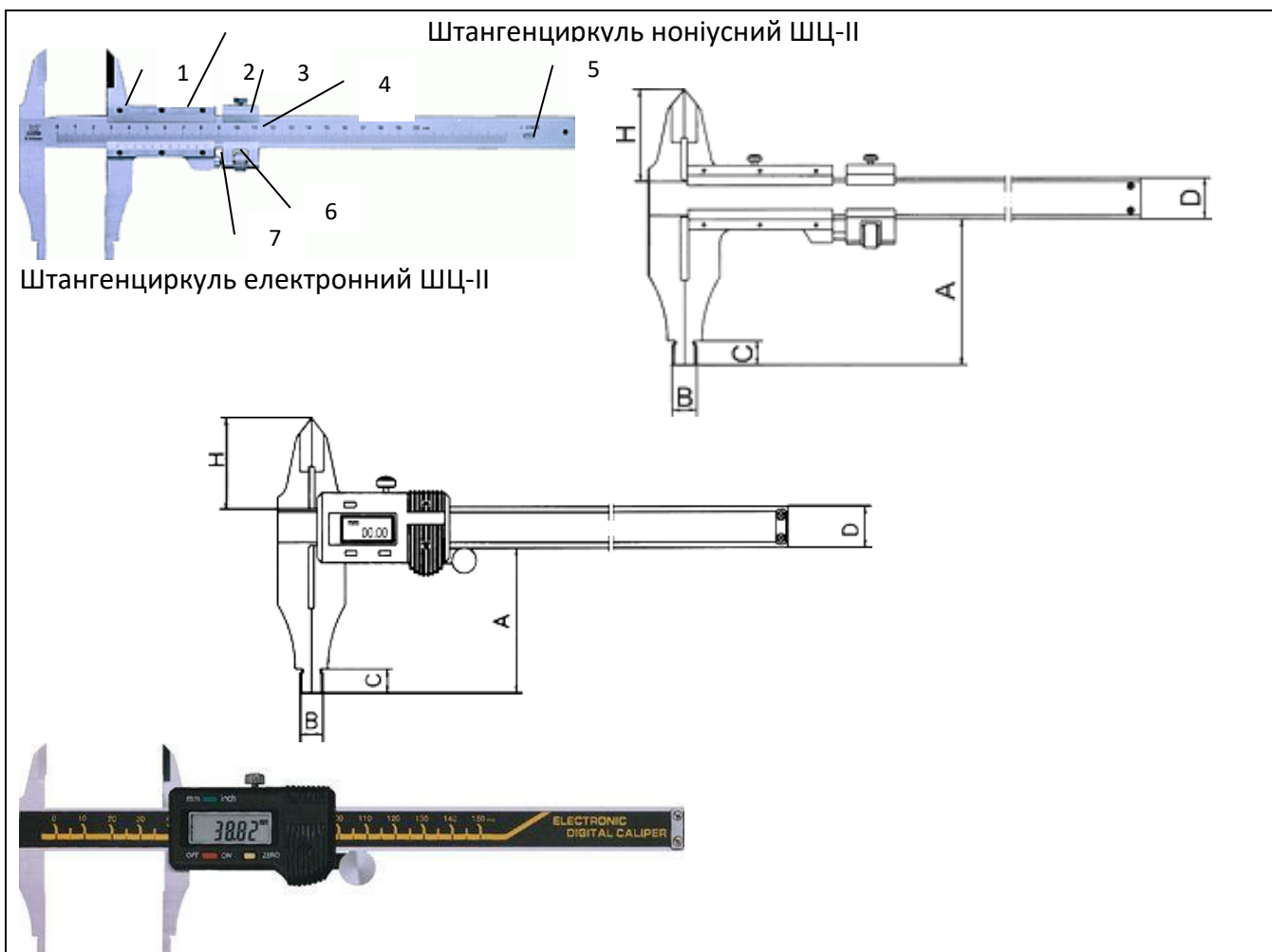
- ШЦ - 1 - з двостороннім розташуванням губок для вимірювання зовнішніх і внутрішніх розмірів з лінійкою для вимірювання глибини;
- ШЦТ - 1 - з одностороннім розташуванням губок, оснащені твердим сплавом для вимірювання зовнішніх розмірів і глибин в умовах підвищеного абразивного зношування;
- ШЦ - II - з двостороннім розташуванням губок для вимірювання зовнішніх і внутрішніх розмірів (мають мікрометричну подачу для точного і повільного переміщення);
- ШЦ - III - з одностороннім розташуванням зовнішніх і внутрішніх розмірів.

Таблиця 3.1 - Характеристики штангенінструментів

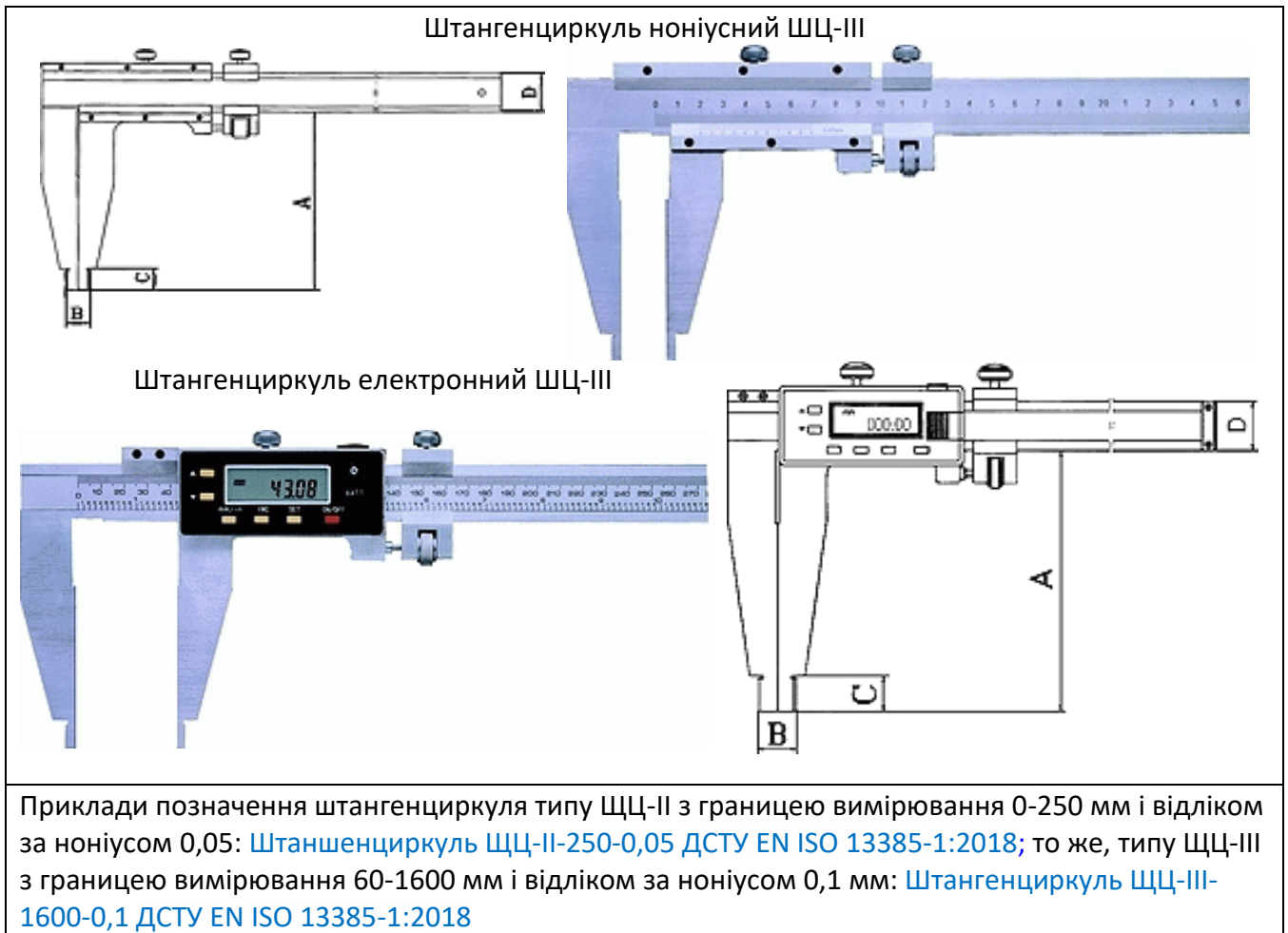
Тип штангенциркуля	Границя вимірювання	Допустима похибка показів при підрахунку по ноніусу, мм	
		0,05	0,1
Штангенциркулі (ДСТУ EN ISO 13385-1:2018)			
ШЦ-I	0...125	—	±0,1
ШЦ-II	0...200	±0,05	±0,1
	0...320	±0,05	±0,1
ШЦ-III	0...500	±0,05	±0,1
	250...710	—	±0,1
	320...1000	—	±0,1
	500...1400	до 100мм	±0,1
	800...2000	понад 100мм	±0,2



Штангенциркуль ШЦ-I має штангу 1 з нанесеним на ній міліметровими поділками. По штанзі переміщується рамка 2 з нониусною шкалою 3. Для фіксування рамки на робочій поверхні штанги слугує гвинт 4. З торця до рамки прикріплена лінійка глибиноміра 5. Верхні губки призначені для вимірювання внутрішніх розмірів, а нижні - зовнішніх



Штангенциркулі ШЦ-II мають мікрометричну подачу 4, яка призначена для повільного (точного) переміщення рамки 1 по штанзі 5. У вирізі рамки мікрометричної подачі розташована гайка 6, накручена на гвинт 7, який закріплений в нижній частині рамки 1. При вивільненому гвинті 2 і закріпленій мікрометричній подачі 4 на штанзі 5 за допомогою стопорного гвинта 3 рамка 1 буде переміщуватися по штанзі, якщо обернути гайку 6 мікрометричної подачі.



Відліковий пристрій штангенприладів - штанга з нанесеною на ній шкалою з інтервалом ділення 1 мм і вільно переміщуються по штанзі рамка, на скосі якої нанесена допоміжна шкала, називаємо ноніусом (ноніус служить для відліку часток міліметра).

Штангенприлади модулів 1 і 2 випускаються з відліком по ноніусу 0,1 і 0,05 мм.

Модуль шкали ноніуса показує, через яку кількість поділок міліметрової шкали штанги будуть розташовані штрихи шкали ноніуса, зміщені на величину відліку по ноніусу.

Штангенприлад модуля 2 з відліком по ноніусу 0,1 мм.

Ноніус з величиною відліку 0,1 мм має довжину 19 мм, тому одна поділка шкали $19 / 10 = 1,9$ мм, що менше як дві поділки шкали штанги на 0,1 мм рис.3.1.

Штангенприлад модуля 2 з відліком за ноніусом 0,05 мм має довжину шкали 39 мм, розділену на двадцять частин, тобто одна поділка ноніуса $39/20 = 1,95$ мм рис.3.2.

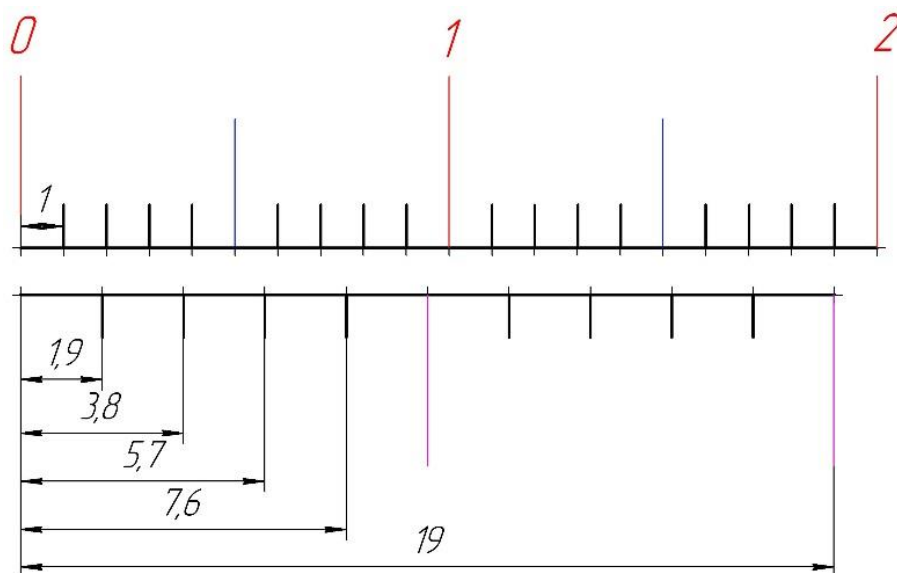


Рисунок 3.1 - Штангенприлад модуля 2 з відліком за ноніусом 0,1 мм

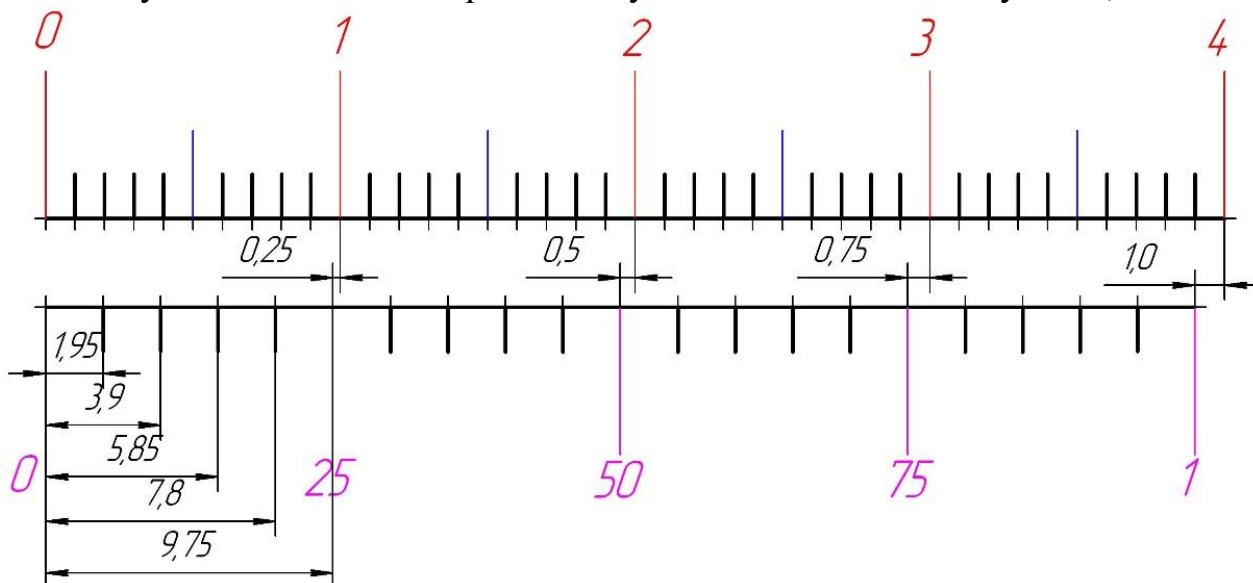


Рисунок 3.2 - Штангенприлад модуля 2 з відліком за ноніусом 0,05 мм

Калібрування штангенциркуля [5]

Умови калібрування та підготовка до неї

1. При проведенні калібрування температура повітря в приміщенні повинна бути $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$.

2. Перед проведенням калібрування повинні бути виконані наступні підготовчі роботи:

- штангенциркуль повинен бути промитий авіаційним бензином за ГОСТ 1012-72 (не чинний, скасовано 01.01.2022 р. без заміни) або бензином-розчинником за ГОСТ 8781-71 (не чинний, скасовано 01.01.2022 р. без заміни), або мийними засобами, протертий чистою бавовняною серветкою і витриманий на робочому місці не менше 3 годин.

- штангенциркуль повинен бути розмагнічений; перевірку проводять на деталях із низьковуглецевої сталі масою не більше 0,1 г.

Зовнішній огляд

При зовнішньому огляді повинно бути встановлено:

- Відповідність штангенциркуля вимогам ДСТУ EN ISO 13385-1:2018 в частині чуткості і правильності оцифровки штрихів шкал, комплектності і маркування;
- Наявність затискного пристрою для затискання рамки, шкал на штанзі і рамці, покриття, мікрометричної подачі рамки штангенциркуля ІЦЦ-ІІІ при комплектації його пристосуванням для розмітки
- Не допускаються:
 - ✓ помітні при візуальному огляді дефекти, які погіршують експлуатаційні якості та перешкоджають відліку показань;
 - ✓ перекис краю ноніуса до штрихів штанги, що перешкоджає відліку показань.

Апробація

При апробації перевіряють:

- Плавність переміщення рамки разом з мікрометричною подачею по штанзі штангенциркуля ІЦЦ-ІІІ;
- Можливість повздовжнього регулювання ноніуса штангенциркуля типу ІЦЦ-ІІІ;
- Значення мертвого ходу мікрометричної пари; при цьому мертвий хід мертвий хід мікрометричної пари штангенциркулів, випущених із виробництва і ремонту, повинен відповідати вимогам за ДСТУ EN ISO 13385-1:2018.
- Відсутність переміщення рамки під дією власної маси;
- Можливість затискання рамки в будь-якому положенні в межах діапазону вимірювання;

Визначення метрологічних характеристик

- довжину вильоту губок штангенциркуля ІЦЦ-ІІІ визначають за допомогою металевої вимірювальної лінійки;
- шорсткість вимірювальних поверхонь визначають:
 - ✓ за параметром R_a за допомогою профілометра, профілографа або порівнянням із зразками шорсткості;
- розміри штрихів шкал і перекриття штрихів шкали штанги краєм ноніуса штангенциркуля визначають за допомогою приладів - Інструментальний мікроскоп БИМ за ДСТУ ГОСТ 8.003:2008 (не чинний, скасовано 01.01.2022 р. без заміни). На кожному штангенциркулі перевіряють не менше 5 штрихів штанги і 5 штрихів ноніуса. Розміри штрихів штанги і ноніуса повинні відповідати значенням, вказаним в ДСТУ EN ISO 13385-1:2018;
- відстань від верхнього окрайка краю ноніуса до поверхні шкали штанги визначають щупом в 3-х місцях по довжині штанги. Щуп вкладається на штангу поряд з ноніусом. Край скосу ноніуса не повинен бути вище площини щупа.
- похибку штангенциркуля визначають по кінцевим мірам довжини. Блок кінцевих мір довжини розміщують між вимірювальними поверхнями губок штангенциркуля. Зусилля зсуву повинно забезпечувати нормальне ковзання

вимірювальних поверхонь губок по вимірювальним поверхням кінцевих мір довжини при відтиснутому стопорному гвинті рамки. Довге ребро вимірювальної поверхні губки повинно бути перпендикулярно до довгого ребра кінцевої міри і знаходитися в середині вимірювальної поверхні.

В одній із повіряємих точок похибку визначають при затиснутому стопорному гвинті рамки, при цьому повинно зберігатися нормальне ковзання вимірювальних поверхонь губок по вимірювальним поверхням кінцевих мір.

Для штангенциркулів із значенням відліку по ноніусу 0,05 мм, що випускаються із виробництва, похибку визначають в 6-и точках; для штангенциркулів зі значенням відліку по ноніусу 0,1 мм похибку визначають в 3-х точках.

Для штангенциркулів, що випускаються із ремонту та знаходяться в експлуатації, похибку визначають в 3-х точках, рівномірно розташованих по довжині штанги і ноніуса.

- перевірка нульової установки штангенциркуля. Для штангенциркулів типів ШЦ-I та ШЦТ-I при зсунутих до доторкання губках зміщення штриха ноніуса повинно бути в позитивну сторону. Зміщення нульового штриха визначають за допомогою кінцевої міри довжиною 1,05 мм, яку переміщують між вимірювальними поверхнями губок. При цьому показання штангенциркуля повинно бути не більше 1,1 мм.

Для штангенциркулів типів ШЦ-I та ШЦТ-I класу точності 2, які випускаються із ремонту і знаходяться в експлуатації, допускається зміщення нульового штриха ноніуса до (-0,1 мм) при зсунутих до доторкання губках.

Завдання СРС

Оцінювання невизначеності при калібруванні штангенциркуля [5].

Сталевий штангенциркуль калібрується із застосуванням сталевих кінцевих мір 1 - класу, які слугують в якості робочого еталону. Діапазон вимірювання штангенциркуля складає від 0 до 150 мм. Дозвільна здатність 0,05 мм (значення ціни поділки основної шкали становить 1 мм, значення ціни поділки ноніуса - 1/20 мм). При калібруванні використовуються кілька кінцевих мір з номінальними довжинами в діапазоні 0,5-150 мм. Вони вибираються так, щоб точки вимірювання лежали приблизно на однаковій відстані один від одного (наприклад 0 мм, 50 мм, 100 мм, 150 мм), але складали різні значення шкали ноніуса (наприклад, 0,0 мм, 0,3 мм, 0,6 мм, 0,9 мм).

варіант	приклад	1	2	3	4	5
калібрувальна точка	150 мм	50	100	150	200	100
дозвільна здатність	0,05	0,1	0,05	0,1	0,05	0,1
Δt	2	1,2	1,25	1,3	0,8	1,9
$l_{ix}, \text{мм}$	5 вим.	3 вим.	4 вим.	5 вим.	6 вим.	3 вим.

варіант	6	7	8	9	10
калібрувальна точка	50	200	150	20	30
дозвільна здатність	0,05	0,1	0,05	0,1	0,05
Δt	1,5	0,7	0,8	1	1,1
l_{ix} , мм	4 вим	5 вим	6 вим	4 вим.	5 вим.

В прикладі розглядається калібрувальна точка 150 мм для вимірювання зовнішніх розмірів.

Перед калібруванням виконано зовнішній огляд та апробація штангенциркуля.

1. Відхилення показання E_x штангенциркуля при заданій температурі $t_0 = 20^\circ C$ визначається за формулою:

$$E_x = l_{ix} - l_s + L_s \cdot \bar{\alpha} \cdot \Delta t + \delta_{ix} + \delta_m, \quad (3.47)$$

де l_{ix} - показання штангенциркуля;

l_s - довжина використаної кінцевої міри;

L_s - номінальне значення використаної кінцевої міри;

$\bar{\alpha}$ - середній коефіцієнт лінійного розширення матеріалу штангенциркуля і кінцевої міри $= 11,5 \cdot 10^{-6} \text{ } 1/^\circ C$;

Δt - різниця температур між штангенциркулем і кінцевою мірою $\Delta t = 2^\circ C$;

δ_{ix} - поправка на дозвільну здатність штангенциркуля;

δ_m - поправка на механічні ефекти, наприклад, існуюче вимірювальне зусилля, помилки Аббе, відхилення від площинності і паралельності вимірювальних поверхонь.

2. Визначаємо складові стандартної невизначеності типу В:

- при наявній різниці температур між штангенциркулем і кінцевою мірою $\Delta t = 2^\circ C$:

$$u_B(\Delta t) = \frac{L_s \cdot \bar{\alpha} \cdot (t - t_0)}{\sqrt{3}} = 150 \cdot 10^{-3} \cdot \frac{11,5 \cdot 10^{-6} \cdot (22 - 20)}{\sqrt{3}} = 1,992 \text{ мкм}.$$

- довжина кінцевої міри разом з відповідною розширеною невизначеністю вказується в свідоцтві про калібрування. Це свідоцтво підтверджує, що кінцеві міри довжини відповідають вимогам на кінцеві міри довжини 1 - го класу згідно ДСТУ ISO 3650:2009 [61], тобто середня довжина кінцевої міри відповідає номінальній довжині в мажах $\pm 0,8 \text{ мкм}$. Тоді стандартна невизначеність, що зумовлена неточністю виготовлення кінцевої міри, за умови рівномірного закону розподілу буде:

$$u_B(x_i) = \frac{b_{i+} - b_{i-}}{2 \cdot \sqrt{3}},$$

$$u_B(l_s) = \frac{0,8 - (-0,8)}{2 \cdot \sqrt{3}} = 46 \cdot 10^{-4} \text{ мм} = 0,462 \text{ мкм}.$$

• складова невизначеності, що зумовлена зчитуванням показання. Якщо маємо ціну поділки шкали 0,05 мм, то варіація зчитувальних значень складає половину ціни поділки шкали, тобто 0,025 мм при рівномірному законі розподілу:

$$u_B(x_i) = \frac{b_{i+} - b_{i-}}{2 \cdot \sqrt{3}},$$

$$u_B(\delta l_{ix}) = \frac{0,025 - (-0,025)}{2 \cdot \sqrt{3}} = 14,4 \text{ мкм}.$$

• складова невизначеності через механічні ефекти. Ці ефекти включають застосоване вимірювальне зусилля, помилки Аббе і зазор між напрямною і рухомою частиною. Мінімізувати вплив можна, взявши до уваги тільки загальну область можливих відхилень $\pm 0,05 \text{ мм}$:

$$u_B(x_i) = \frac{b_{i+} - b_{i-}}{2 \cdot \sqrt{3}},$$

$$u_B(\delta l_m) = \frac{0,05 - (-0,05)}{2 \cdot \sqrt{3}} = 29 \text{ мкм}.$$

Комбіновану (або сумарну) невизначеність типу В розраховуємо за формулою:

$$u_B = \sqrt{\left(\frac{\partial f}{\partial l_s}\right)^2 \cdot u_B^2(l_s) + u_B^2(\Delta t) + \left(\frac{\partial f}{\partial \delta l_{ix}}\right)^2 \cdot u_B^2(\delta l_{ix}) + \left(\frac{\partial f}{\partial \delta l_m}\right)^2 \cdot u_B^2(\delta l_m)},$$

(3.48)

де $\frac{\partial f}{\partial l_s} = -1$; $\frac{\partial f}{\partial \delta l_{ix}} = 1$; $\frac{\partial f}{\partial \delta l_m} = 1$ - коефіцієнти чутливості (впливу);

тоді отримаємо

$$u_B = \sqrt{(-1)^2 \cdot 0,462^2 + 1,992^2 + (1)^2 \cdot 14,4^2 + (1)^2 \cdot 29^2} = 32,3 \text{ мкм}.$$

3. Вимірювання l_{ix} повторювалися багаторазово (5 разів), тому визначимо невизначеність типу А.

$l_{ix}, \text{ мм}$	150.10	150,125	150,10	150,11	150,10
----------------------	--------	---------	--------	--------	--------

- Оцінку результату вимірювання довжини штрихової міри розраховуємо за формулою:

$$\bar{l}_{ix} = \frac{\sum_{i=1}^n l_{ix}}{n} = 150,107 \text{ мм.}$$

- Стандартну невизначеність типу А результату вимірювання, що обумовлена джерелами невизначеності, які мають випадковий характер, визначаємо за формулою:

$$u_A(\bar{l}_{ix}) = \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)} \cdot \sum_{i=1}^n (l_{ix} - \bar{l}_{ix})^2} = 4,89 \cdot 10^{-3} \text{ мм.}$$

4. Визначаємо комбіновану невизначеність результату вимірювання довжини:

$$u_c(E_x) = \sqrt{u_A(\bar{l}_{ix})^2 + u_B^2} = 32,7 \text{ мкм.}$$

5. Визначаємо розширену невизначеність. При оцінці невизначеності результату явно домінують вклади від вимірювального зусилля і дозвільної здатності шкали ноніуса. Остаточний розподіл не є нормальний, а скоріше трапецієподібний з параметром точки перегину [5]:

$$\beta = \frac{|u_B(\delta l_{ix}) - u_B(\delta l_m)|}{u_B(\delta l_{ix}) + u_B(\delta l_m)} = 0,336.$$

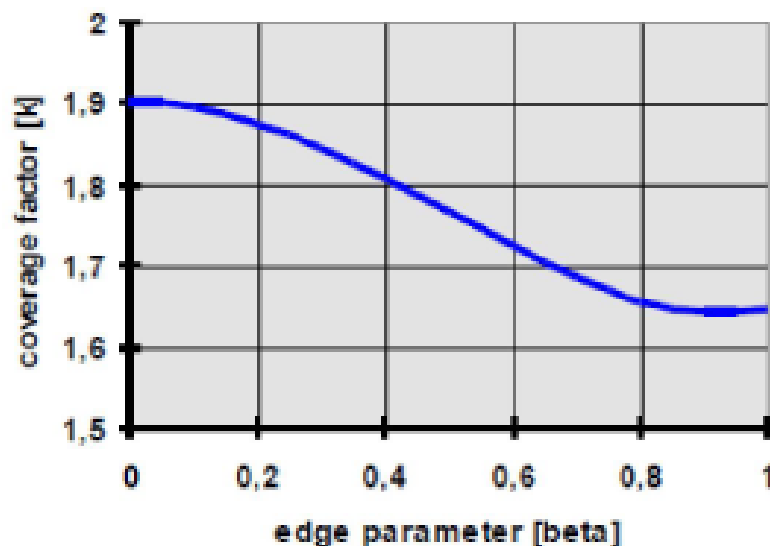


Рисунок 3.3 - Залежність коефіцієнту охоплення k від параметра точки перегину β трапецієподібного розподілу для ймовірності 90 % [1]

Тоді точне значення коефіцієнту охоплення для ймовірності 95 % для трапецієподібного розподілу з параметром точки перегину 0,336 визначається із співвідношення [1]:

$$k = \frac{1 - \sqrt{(1-p) \cdot (1-\beta^2)}}{\sqrt{\frac{1+\beta^2}{6}}} = 1,833.$$

Із врахуванням вище сказаного маємо розширену невизначеність:

$$U = k \cdot u(E_x) = 1,833 \cdot 0,0327 = 0,0599 \text{ мм}.$$

Повний результат вимірювання:

В каліброваній точці 150 мм виміряне відхилення показань штангенциркуля складає $(0,107 \pm 0,06) \text{ мм}$.

Таблиця 3.2 - Бюджет невизначеності при калібруванні штангенциркуля в точці 150 мм

<i>Величина</i>	<i>Оцінка величини, мм</i>	<i>Стандартна невизначеність</i>	<i>Число степенів свободи</i>	<i>Розподіл ймовірності</i>	<i>Коефіцієнт чутливості</i>	<i>Внесок у невизначеність</i>
l_{ix}	150,107	$u_A(\bar{l}_{ix}) = 4,89 \cdot 10^{-3} \text{ мм}$	∞			4,89 мкм
Δt		$u_B(\Delta t) = 1,992 \text{ мкм}$	∞	рівномірний	1	1,992 мкм
l_s	150	$u_B(l_s) = 0,462 \text{ мкм}$		рівномірний	-1	0,462 мкм
δl_{ix}		$u_B(\delta l_{ix}) = 14,4 \text{ мкм}$	∞	рівномірний	1	14,4 мкм
δl_m		$u_B(\delta l_m) = 29 \text{ мкм}$		рівномірний	1	29 мкм
E_x	0,107	$u_C(E_x) = 32,7 \text{ мкм}$	∞	трапецевидний	$U(E_x) = 0,0599 \text{ мм}, p = 0,95$	

Завдання СРС

Оцінювання невизначеності вимірювання розміру деталі за допомогою компаратора.

Оцінити розширену невизначеність результатів вимірювання розміру деталі для рівня довіри $P = 0,95$.

Методика контролю передбачає вимірювання розміру деталі за допомогою оптичного довжиноміра з ціною поділки $0,001$ мм та границею допустимої похибки $\pm 0,0001$ мм в діапазоні температур $(20 \pm 5)^\circ \text{C}$. Відомо, що номінальне значення розміру деталі згідно з технологічним кресленням має складати $d_n = 40$ мм. Вимірний розмір деталі складає $d = 40,0005$ мм. Оптичний довжиномір повірений.

варіант	приклад	1	2	3	4	5
$d_n, \text{мм}$	40	20	30	50	60	70
$d, \text{мм}$	40,0005	виміряти				
$\Delta t, ^\circ \text{C}$	5	2	3	4	5	6
p	0,95	0,9	0,95	0,99	0,9	0,95
n	16	15	17	18	19	20
$\alpha, 1/^\circ \text{C}$	$29 \cdot 10^{-6}$					

Побудова модельного рівняння

Для побудови модельного рівняння ідентифікуємо основні істотні джерела невизначеності результату вимірювання розміру деталі. В цьому випадку такими є:

- Основна допустима похибка компаратора $\pm 0,0001$ мм
- Похибка зчитування по шкалі;
- Можливе відхилення температури деталі від $(20 \pm 5)^\circ \text{C}$;
- Вплив випадкових факторів.

З урахування всіх джерел модельне рівняння матиме вигляд [5]:

$$L = l + \Delta_{\text{зчит}} + \overset{\circ}{\Delta} + \Delta_t + \Delta_0, \quad (3.49)$$

де l - покази компаратора під час вимірювання розміру деталі;

Δ_0 - похибка компаратора;

$\Delta_{\text{зчит}}$ - поправка до показів компаратора через неточність (похибку) зчитування показів оператором;

$\overset{\circ}{\Delta}$ - поправка до показів, що обумовлена дією випадкових факторів;

Δ_t - поправка до показів, що обумовлена відхиленням температури деталі від 20°C ;

1. Оцінювання невизначеностей за типом В.

- Оцінювання стандартної невизначеності $u(\Delta_0)$.

Невизначеність величини l обумовлена тим, що компаратор не є абсолютно точним, тобто має похибку [62]. Отже,

$$l = l_{icm} + \Delta_0, \quad (3.50)$$

де l_{icm} - істинне значення розміру деталі.

Якби похибка компаратора була відома, то в результат вимірювання можна було б ввести поправку, так, щоб похибка компаратора не давала б внеску у невизначеність вимірювання.

Згідно з технічним паспортом на компаратор його гранична похибка знаходиться в межах $\left(1 + \frac{l}{200}\right) = 1,2 \text{ мкм}$, l - вимірювана довжина в (мм).

Оскільки реальний закон розподілу похибки невідомий, приймаємо його за рівномірний. В цьому випадку складова невизначеності результату, що зумовлена конструктивними особливостями компаратора, оцінюється через основну похибку при допущенні рівномірного закону розподілу можливих її значень в певних границях [1]:

$$u(\Delta_0) = \frac{b_+ - b_-}{2 \cdot \sqrt{3}} = \frac{1,2 \cdot 10^{-6} - (-1,2 \cdot 10^{-6})}{2 \cdot \sqrt{3}} = 0,6928 \text{ мкм}.$$

- Оцінювання стандартної невизначеності $\Delta_{зчит}$.

Неточність (похибка) зчитування показів компаратора оператором не перевищує половини ціни поділки, тобто $\frac{0,001}{2} = 0,0005 \text{ мм}$. Тоді стандартна невизначеність, що зумовлена похибкою зчитування показів:

$$u(\Delta_{зчит}) = \frac{b_+ - b_-}{2 \cdot \sqrt{3}} = \frac{0,0005 - (-0,0005)}{2 \cdot \sqrt{3}} = 0,2887 \text{ мкм}.$$

- Оцінювання стандартної невизначеності Δ_t

Матеріал з якого виготовлена деталь, має температурний коефіцієнт лінійного розширення $\alpha = 29 \cdot 10^{-6} \text{ } 1/^\circ\text{C}$.

Оскільки можливе максимальне відхилення температури від 20°C складає 5°C , то йому відповідає можливе відхилення розміру:

$$\Delta_t = \alpha \cdot d \cdot \Delta t = 5,8 \text{ мкм}.$$

Якби температура в приміщенні, де проводиться контроль, регулювалася кондиціонером, під час розрахунку стандартної невизначеності необхідно прийняти антимодальний закон. Оскільки в даному випадку температура не регулювалася, приймаємо рівномірний розподіл. Отже. відповідна стандартна невизначеність буде [1]:

$$u(\Delta_t) = \frac{b_+ - b_-}{2 \cdot \sqrt{3}} = \frac{5,8 - (-5,8)}{2 \cdot \sqrt{3}} = 3,34 \text{ мкм}.$$

Із врахуванням складових $u(\Delta_0)$, $u(\Delta_{зчит})$, Δ_t визначаємо комбіновану невизначеність типу В за формулою:

$$u_{cB}(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot u^2(x_i)},$$

Тоді в цьому випадку маємо:

$$u_{cB}(\Delta) = \sqrt{c_1^2 \cdot u^2(\Delta_0) + c_2^2 \cdot u^2(\Delta_{зчит}) + c_3^2 \cdot u^2(\Delta_t)},$$

$$c_1 = \frac{\partial D}{\partial d} = \frac{\partial(d + \Delta_0 + \Delta_{зчит} + \Delta_t)}{\partial d} = \frac{\partial d}{\partial d} + \frac{\partial \Delta_0}{\partial d} + \frac{\partial \Delta_{зчит}}{\partial d} + \frac{\partial \Delta_t}{\partial d} = 1,$$

$$\begin{array}{cccc} \downarrow & \downarrow & \downarrow & \downarrow \\ 1 & 0 & 0 & 0 \end{array}$$

$$c_2 = \frac{\partial D}{\partial \Delta_0} = \frac{\partial(d + \Delta_0 + \Delta_{зчит} + \Delta_t)}{\partial \Delta_0} = \frac{\partial d}{\partial \Delta_0} + \frac{\partial \Delta_0}{\partial \Delta_0} + \frac{\partial \Delta_{зчит}}{\partial \Delta_0} + \frac{\partial \Delta_t}{\partial \Delta_0} = 1,$$

$$\begin{array}{cccc} \downarrow & \downarrow & \downarrow & \downarrow \\ 0 & 1 & 0 & 0 \end{array}$$

$$c_3 = \frac{\partial D}{\partial \Delta_{зчит}} = \frac{\partial(d + \Delta_0 + \Delta_{зчит} + \Delta_t)}{\partial \Delta_{зчит}} = \frac{\partial d}{\partial \Delta_{зчит}} + \frac{\partial \Delta_0}{\partial \Delta_{зчит}} + \frac{\partial \Delta_{зчит}}{\partial \Delta_{зчит}} + \frac{\partial \Delta_t}{\partial \Delta_{зчит}} = 1$$

$$\begin{array}{cccc} \downarrow & \downarrow & \downarrow & \downarrow \\ 0 & 0 & 1 & 0 \end{array}$$

$$c_4 = \frac{\partial D}{\partial \Delta_t} = \frac{\partial(d + \Delta_0 + \Delta_{зчит} + \Delta_t + \overset{\circ}{\Delta})}{\partial \Delta_t} = \frac{\partial d}{\partial \Delta_t} + \frac{\partial \Delta_0}{\partial \Delta_t} + \frac{\partial \Delta_{зчит}}{\partial \Delta_t} + \frac{\partial \Delta_t}{\partial \Delta_t} = 1.$$

$$\begin{array}{cccc} \downarrow & \downarrow & \downarrow & \downarrow \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{array}$$

Тоді із врахуванням всіх визначених компонентів маємо:

$$u_{cB}(\Delta) = \sqrt{c_1^2 \cdot u^2(\Delta_0) + c_2^2 \cdot u^2(\Delta_{зчит}) + c_3^2 \cdot u^2(\Delta_t)} =$$

$$= \sqrt{1^2 \cdot (0,6928 \cdot 10^{-6})^2 + 1^2 \cdot (0,288 \cdot 10^{-6})^2 + 1^2 \cdot (3,34 \cdot 10^{-6})^2} = 3,4317 \text{ мкм.}$$

2. Оцінювання невизначеності $\overset{\circ}{\Delta}$, що обумовлена дією випадкових факторів.

Будь-яка апріорна інформація для оцінювання $\overset{\circ}{\Delta}$ за типом В відсутня. Виробник не наводить в паспорті на компаратор нормоване значення випадкової

похибки через те, що вона в даному випадку не є інструментальною, адже більшою мірою залежить від властивостей об'єкту та умов вимірювання. Тому таке джерело невизначеності необхідно дослідити.

Для оцінки невизначеності вимірювання, зумовленої вкладом випадкових ефектів, було проведено 16 повторних вимірювань розміру деталі одним і тим же оператором за одних і тих же умов.



a_1	b_1	$\Delta x_1 = a_1 - b_1$
a_2	b_2	$\Delta x_2 = a_2 - b_2$
...	...	...
a_n	b_n	$\Delta x_n = a_n - b_n$

Рисунок 3.4 - Схема вимірювання

Згідно правил експлуатації компаратора [62] виконано: підготовка до роботи, встановлення вимірювального об'єкта та перевірка його розміщення у горизонтальній та вертикальній площині та безпосереднє виконання 16 вимірювань.

Таблиця 3.3 - Результати повторних вимірювань розміру деталі

№ п.п	a_i	b_i	$\Delta x_i = a_i - b_i$
1	25,006	64,9992	39,9986
2	25,005	65,0001	39,9996
3	25,004	65,0009	40,0005
4	24,9994	64,9995	40,0001
5	24,9998	65,0004	40,0006
6	25,0009	64,9999	39,9999
7	25	64,9994	39,9994
8	24,9998	65,0004	40,0006
9	24,9997	65,0002	40,0005
10	25,0002	64,9995	39,9993
11	25,0003	64,9989	39,9986
12	25	64,9995	39,9995
13	25	64,9993	39,9993
14	25,0002	64,9998	39,9996
15	24,9996	64,9994	39,9998
16	24,9999	64,9997	39,9998

За результатами яких отримана стандартна невизначеність результату вимірювання за типом А:

$$u_A\left(\overset{\circ}{\Delta}\right)=\sqrt{\frac{1}{n-1}\cdot\sum_{i=1}^n(x_i-\bar{x})}=\sqrt{\frac{1}{16-1}\cdot\sum_{i=1}^{16}(\Delta x_i-\bar{x})}=6,557\cdot 10^{-4}\text{ мм}=0,6557\text{ мкм}.$$

Оцінюємо комбіновану невизначеність результату вимірювання:

$$u_c(y)=\sqrt{u_A^2(y)+u_{CB}^2(y)},$$

$$u_c(L)=\sqrt{u_A^2\left(\overset{\circ}{\Delta}\right)+u_{CB}^2(\Delta)}=\sqrt{0,6557^2+3,4317^2}=3,4938\text{ мкм}=0,0034938\text{ мм}.$$

3. Оцінюємо розширену невизначеність результату вимірювання:

$$U=k\cdot u_c(y),$$

де $k=t_p(v_{eff})$ - квантиль розподілу Стюдента з ефективним числом степенів свободи v_{eff} і довірчою ймовірністю (рівнем довіри) p .

Ефективне число степенів свободи визначається за формулою Велча-Саттерстейта:

$$v_{eff}=\frac{u_c^4}{\sum_{i=1}^m\frac{u^4(x_i)}{v_i}\cdot\left(\frac{\partial f}{\partial x_i}\right)^4}=\frac{(n-1)\cdot u_c^4}{u_A^4\left(\overset{\circ}{\Delta}\right)}=1117,$$

$$\text{де } u_i(y)=\left(\frac{\partial f}{\partial x_i}\right)\cdot u(x_i);$$

v_i - число степенів свободи при розрахунку невизначеності оцінки i -ї вхідної величини, при цьому:

$v_i=n-1$ - для розрахунку невизначеності за типом А;

$v_i=\infty$ - для розрахунку невизначеності за типом В.

Тоді

$$k=t_p(v_{eff})=t_{0,95}(\infty)=1,9596,$$

$$U(L)=k\cdot u_c(\bar{U})=1,9596\cdot 0,0034938=0,006846\text{ мм}.$$

Записуємо результат із розширеною невизначеністю

$$L=(40,0005\pm 0,0068)\text{ мм}, P=95\%.$$

4. Складаємо бюджет невизначеності табл.3.4.

Таблиця 3.4 - Бюджет невизначеності при вимірюванні розміру деталі за допомогою оптичного довжиноміра ІЗА-2

<i>Величина</i>	<i>Оцінка величини, мм</i>	<i>Стандартна невизначеність</i>	<i>Число степенів свободи</i>	<i>Розподіл ймовірності</i>	<i>Коефіцієнт чутливості</i>	<i>Внесок у невизначеність</i>
l	40,0005	$u(\Delta_0) = 0,6928 \text{ мкм}$	∞	рівномірний	1	0,6928 мкм
Δ_0						
$\Delta_{зчит}$		$u(\Delta_{зчит}) = 0,2887 \text{ мкм}$	∞	рівномірний	1	0,2887 мкм
$\overset{\circ}{\Delta}$		$u_A\left(\overset{0}{\Delta}\right) = 0,6557 \text{ мкм}$	19	нормальний	1	0,6557 мкм
Δ_t		$u(\Delta_t) = 3,3486 \text{ мкм}$	∞	рівномірний	1	3,3486 мкм
l	40,0005	$u_c(L) = 3,4938 \text{ мкм} = 0,003938 \text{ мм}$	∞	нормальний	$U(D) = 0,0068 \text{ мм}, p = 0,95$	

Калібрування портативного цифрового мультиметра в точці діапазону 100 В

Методика калібрування

Цифровий мультиметр - це прилад для вимірювання напруги та струму, як постійних, так і змінних. Також має функцію вимірювання активного опору та представляє результат вимірювання у цифровому вигляді. Метод вимірювання мультиметра оснований на використанні аналого-цифрового перетворювача (АЦП) разом із допоміжними електричними колами. Наявні моделі цифрових мультиметрів принципово відрізняються величиною встановлених похибок вимірювання і застосованими для досягнення цього різними методами вимірювання, а також зовнішнім оформленням. Іншим важливим параметром є роздільна здатність або число розрядів індикатора яке, як правило, може приймати значення $3\frac{1}{2}$, $4\frac{1}{2}$, $5\frac{1}{2}$ розрядів [5]. На рис.3.5 показана блок-схема цифрового мультиметра [5].

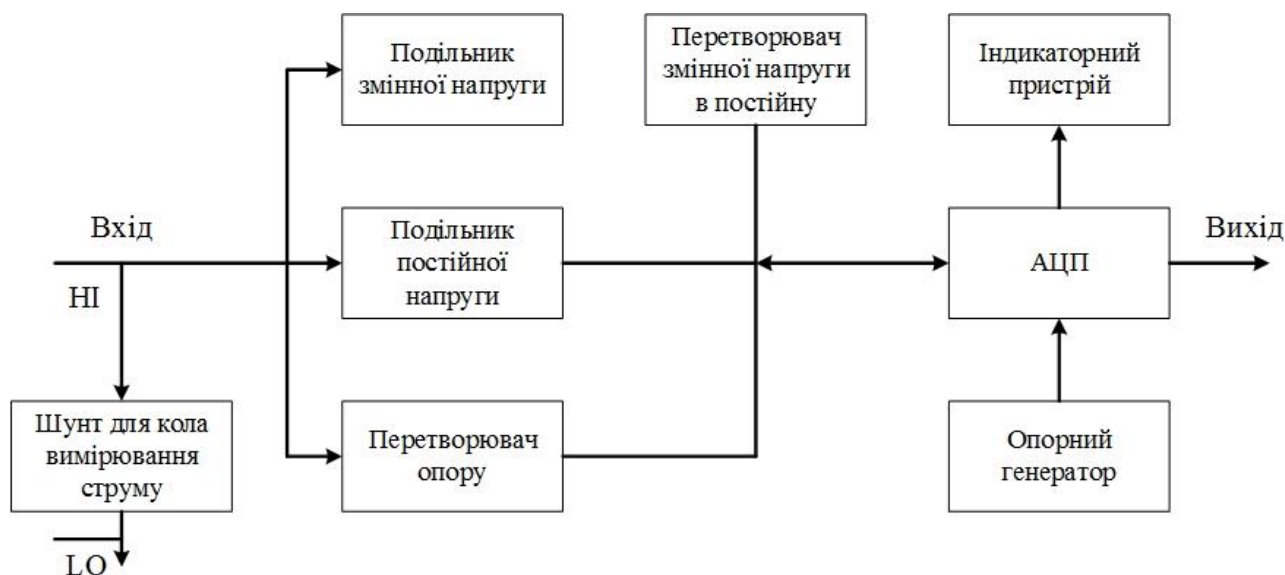


Рисунок 3.5 - Блок-схема цифрового мультиметра

Із схеми видно, що основним елементом мультиметра є блок, що реалізує вимірювання напруги постійного струму (АЦП), а також інші пристосування, що забезпечують вимірювання інших величин.

АЦП перетворює аналоговий вхідний сигнал напруги постійного струму у цифровий та визначає основні характеристики мультиметру (швидкість опитування, лінійність, роздільна здатність, відновлення та точність). Вихідний цифровий сигнал може направлятися на індикаторний пристрій та на виходи IEEE 488 та RS 232.

Вимірювання струму здійснюється за допомогою кількох резисторів або шунтів по який протікає струм, створюючи падіння напруги на них. Вимірювання напруги, як змінної, так і постійної, здійснюється за допомогою подільників напруги для приведення величини напруги до значення, що

відповідає характеристикам АЦП. Вимірювання змінної напруги здійснюється за допомогою перетворювача змінного струму у постійний та наступного вимірювання постійної напруги АЦП. Для вимірювання опору прилад має джерело постійного струму, що протікаючи через резистор, створює падіння напруги на ньому. Це падіння напруги вимірюється за допомогою вищезгаданого АЦП.

Результати вимірювання деякими наявними моделями мультиметрів (з роздільною здатністю $5\frac{1}{2}$ розрядів і більше) можна контролювати дистанційно за допомогою відповідного програмного забезпечення через виходи RS 232 та інші. Ця можливість надає ряд важливих переваг таких, як спрощення збирання даних, застосування методів статистичної обробки результатів вимірювання, можливість створення архіву даних для подальшої обробки.

Мультиметри, як правило, мають функцію налаштування або за допомогою змінних резисторів та конденсаторів, або встановлення калібрувальних коефіцієнтів, що зберігаються в енергонезалежній пам'яті та заносяться з клавіатури або за допомогою комунікатора через протокол RS 232 та інші.

Методика застосовується для калібрування цифрових мультиметрів з використанням багатофункціональних калібраторів і, тому, не застосовується для калібрування цифрових мультиметрів підвищеної точності, які вимагають використання таких високоточних приладів, як еталонні цифрові вольтметри, подільники напруги, нуль-індикатори, еталонні котушки опору, еталонні термоперетворювачі тощо.

Методика застосовується при калібруванні цифрових мультиметрів, що призначені для вимірювання наступних фізичних величин у діапазонах:

- напруга постійного струму - від 1 мВ до 1000 В;
- напруга змінного струму - від 10 мВ до 1000 В;
- постійний струм - від 1 мА до 20 А;
- змінний струм - від 1 мА до 20 А;
- активний опір - від 1 Ом до 100 МОм.

Для проведення калібрування необхідно мати багатофункціональний електричний калібратор, який може забезпечити невизначеність калібрування принаймні у три рази меншу ніж та, що зазвичай забезпечує мультиметр, що калібрується. Цей калібратор повинен мати можливість відтворювати величини у діапазонах, потрібних для реалізації цієї методики і які вказані вище.

В цілому, багатофункціональні калібратори, які впродовж одного року забезпечують встановлену виробником невизначеність вимірювання постійної напруги 0,01% або менше, придатні для здійснення калібрування згідно з цією методикою. Застосовуємо калібратор [63].

Примітка: Для проведення калібрування мультиметрів з верхньою межею вимірювання струму більшою, ніж 2 А, можна використовувати перетворювачі напруга - струм, які генерують струм величиною, пропорційною прикладеній напрузі з виходу калібатора. З іншого боку існують моделі калібраторів, що забезпечують відтворення величини струму більше 2А.

Операції підготовки.

Перед початком калібрування потрібно виконати наступні операції [5]:

1. Перевірити ідентифікацію мультиметра, а саме тип, модель, серійний номер виробника або номер внутрішньої ідентифікації власника мультиметра. Якщо ніяких ідентифікаційних позначок немає, вони наносяться на мультиметр та контролюється надійність їх кріплення.

2. Вивчити настанову з експлуатації мультиметра, що калібрується для того, щоб фахівець, що здійснює калібрування, був обізнаний з порядком роботи з цим мультиметром. Також має бути в наявності інструкція виробника з налаштування мультиметра, якщо процедура калібрування вимагає цієї операції. Певні моделі мультиметрів не мають опції налаштування.

3. Перевірити, чи має мультиметр приховані запобіжники та чи відповідають параметри запобіжника встановленим виробником. У деяких випадках настанова з експлуатації містить процедуру перевірки стану запобіжника без вказання місця його розташування.

4. Перевірити стан елемента живлення (батарей) згідно з процедурою, що описана в настанові з експлуатації мультиметра та, при необхідності, виконати його заміну. (Всі малогабаритні мультиметри мають елемент живлення, що дозволяє їх експлуатацію без підключення до мережі живлення).

5. Встановити граничне значення похибки, що приписується мультиметра та може дорівнювати значенню, встановленому виробником або обчислене для конкретного випадку застосування мультиметра. Похибки, що будуть отримані при калібруванні мультиметра, порівнюються із цими значеннями та приймається рішення щодо необхідності налаштування мультиметра.

6. Вивчити настанову з експлуатації багатофункціонального калібратора для того, щоб фахівець, що здійснює калібрування, був обізнаний з порядком роботи з цим калібратором.

7. Перевірити стан калібрування самого калібратора шляхом встановлення факту дійсності терміну дії його свідоцтва про калібрування, наявності простежуваності калібрування та відповідності значення невизначеності вимірювання тих величин, що будуть відтворені під час калібрування.

8. Перевірити величину напруги живлення та можливі відхилення від її номінального значення для встановлення можливості правильного функціонування калібратора та мультиметра, що калібрується. Зазвичай, напруга величиною $230\text{ В} \pm 10\%$ відповідає нормальним умовам експлуатації більшості моделей калібраторів. У будь якому випадку, потрібно встановити це значення згідно з настановами з експлуатації калібратора та мультиметра.

9. Калібратор та мультиметр приєднати до мережі живлення (якщо це необхідно для мультиметра) для прогріву приладів перед початком калібрування. Час, необхідний для прогріву, може бути різний для різних приладів, але має бути, як правило, не менше 30 хвилин.

10. Калібрування здійснюється при температурі навколишнього середовища від 18°C до 28°C , що відповідає нормальним умовам, при яких калібратори забезпечують характеристики, встановлені виробником. Можна проводити

калібрування при температурах, відмінних від вказаних. Але, у цьому випадку, температура має бути врахована при розрахунку невизначеності калібрування.

11. Відносна вологість повітря не повинна перевищувати 70 %, хоча, в окремих випадках, можна проводити калібрування при вологості повітря до 80 %. (Таку можливість треба уточнювати у настановах з експлуатації калібратора та мультиметра).

12. Перевірити, що калібратор та мультиметр, що живляться від мережі, підключені до неї за допомогою вилки із захисним уземлювальним контактом або окремий уземлювальний контакт приладів з'єднаний з уземлювальним дротом.

13. Перевірити шляхом вимірювання або аналізу характеристик калібратора значення коефіцієнту гармонік змінної напруги та струму живлення, який має бути не більше 1 %. У протилежному випадку потрібно враховувати вплив цього параметру.

14. Здійснити пробне включення мультиметра, що калібрується, згідно з настановою з експлуатації з метою перевірки його правильного функціонування (наприклад, самоперевірка при включенні, перевірка пристрою індикації, тощо).

Попередження: Як у приладах, що калібруються, так і в обладнанні, що використовується при калібруванні, присутні напруги, що є небезпечними для персоналу при проведенні калібрування, настроювання та випробування. Для того, щоб уникнути нещасних випадків, повинні бути вжиті усі заходи для запобігання враження електричним струмом шляхом встановлення суворої послідовності операцій в цій методиці. У будь-якому випадку, слід дотримуватись інструкцій, викладених у настановах з експлуатації, для уникнення ризику ураження.

Як елементарні заходи безпеки пропонується:

- не здійснювати ніяких підключень до затискачів на виході калібратора, коли там наявна електрична напруга. Для цього перед підключенням до затискачів на виході калібратора натиснути кнопку обнуління калібратора (RESET тощо) и перевірити відсутність сигналу на виході (STANDBY тощо);
- використовувати електричні кабелі з відповідною ізоляцією для уникнення її пробою (використовувати кабелі, що випробувані напругою не менше 2000 В промислової частоти);
- використовувати кабелі із затискачами та штекерами, які при підключенні до калібратора та мультиметра не мають неприхованих металевих частин.

Процес калібрування

Можливі послідовності процесу калібрування

Процес калібрування, взагалі, відбувається згідно трьох основних послідовностей [5]:

1. Первинне калібрування - Настроювання - Кінцеве калібрування.
2. Калібрування без настроювання.

3. Настроювання - кінцеве калібрування.

Зазвичай застосовується перша послідовність. Спочатку виконується первинне калібрування і, якщо результати цього калібрування вимагають настроювання приладу, це настроювання виконується з наступним кінцевим калібруванням. У цій послідовності первинне калібрування надає інформацію щодо стану приладу впродовж періоду часу, що пройшов з моменту останнього калібрування. Кінцеве калібрування встановлює, що настроювання виконано правильно та забезпечує простежуваність. У цьому випадку зберігаються протоколи як первинного, так і кінцевого калібрування.

Другу послідовність можна розглядати як один з варіантів першої у випадку, коли виявлені під час калібрування приладу похибки менші встановлених границь.

Третя послідовність застосовується у випадку, коли попередній стан мультиметра, що калібрується, не є важливим, тобто після ремонту, продажу або тривалого зберігання.

Потрібно встановити, залежно від попереднього використання, певні границі похибок, при перевищенні яких виникає потреба в настроюванні приладу або в обмеженні його використання. Встановлюється необхідність настроювання, якщо отримані значення похибок перевищують встановлені границі із врахування невизначеності калібрування. В деяких методиках встановлюється граничне співвідношення між отриманим значенням похибки та невизначеністю калібрування, значення якого знаходиться у границях між 3 та 10, при перевищенні якого виникає потреба у настроюванні. Деякі методики встановлюють границю необхідності настроювання у межах 70 % границі похибки для мультиметрів із роздільною здатністю $3\frac{1}{2}$ або $4\frac{1}{2}$ розрядів та 50 % для приладів із роздільною здатністю $5\frac{1}{2}$ розрядів та кращими (що відповідає границям, встановленим виробником приладів після 1 року їх експлуатації).

Настроювання потрібно виконувати відповідно до настанови з експлуатації виробника у вказаному порядку та по вказаних точках.

Визначення точок калібрування

У нижченаведених таблицях 3.5 вказані точки калібрування, що рекомендовані для проведення калібрування мультиметрів із роздільною здатністю $3\frac{1}{2}$ або $4\frac{1}{2}$ розрядів та із роздільною здатністю $5\frac{1}{2}$ розрядів відповідно. Якщо мультиметр використовується у спеціальних діапазонах вимірювання, можливо та рекомендується встановлювати для нього інші точки калібрування [5].

Нижче приведені пояснення призначені для інтерпретації таблиць. Точки калібрування вказані у відсотках відносно верхньої межі вимірювання діапазону.

Значення 10 % відповідає довільній точці на початку діапазону, значення якої знаходиться у проміжку між 0 % та 10 % верхньої межі вимірювання діапазону для постійних напруги і струму та між 0,5 % до 10 % для змінних. Значення 90 % відповідає довільній точці наприкінці діапазону, значення якої знаходиться у проміжку між 50 % та 99 % верхньої межі вимірювання діапазону.

Для опору значення найменшої точки калібрування можна знизити до 30 %. Але якщо перевіряється лінійність приладу (вимірюються 5 точок у діапазоні), значення 90 % треба розуміти точно.

Значення частоти 50 Гц встановлюється у сенсі перевірки функціонування мультиметра на промисловій частоті, хоча величину частоти можна змінювати від 40 Гц до 60 Гц. Для мультиметрів із роздільною здатністю $5\frac{1}{2}$ розрядів і більше рекомендовано не використовувати значення 50 Гц для уникнення можливої інтерференції із частотою мережі живлення.

Значення частоти 1 кГц є основним для калібрування та може змінюватися від 200 Гц до 1 кГц в залежності до моделі мультиметра, що калібрується.

Значення частоти вище 1 кГц вказані у дужках тому, що кількість частот для калібрування залежить від граничних значень, у межах яких працює той чи інший мультиметр.

Примітка: Для визначення кількості точок калібрування, вказаних у центральній колонці Таблиць 3.5 і 3.6, прийняте припущення, що мультиметр може калібруватися на кількох частотах по змінній напрузі та струму, що дорівнює або більше 1 кГц. Таблиці розроблені відповідно до вимог [5].

Таблиця 3.5 - Точки калібрування для мультиметрів із роздільною здатністю $3\frac{1}{2}$ або $4\frac{1}{2}$ розрядів

<i>Вимірювана величина та діапазон вимірювання</i>	<i>Кількість точок калібрування</i>	<i>Значення величини, % від верхньої границі діапазону вимірювання</i>
Постійна напруга		
Весь діапазон	3	10, 90, -90
В окремому діапазоні	5	10, 50, 90, -50, -90
Постійний струм		
Весь діапазон	1	90
В окремому діапазоні	2	90, -90
В діапазоні від 1 А	2	50, 90
Опір		
Весь діапазон	1	90
В меншому діапазоні	2	0, 90
Змінна напруга		
В діапазоні менше 0,5 В	4	10, 90 при 50Гц, 1 кГц
В діапазоні від 0,5В	2, 3	90 при 50 Гц, 1 кГц, (20) кГц
В окремому діапазоні	4, 6	10 при 50 Гц або 1кГц 90 при 50 Гц, 1кГц (20-100) кГц
Змінний струм		
Весь діапазон	2	90 при 50 Гц та 1 кГц

Таблиця 3.6 - Точки калібрування для мультиметрів із роздільною здатністю 5½ розрядів

<i>Вимірювана величина та діапазон вимірювання</i>	<i>Кількість точок калібрування</i>	<i>Значення величини, % від верхньої границі діапазону вимірювання</i>
Постійна напруга		
Весь діапазон	3	10, 90, -90
В окремому діапазоні	5	10, 50, 90, -50, -90
В діапазоні від 200 В	4	10, 50, 90, -90
Постійний струм		
Весь діапазон	2	10, 90
В окремому діапазоні	3	10, 90, -90
В діапазоні від 1 А	3	10, 50, 90
Опір		
Весь діапазон	2	10, 90
Змінна напруга		
В діапазоні менше 0,5В	4, 6	10, 90 при 50 Гц, 1 кГц, (20) кГц
В діапазоні від 0,5 В	4, 8	10 при 50 Гц, 1 кГц, (20 кГц) 90 при 50 Гц, 1 кГц, (20-50-100) кГц
В окремому діапазоні	5, 10	10 при 50 Гц, 1кГц, (20) кГц 50 при 1 кГц 90 при 50 Гц, 1 кГц (20-50-100-300) кГц
В діапазоні від 200 В	5, 8	10 при 50 Гц, 1 кГц, (20) кГц 50 при 1 кГц, (50) кГц 90 при 50 Гц, 1 кГц, (30) кГц
Змінний струм		
Весь діапазон	3	10 при 1 кГц 90 при 50 Гц, 1 кГц

Підключення та виконання вимірювань

У кожній визначеній точці калібрування виконується по п'ять вимірювань з витримкою у часі для встановлення максимально можливого стабільного значення величини. У разі, коли один раз встановлене значення величини на калібраторі не призводить до зміни показів мультиметра у часі, реєструється одне значення його показів. За незначним винятком, для змінних напруги та струму при калібруванні мультиметрів цього типу зазвичай не спостерігається варіацій його показів, що суттєво спрощує процедуру калібрування. Надалі приведені схеми електричних з'єднань та описані особливості проведення калібрування для окремих величин [5].

Якщо в мультиметрі передбачена можливість зміни початкових умов виконання вимірювань (зміна роздільної здатності, швидкості опитування, двох дротова або чотири дротова схема вимірювання тощо) для калібрування потрібно вибрати, згідно із настановою виробника, найкращі умови (найбільш повільний режим вимірювання із найбільшою роздільною здатністю). Завжди заносити до протоколу та свідоцтва ту конфігурацію мультиметра, яка була встановлена при калібруванні.

Якщо мультиметр використовується за інших початкових умов, при калібруванні потрібно лише перевірити правильне його функціонування у цих режимах.

Примітка: Для уникнення петлі заземлення та електричних завад, що будуть спотворювати результати калібрування, потрібно лише використовувати одну і ту саму точку приєднання до заземлення. Це з'єднання можна реалізувати через загальний рознімач мультиметра (LO), що калібрується при умові, що відповідний рознімач калібратора ізольований від заземлення. Коли мультиметр живиться від батареї або його рознімачі ізольовані від заземлення, можна реалізувати це з'єднання через загальний рознімач калібратора.

Постійна та змінна напруга

Перед початком калібрування по постійній напрузі потрібно встановити нульові покази мультиметра (у мультиметрів з роздільною здатністю $5\frac{1}{2}$ розрядів ця операція виконується автоматично з індикацією цієї процедури "ZERO", "MATHNULL" тощо). У будь-якому разі слід суворо дотримуватись послідовності операцій, вказаних у настанові з експлуатації.

Для решти мультиметрів, які не мають функції автоматичного встановлення нульових показів, перед початком калібрування потрібно закоротити вимірювальні рознімачі мідним дротом та занотувати одержане значення. Надалі, при обробці результатів калібрування, потрібно віднімати це значення від одержаних показів мультиметра. Встановлення нульових показів для змінної напруги виконується іншим чином.

Для проведення калібрування необхідно з'єднати вихід калібратора (HI, LO) із рознімачами мультиметра. Для уникнення похибок, пов'язаних із термоЕРС, які мають великий вплив, особливо при вимірюванні малої напруги, необхідно використовувати з'єднувальні дроти із міді або інших металів з малим значенням термоЕРС у парі з міддю. Не варто використовувати, наприклад, нікельовані дроти.

Для калібрування мультиметрів по напрузі не варто використовувати чотири дротову схему з'єднань оскільки внутрішній опір цифрових мультиметрів становить більше ніж 1 МОм і похибка, пов'язана із падінням напруги на з'єднувальних дротах, є малою у порівнянні зі значеннями невизначеностей для цього типу мультиметрів.

Для калібрування по змінній напрузі з частотою понад 10 кГц потрібно використовувати коаксіальні з'єднувальні дроти, підключаючи внутрішній дріт до рознімача HI, а екран - до рознімача LO.

Постійний та змінний струм

З'єднується струмовий вихід калібратора (HI,LO) рознімачами для вимірювання струму мультиметра. Для струму більше 2 А потрібно використовувати подільник (шунт).

Вимірювання опору

Важлива примітка: деякі мультиметри із роздільною здатністю $5\frac{1}{2}$ або $4\frac{1}{2}$ розрядів з функцією вимірювання опору по чотири дротовій схемі мають опцію встановлення нуля, замикаючи накоротко рознімачі та активуючи функцію

компенсації відхилення від нуля ("zero", "rel" тощо). Реалізацію цієї опції проводити згідно з настановою виробника мультиметра.

Тип схеми з'єднань для калібрування мультиметра по опорі залежить від типу мультиметра (а саме від реалізованої схеми вимірювання опорів з чотирма дротами, або тільки з двома), а також від значення опорів. Існують три типи схем з'єднань, які описані нижче.

а) схема вимірювання опорів з двома дротами без компенсації.

Вихід калібратора (HI, LO) з'єднується із рознімачами мультиметра двома дротами без додавання двох компенсаційних дротів до калібратора. У цьому випадку значення опорів, що вимірюється мультиметром, дорівнює значенню опорів, що заданий калібратором плюс опір двох з'єднувальних дротів та перехідний (контактний) опір.

Ця схема є звичайною схемою з'єднань, яка використовується для калібрування мультиметрів, значення похибки яких не потребує використання інших (більш складних) схем. Ця схема застосовується при вимірюванні опорів, значення якого дорівнює або понад 10 кОм. Для менших значень опорів використовується схема за методом в). Схема за методом с) використовується при калібруванні мультиметрів, які призначені для вимірювання опорів за чотири дротовою схемою.

Для уникнення похибок, пов'язаних із опором з'єднувальних дротів та перехідних контактів, потрібно вжити наступних заходів:

1) Задати на калібраторі значення опорів 0 Ом та записати покази мультиметра.

2) Виконати калібрування мультиметра, враховуючи одержане значення у якості від'ємної поправки. Також можна використати операцію встановлення нуля на самому мультиметрі ("zero", "rel" тощо) для автоматичного врахування цієї поправки.

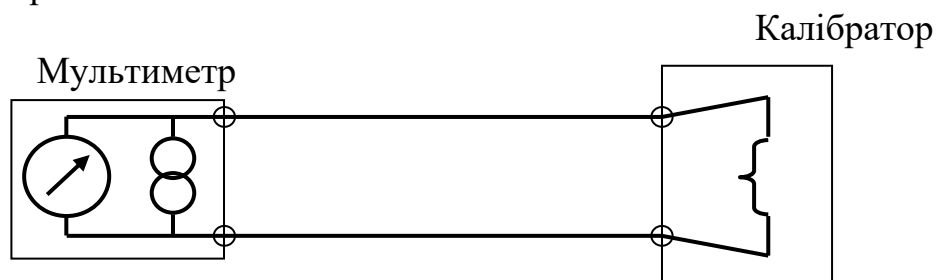


Рисунок 3.6 - Вимірювання опорів двома дротами методом без компенсації

б) схема вимірювання опорів з двома дротами і компенсацією.

Чотирма дротами з'єднується вихід калібратора (HI, LO, HI комп. та LO комп.) з двома рознімачами мультиметра, поєднуючи попарно HI, HI комп. та LO і LO комп., відповідно. При цьому значення опорів, виміряне мультиметром дорівнює значенню опорів, що генерується калібратором, плюс перехідний опір контакту. Ця схема з'єднань рекомендується при калібруванні мультиметрів, що вимірюють опір за методом двох дротів, в тому числі і для значень опорів понад 10 кОм, де застосовується метод а).

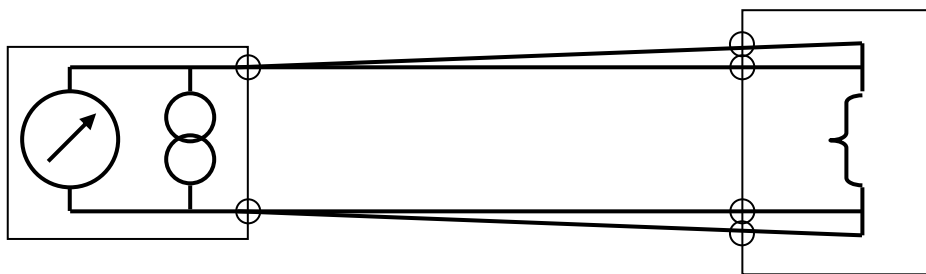


Рисунок 3.7 - Вимірювання опору двох дротовим методом з компенсацією

Для виключення похибок, пов'язаних із перехідним опором, потрібно вжити наступних заходів у два етапи:

1) Встановити на калібраторі значення опору 0 Ом. Подати це значення на вихід калібратора та занотувати покази мультиметра, що калібрується.

2) Провести калібрування мультиметра, віднімаючи від його показів значення, отримані в попередній операції. Також можна активувати та реалізувати спеціальну функцію мультиметра що, калібрується ("zero", "rel"), за допомогою якої ця різниця підраховується автоматично.

3) Рекомендовано приєднати до мультиметра дроти для вимірювання напруги під з'єднувачі для вимірювання струму.

в) схема вимірювання опору з чотирма дротами з компенсацією.

З'єднуються чотирма дротами виходи (HI, LO, HI sense та LO sense) калібратора із чотирма з'єднувачами для вимірювання опору мультиметра, встановлюючи на калібраторі режим вимірювання з чотирма дротами та компенсацією. При цьому значення опору, що вимірюється мультиметром, відповідає значенню опору, що відтворюється калібратором без врахування перехідного опору. Ця схема підключень рекомендується для мультиметрів, в яких реалізована чотири дротова схема вимірювання опору. Якщо мультиметр може реалізувати двох дротову та чотири дротову схеми підключення, для його калібрування достатньо використати більш точну схему, тобто чотири дротову.

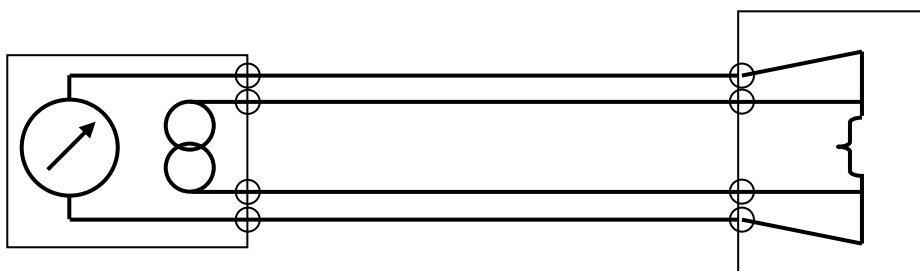


Рисунок 3.8 - Вимірювання опору чотири дротовим методом з компенсацією

Одержання та обробка результатів

Для кожної калібрувальної точки записуються наступні дані [5]:

- величина, що відтворюється калібратором;
- покази мультиметра, що калібрується. Якщо трапляється варіація показів мультиметра, занотовуються п'ять значень та підраховується середнє значення і середньоквадратичне відхилення;
- похибка, визначена для кожної калібрувальної точки (різниця між показами мультиметра та калібратора).

Надалі порівнюються отримані та допустимі значення похибок цифрового мультиметра для визначення необхідності проведення його налаштування згідно з вимогами.

У випадку сумніву щодо одержаного значення, наприклад, якщо одержане значення похибки суттєво перевищує допустиму, калібрування у цій точці повторюється для впевненості у достовірності одержаного результату. Реєстрація даних може бути реалізована вручну або за допомогою комунікатора та протоколу обміну даними типу IEEE, що реалізується в мультиметрі. В останньому випадку потрібно виконати атестацію (валідацію) програмного забезпечення до проведення процедури калібрування та зберегти усі первинні значення параметрів для можливості відтворити реалізований процес автоматичного калібрування.

Результати калібрування

Обчислення невизначеностей

Призначення та підрахунок невизначеностей реалізуються відповідно до критеріїв, визначених у документі EA4-02 [5]. По-перше, визначається рівняння для величини, що вимірюється (або похибка мультиметра, що калібрується, у кожній калібрувальній точці), як функція від значення цієї величини [5].

Визначення похибки e_x отриманих показів мультиметра, що калібрується, для постійної напруги та вимірювання опору за схемою із двома дротами вимагає виконання двох вимірювань. Перше при поданому сигналі від калібратора і друге при коротко замкнених роз'єднувачах мультиметра:

$$e_x = V_{iX} + \delta V_{iX} - (V_{iXO} + \delta V_{iXO}) - (V_S + \delta V_S), \quad (3.51)$$

де V_{iX} - покази мультиметра при поданому сигналі (напруга, опір) від калібратора;

V_{iXO} - покази мультиметра при короткозамкнених роз'єднувачах;

δV_{iX} - поправка, пов'язана з обмеженою роздільною здатністю мультиметра при поданому сигналі;

δV_{iXO} - поправка, пов'язана з обмеженою роздільною здатністю мультиметра при коротко замкнених роз'єднувачах;

V_S - значення сигналу (напруга, опір) від калібратора;

δV_S - поправка, пов'язана із різноманітними ефектами впливу на значення сигналу від калібратора:

$$\delta V_S = \delta V_{SD} + \delta V_{SC} + \delta V_{ST} + \delta V_{SP} + \delta V_{SL} + \delta V_{STc} + \delta V_{SE}, \quad (3.52)$$

де δV_{SD} - поправка, пов'язана із дрейфом показів калібратора з моменту його останнього калібрування;

δV_{SC} - поправка, пов'язана із відхиленням від лінійності калібратора;

δV_{ST} - поправка, пов'язана із відхиленням температури калібрування від нормальної;

δV_{SP} - поправка, пов'язана із коливання напруги живлення;

δV_{SL} - поправка, пов'язана зі зміною навантаження у колах мультиметра;

δV_{STc} - поправка, пов'язана із нестабільністю калібратора;

δV_{SE} - поправка, пов'язана із похибкою калібрування самого калібратора.

Примітка: вираз для похибки e_x мультиметра, що калібрується для реалізації величин (змінні напруга та струм та опір за методом чотирьох дротів), можна отримати спрощенням рівняння (3.1) без урахування складових стосовно показів мультиметра при короткозамкнених роз'єднувачах:

$$e_x = V_X + \delta V_X - (V_S + \delta V_S). \quad (3.53)$$

Визначаємо складові невизначеності.

1. Невизначеність, пов'язана із збіжністю показів мультиметра V_{iX} .

Фіксуються п'ять значень показів за однакових умов проведення вимірювання завжди, коли наявні варіації у показах мультиметра. Якщо покази стабільні у часі, тоді ця складова буде дорівнювати нулю. Обчислюються статистичні оцінки, які характеризують дисперсію одержаних результатів. Зокрема, обчислюються середнє арифметичне показів V_{iX} , середньоквадратичне відхилення окремого показу $s(V_{iX})$ та середньоквадратичне відхилення середнього арифметичного значення показів, яке збігається із стандартною невизначеністю за типом А - $u(V_{iX})$, які співвідносяться так:

$$u(V_{iX}) = \frac{s(V_{iX})}{\sqrt{5}}. \quad (3.54)$$

Одержані покази мультиметра при короткозамкнених роз'єднувачах при калібруванні по постійній напрузі й опору вважаються такими, що не мають варіації, як воно й насправді відбувається на практиці.

2. Невизначеність, пов'язана з еталоном V_S .

Невизначеність калібрування, пов'язана із калібратором має бути показана у свідоцтві про його калібрування для відповідної калібрувальної точки. Зважте, що у свідоцтвах вказані розширені невизначеності (U_{cert} з $k = 2$) і для отримання

значення стандартної невизначеності потрібно вказане значення поділити на 2. У разі, коли калібрувальна точка не співпадає із точками, вказаними у свідоцтві про калібрування еталону, для обчислення стандартної невизначеності беремо найбільше значення розширеної невизначеності калібратора із свідоцтва в потрібному нам діапазоні вимірювання.

3. Роздільна здатність мультиметра, що калібрується δV_{IX} , δV_{IXO} .

В обох випадках, коли береться до уваги максимальна похибка, пов'язана із роздільною здатністю мультиметра у вигляді $\pm 0,5$ одиниці найменшого розряду, невизначеність обчислюється за припущенням рівномірного закону розподілу шляхом ділення значення похибки на $\sqrt{3}$. Значення цієї невизначеності записується у тих самих одиницях, що і вимірювана величина як і в усіх інших складових.

4. Поправки до значення вихідного сигналу калібратора δV_{SD} , δV_{SC} , δV_{ST} , δV_{SP} , δV_{SL} .

З причини неможливості достовірного визначення кожної із вищевказаних поправок, складові невизначеностей, пов'язаних з цими поправками, обчислюються за даними, вказаними у настанові з експлуатації калібратора.

Зазвичай, виробник гарантує, що коли калібратор працює у заданих межах навколишньої температури (наприклад, від 18 °C до 28 °C), при заданому значенні напруги живлення (наприклад, 230 В $\pm$ 10 %), при умові дотримання встановленої періодичності калібрування (наприклад, один рік), відтворювані величини збігаються із показами дисплею калібратора у границях, встановлених виробником. Для обчислення невизначеності, за припущенням рівномірного закону розподілу, вона визначається шляхом ділення значення поправки на $\sqrt{3}$. Можна визначити експериментально значення вищевказаних поправок (наприклад тієї, що пов'язана із фактичним значенням поправки на покази калібратора, значення якої отримане при його останньому калібруванні) та враховувати відповідну невизначеність незалежним чином.

5. Поправка до значення вихідного сигналу калібратора, що обумовлюється похибкою калібрування його самого δV_{SE} .

Наразі існують декілька підходів для врахування поправок до сигналів, що відтворюються калібратором, які вказані у свідоцтві про його калібрування.

Перший, на який є посилання [1], реалізує процедуру внесення відповідних поправок до кожної калібрувальної точки, використовуючи дані свідоцтва про калібрування, що не призводить до збільшення значення невизначеності і такий підхід відповідає даним другого рядка бюджету невизначеностей у пункті 6.

Другий підхід реалізує процедуру розрахунку та встановлення невизначеностей без врахування цієї поправки, та арифметичне додавання абсолютної величини отриманого значення поправки для визначення максимальної границі сумарної невизначеності.

Третій підхід можливий, коли фактичні похибки калібратора менші тих, що встановлені виробником. Тоді можна вважати, що ці похибки враховуються, якщо при призначенні невизначеностей брати за основу похибки, встановлені

виробником, як це описано у пункті 4. Якщо використовується ця можливість, калібрувальна лабораторія повинна впевнитися шляхом вивчення історії послідовних калібрувань, що встановлені з їх результатами значення поправок менші, ніж гарантує виробник і, відповідно, не потрібне настроювання калібратора.

Бюджет невизначеностей

Величина, X_i	Оцінка величини, x_i	Невизначеність ($k=1$), $u(x_i)$	Закон розподілу	Коефіцієнт впливу, c_i	Внесок, $u_i(y)$
$V_{IX}-V_{IX0}$	$V_{IX}-V_{IX0}$	$s(V_{IX})/\sqrt{5}$	нормальний	$c_1= 1,0$	$u_1(y) = s(V_{IX})/\sqrt{5}$
V_s	V_s	U_c/k_c	нормальний	$c_2= -1,0$	$u_2(y) = U_c/k_c$
δV_{IX}	0	$HE/\sqrt{3}$	рівномірний	$c_3= 1,0$	$u_3(y) = HE/\sqrt{3}$
δV_{IX0}	0	$HE/\sqrt{3}$	рівномірний	$c_4= -1,0$	$u_4(y) = HE/\sqrt{3}$
δV_s	поправка з свідоцтва	$PC/\sqrt{3}$	рівномірний	$c_5= -1,0$	$u_5(y) = PC/\sqrt{3}$
e_x	-	-	-	-	$u(e_x)$

Примітка: U_c та k_c - розширена невизначеність та коефіцієнт охоплення зі свідоцтва про калібрування калібратора. HE - значення параметру із настанови з експлуатації. PC - значення поправок зі свідоцтва про калібрування калібратора.

Примітка: Коефіцієнти впливу розраховані як частинні похідні від рівняння по кожній величині, що входить в праву частину рівняння для кожної калібрувальної точки. При використанні зазначеної процедури калібрування ці коефіцієнти завжди приймають значення, що вказані у таблиці та приймаються без урахування їх знаків, тобто:

$$u_i(y) = |c_i| \cdot u(x_i). \quad (3.55)$$

Примітка: При вимірюванні змінних напруги та струму, а також опору чотири дровим методом, складова δV_{IX0} не враховується при розрахунку невизначеностей, оскільки не присутня у рівнянні для e_x .

6. Розрахунок розширеної невизначеності (із коефіцієнтом охоплення $k = 2$). Розглядаючи всі складові рівняння (3.52) як незалежні, можна не враховувати наявність кореляції між ними, застосовуючи формули дисперсійного аналізу [5] та взяти до уваги, що систематичні похибки враховані шляхом внесення поправок до показів (при цьому враховуються поправки калібратора, вказані у свідоцтві про калібрування), розширена невизначеність матиме наступний вигляд:

$$U = k \cdot u(e_x) = k \sqrt{u_1^2(y) + u_2^2(y) + u_3^2(y) + u_4^2(y) + u_5^2(y)}. \quad (3.56)$$

Примітка: Якщо систематичні похибки не враховані шляхом внесення поправок до показів, верхня границя значення невизначеності калібрування дорівнює арифметичній сумі невизначеності, розрахованої за формулою (3.54) та модулю значення поправки з свідоцтва про калібрування калібратора:

$$U' = U + |\delta V_s|. \quad (3.57)$$

В цьому випадку для розрахунку похибки показань мультиметра, що калібрується, значення поправки δV_s приймається таким, що дорівнює нулю.

Для пояснення процедури розрахунків нижче наведені два приклади, в одному з яких розглядається випадок, коли не спостерігається варіацій у показках мультиметра, що калібрується, а в іншому - коли такі варіації мають місце. Практично такі варіації відсутні при калібруванні мультиметрів прийнятної якості з роздільною здатністю $3\frac{1}{2}$ розряди. Такі варіації будуть мати місце при калібруванні мультиметрів з роздільною здатністю $5\frac{1}{2}$ розрядів, коли реалізується калібрування, наприклад, по змінній напрузі.

Розрахунок невизначеностей у випадку, коли не спостерігається варіацій показів мультиметра, що калібрується

Вихідні дані [5].

Реалізується калібрування по постійній напрузі мультиметру цифрового з роздільною здатністю $3\frac{1}{2}$ розряди. Калібрування здійснюється при температурі $(23 \pm 5)^\circ\text{C}$ в метрологічній лабораторії підприємства, що виробляє електронні компоненти. Напруга живлення підтримується у межах $230\text{ В} \pm 10\%$ впродовж всього процесу калібрування.

На початку калібрування виконане встановлення нульових показів замкненням роз'єднувачів на вході мультиметра і отримання показів 0,0 В.

Надалі, з виходу калібратора, на вхід мультиметра подається постійна напруга величиною 100 В за допомогою відповідних кабелів.

Покази мультиметра становлять 100,1 В стабільно, без варіації за виключенням часу перехідного процесу при підключенні калібратора.

У свідоцтві калібратора зазначено, що поправка до показів калібратора у цій точці складає $+0,003\text{ В}$, що призводить до невизначеності калібрування у точці 100 В, що дорівнює $0,002\text{ В}$ (з коефіцієнтом охоплення $k = 2$).

1. Визначення похибки, пов'язаної із цим калібруванням.

Похибка e_x показів мультиметра, що калібрується, дорівнює:

$$e_x = V_{iX100} + \delta V_{iX100} - (V_{iX0} + \delta V_{iX0}) - (V_{S100} + \delta V_S), \quad (3.58)$$

де V_{iX100} - покази мультиметра при поданому сигналі 100 В від калібратора;

V_{iX0} - покази мультиметра при короткозамкнених роз'єднувачах;

δV_{iX100} - поправка, пов'язана із обмеженою роздільною здатністю мультиметра при поданому сигналі 100 В;

δV_{iX0} - поправка, пов'язана із обмеженою роздільною здатністю мультиметра при короткозамкнених роз'єднувачах;

V_{S100} - значення сигналу від калібратора (100 В);

δV_S - поправка, пов'язана із різноманітними ефектами впливу на значення сигналу від калібратора:

$$\delta V_S = \delta V_{SD} + \delta V_{SC} + \delta V_{ST} + \delta V_{SP} + \delta V_{SL} + \delta V_{STc} + \delta V_{S100}, \quad (3.59)$$

де δV_{SD} - поправка, пов'язана із дрейфом показів калібратора з моменту його останнього калібрування;

δV_{SC} - поправка, пов'язана із відхиленням від лінійності калібратора;

δV_{ST} - поправка, пов'язана із відхиленням температури калібрування від нормальної;

δV_{SP} - поправка, пов'язана із коливання напруги живлення;

δV_{SL} - поправка, пов'язана із зміною навантаження у колах мультиметра;

δV_{STc} - поправка, пов'язана із нестабільністю калібратора;

δV_{S100} - поправка, пов'язана із похибкою калібрування самого калібратора на точці 100 В.

2. Визначення складових невизначеності.

2.1 Невизначеність калібрування еталону у точці 100 В V_{S100} .

Невизначеність (розширена) калібрування калібратора складає 0,002 В, (з $k = 2$). Тобто складова невизначеності буде дорівнювати 0,001 В (з $k = 1$).

2.2 Роздільна здатність мультиметра, що калібрується в точках 100 В та 0 В (δV_{iX100} та δV_{iX0}).

В обох випадках, розглядаючи максимальну похибку, що вноситься за внаслідок роздільної здатності мультиметра, можна приписати їй значення, що дорівнює половині значення найменшого розряду індикатору мультиметра, тобто 0,05 В.

2.3 Поправки до вихідного сигналу калібратора δV_{SD} , δV_{SC} , δV_{ST} , δV_{SP} , δV_{SL} δV_{STc} .

З причини неможливості точного визначення кожної з складових невизначеності для конкретного калібратора, ці значення можуть бути оцінені на основі характеристик, що встановлені виробником. Зазвичай, виробник гарантує, що коли калібратор працює у встановлених межах температури (наприклад, від 18 °С до 28 °С), при встановленій напрузі живлення (наприклад, 230 В $\pm$ 10 %), та якщо не вичерпався встановлений термін часу (наприклад, один рік) з моменту останнього калібрування, напруги, що відтворюються калібратором не повинні відрізнятися від тих, що виводяться на індикаторну панель більше, ніж на гранично допустиме значення (наприклад, $\pm$ 0,01 %). Можна провести експериментальне визначення якоїсь з вищевказаних складових невизначеності калібратора (наприклад, дрейфу) та враховувати це значення незалежно від технічних характеристик виробника.

2.4 Поправка, пов'язана із похибкою калібрування самого калібратора δV_{S100}

Наразі існують два можливі способи визначення поправок до напруг, що відтворюються калібратором, вказаних у свідоцтві про калібрування його самого. Перший, згідно [5], враховує у кожній точці такі значення поправок, що вказані у свідоцтві про калібрування, але із протилежним знаком щоб не

збільшувати значення невизначеності. Саме ця процедура застосована при складанні таблиці підрозділу 2.5. За другим способом здійснюється визначення та розрахунок невизначеностей без урахування цих поправок. Але їх абсолютні значення потім арифметично додаються до розрахованих значень розширеної невизначеності для отримання верхньої границі цієї величини.

Бюджет складових невизначеностей

Величина, X_i	Оцінка величини, x_i	Невизначеність ($k=1$), $u(x_i)$	Закон розподілу	Коефіцієнт впливу, c_i	Внесок, $u_i(y)$
$V_{iX}-V_{iX0}$	100,1 В	-	-	-	
V_{S100}	100 В	0,002/2В	нормальний	$c_2 = -1,0$	$u_2(y) = 0,001$ В
δV_{iX}	0,0 В	0,05/ $\sqrt{3}$ В	рівномірний	$c_3 = 1,0$	$u_3(y) = 0,029$ В
δV_{iX0}	0,0 В	0,05/ $\sqrt{3}$ В	рівномірний	$c_4 = -1,0$	$u_4(y) = 0,029$ В
δV_S	-0,003 В	0,01/ $\sqrt{3}$ В	рівномірний	$c_5 = -1,0$	$u_5(y) = 0,0058$ В
e_x	+0,097 В	-	-	-	$u(e_x) = 0,041$ В

Примітка: Коефіцієнти впливу розраховуються як частинні похідні від e_x стосовно кожної величини, що присутні у формулі (3.51) у кожній калібрувальній точці. Завжди, коли застосовується описана процедура калібрування, ці коефіцієнти приймають значення, вказані у таблиці і не впливають на визначення складових невизначеності, приймаючи значення -1 і $+1$, див. формулу (3.9).

3. Розрахунок розширеної невизначеності (з коефіцієнтом охоплення $k = 2$)

Розглядаючи всі складові рівняння (3.56) як незалежні, можна не враховувати наявність кореляції між ними, застосовуючи формули дисперсійного аналізу [5] та взяти до уваги, що систематичні похибки враховані шляхом внесення поправок до показів (при цьому враховуються поправки калібратора, вказані у свідоцтві про калібрування), розширена невизначеність матиме наступний вигляд:

$$U = k \cdot u(e_x) = k \sqrt{u_1^2(y) + u_2^2(y) + u_3^2(y) + u_4^2(y) + u_5^2(y)}, \quad (3.60)$$

$$U = k \cdot u(e_x) = 2 \cdot 0,041 \text{ В} = 0,082 \text{ В}.$$

Примітка: Якщо систематичні похибки не враховані шляхом внесення поправок до показів, верхня границя значення невизначеності калібрування дорівнює арифметичній сумі невизначеності, розрахованої за формулою (3.58) та модулю значення поправки з свідоцтва про калібрування калібратора:

$$U = 0,082 + |\delta V_S| = 0,085 \text{ В}.$$

Для розрахунку похибки показів мультиметра, що калібрується, приймаємо, що поправка δV_S дорівнює нулю, тобто $e_x = +0,1$ В.

4. Запис результату калібрування.

Похибка показів мультиметра, що калібрується, для значення постійної напруги 100 В має вигляд:

$$e_x = (0,097 + 0,082) B, k = 2$$

Вказана невизначеність калібрування відповідає сумарній невизначеності, помноженій на коефіцієнт охоплення $k = 2$, при нормальному законі розподілу з рівнем довіри приблизно 95 %.

Застосовуючи другий спосіб розрахунку, отримаємо наступне значення похибки показів мультиметра:

$$e_x = (0,1 + 0,085) B, k = 2$$

З вищевикладеного аналізу можна оцінити верхню границю невизначеності без врахування поправок за результатами калібрування самого калібратора, коли взяти за основу роздільну здатність мультиметра, що калібрується (± 1 одиниця найменшого розряду значущої цифри показу мультиметра **d**) як внесок, що має арифметично додаватися до кінцевого результату розрахунку невизначеності додаючи, також, абсолютне значення величини δV_s :

$$U = \sqrt{u_1^2(y) + u_4^2(y)} + 1d + |\delta V_s|, \quad (3.61)$$

$$U = 2 \cdot 0,006 B + 1 d + 0,003 B = 0,015 B + 1 d,$$

$$e_x = 0,1B \pm (0,015 B + 1d).$$

Розрахунок невизначеностей у випадку, коли спостерігається варіація показів мультиметра, що калібрується

Вихідні дані [5].

Реалізується калібрування за змінною напругою частотою 10 кГц мультиметра цифрового з роздільною здатністю $5\frac{1}{2}$ розряди. Калібрування здійснюється при температурі $(23 \pm 5) ^\circ\text{C}$ в метрологічній лабораторії підприємства, що виробляє електронні компоненти. Напруга живлення підтримується у межах $230 \text{ В} \pm 10 \%$ впродовж всього процесу калібрування.

На відміну від постійної напруги, для змінної напруги не існує процедури встановлення нульових показів.

Надалі за допомогою калібратора на вхід мультиметра подається змінна напруга величиною 100 В, 10 кГц за допомогою багатофункціонального калібратора, використовуючи відповідні кабелі.

Покази мультиметра становлять: 100,083 В, 100,077 В, 100,079 В, 100,082 В, 100,080 В.

У свідоцтві калібратора зазначено, що поправка до показів калібратора у цій точці відсутня, тобто значення змінної напруги, що відтворюються калібратором, збігаються зі значеннями напруги, що показує індикаторне табло

калібратора. Невизначеність калібрування самого калібратора в точці 100 В при частоті 10 кГц складає 0,012 В (з коефіцієнтом охоплення $k = 2$).

1. Визначення похибки, пов'язаної із цим калібруванням.

Похибка e_x показів мультиметра, що калібрується, дорівнює:

$$e_x = V_{iX100} + \delta V_{iX100} - (V_{S100} + \delta V_S), \quad (3.62)$$

де V_{iX100} - покази мультиметра при поданому сигналі 100 В, 10 кГц від калібратора;

δV_{iX100} - поправка, пов'язана із обмеженою роздільною здатністю мультиметра при поданому сигналі 100 В;

V_{S100} - значення сигналу від калібратора (100 В, 10 кГц);

δV_S - поправка, пов'язана із різноманітними ефектами впливу на значення сигналу від калібратора такими, як і в вищевказаному прикладі.

2. Визначення складових невизначеності.

2.1 Невизначеність обумовлена збіжністю показів мультиметра, що калібрується V_{iX100} .

Покази фіксуються при незмінних зовнішніх умовах виконання вимірювань.

Розраховуються статистичні оцінки, які характеризують розсіювання отриманих результатів вимірювання:

- Середнє арифметичне значення величини напруги $V_{iX100} = 100,080 \text{ В}$.

Середнє квадратичне відхилення $s(V_{iX100}) = 0,024 \text{ В}$.

- Середнє квадратичне відхилення середнього значення:

$$u(V_{iX100}) = \frac{s(V_{iX100})}{\sqrt{5}} = 0,001 \text{ В}$$

2.2 Невизначеність калібрування еталону V_{S100} у точці 100 В, 10 кГц.

Невизначеність (розширена) калібрування калібратора складає 0,012 В, (з $k = 2$). Тобто складова невизначеності буде дорівнювати 0,006 В (з $k = 1$).

2.3 Роздільна здатність мультиметра, що калібрується δV_{iX100} в точках 100 В, 10 кГц.

Розглядаючи максимальну похибку, що вноситься внаслідок роздільної здатності мультиметра, можна приписати їй значення, що дорівнює половині значення найменшого розряду індикатору мультиметра, тобто 0,0005 В.

2.4 Поправки до вихідного сигналу калібратора δV_S . З причини неможливості точного визначення кожної з складових невизначеності для конкретного калібратора, ці значення можуть бути оцінені на основі характеристик, що встановлені виробником. Зазвичай, виробник гарантує, що коли калібратор працює у встановлених межах температури (наприклад, від 18 °С до 28 °С), при встановленій напрузі живлення (наприклад, 230 В $\pm$ 10 %), та якщо не вичерпався встановлений термін часу (наприклад, один рік) з моменту останнього калібрування, напруги, що відтворюються калібратором не повинні

відрізнятися від тих, що виводяться на індикаторну панель більше, ніж на гранично допустиме значення (наприклад, $\pm 0,04 \% = \pm 0,04 \text{ В}$ для частоти 10 кГц). Можна провести експериментальне визначення якоїсь з вищевказаних складових невизначеності калібратора (наприклад, дрейфу) та враховувати це значення незалежно від технічних характеристик виробника.

Примітка: Оскільки не існує поправки, вказаної у свідоцтві про калібрування калібратора, приймаємо значення δV_S , що дорівнює нулю.

Бюджет складових невизначеностей

Величина, X_i	Оцінка величини, x_i	Невизначеність ($k=1$), $u(x_i)$	Закон розподілу	Коефіцієнт впливу, c_i	Внесок, $u_i(y)$
V_{iX100}	100,080 В	0,001 В	нормальний	$c_1 = -1,0$	$u_1(y) = 0,001 \text{ В}$
V_{s100}	100,000 В	0,012/2 В	нормальний	$c_2 = -1,0$	$u_2(y) = 0,006 \text{ В}$
δV_{iX100}	0,0 В	0,0005/ $\sqrt{3}$ В	рівномірний	$c_3 = 1,0$	$u_3(y) = 0,00029 \text{ В}$
δV_S	0,0 В	0,040/ $\sqrt{3}$ В	рівномірний	$c_5 = -1,0$	$u_4(y) = 0,023 \text{ В}$
e_x	+0,080 В	-	-	-	$u(e_x) = 0,024 \text{ В}$

Примітка: Тут можуть застосовуватися припущення, аналогічні наведеним у попередньому прикладі. У випадку, коли внесок невизначеності, пов'язаної із збіжністю результатів вимірювання, набагато більший, ніж решта складових невизначеностей, треба узяти до уваги розрахунки, наведені у Додатку Е настанови EAL-R2 стосовно ступенів свободи. У практиці калібрувань ці розрахунки, як правило, не застосовуються.

3. Розрухунок розширеної невизначеності (з коефіцієнтом охоплення $k = 2$)

Розглядаючи всі складові рівняння (3.1) як незалежні, можна не враховувати наявність кореляції між ними, застосовуючи формули дисперсійного аналізу [5] та взяти до уваги, що систематичні похибки враховані шляхом внесення поправок до показів (при цьому враховуються поправки калібратора, вказані у свідоцтві про калібрування), розширена невизначеність матиме наступний вигляд:

$$U = k \cdot u(e_x) = k \sqrt{u_1^2(y) + u_2^2(y) + u_3^2(y) + u_4^2(y)}, \quad (3.63)$$

$$U = k \cdot u(e_x) = 2 \cdot 0,024 \text{ В} = 0,048 \text{ В}.$$

Вказана невизначеність калібрування відповідає сумарній невизначеності, помноженій на коефіцієнт охоплення $k = 2$, при нормальному законі розподілу з рівнем довіри приблизно 95 %.

Примітка: У цьому прикладі складові невизначеності, обумовлені збіжністю показів та роздільною здатністю мультиметра, що калібрується є малими у порівнянні із рештою складових, тому ми отримаємо той самий результат, якщо взагалі не будемо брати їх до уваги.

Представлення результатів

Потрібно буде встановити, з точки зору подальшої експлуатації мультиметра, певні допустимі границі, починаючи з яких буде необхідно буде проводити настроювання мультиметра або встановлювати обмеження його подальшого застосування. Настроювання повинне проводитися, коли отримане значення відхилення виявиться більшим, ніж встановлені границі, зменшені на величину невизначеності калібрування [5].

По закінченню калібрування, включаючи і необхідні настроювання, необхідно буде визначити похибки остаточного калібрування для кожної калібрувальної точки. Потрібно буде визначити, що якщо ці похибки за своїм значенням менші встановлених допустимих границь, зменшених на величину невизначеності калібрування, то мультиметр придатний для подальшого застосування за своїм призначенням. Якщо ці похибки більше встановлених границь, то мультиметр підлягатиме ремонту або має прийматися рішення щодо його подальшого застосування із збільшеними допустимими границями похибки.

Обґрунтований проміжок часу до наступного калібрування таких приладів може коливатися від 3 до 12 місяців. При цьому призначена періодичність калібрування, в основному, буде залежати від підтверджених технічних характеристик мультиметра (наприклад, стабільності показів), умов його експлуатації та встановлених допустимих границь похибки.

Користувач приладів завжди буде відповідальним за призначення міжкалібрувального інтервалу часу та його коригування, якщо необхідно, враховуючи, наприклад, результати попередніх калібрувань і встановлених при цьому допустимих границь похибок.

ТЕМА 5. НЕВИЗНАЧЕНІСТЬ РЕЗУЛЬТАТІВ ДИНАМІЧНИХ ВИМІРЮВАНЬ

Приклад оцінювання динамічної невизначеності при вимірюванні віброприскорення

При вимірювання вібропараметрів працюючих механізмів діючі на основу акселерометра механічні коливання призводять до того, що на п'єзоелемент діє динамічна сила, яка дорівнює добутку прискорення сейсмічної маси на відповідну масу. П'єзоелементи генерують електричний заряд, пропорційний діючій на нього динамічній силі. Сейсмічні маси акселерометра практично не змінюються, що значить, що електричний заряд, який виникає на електродах п'єзоелементів, пропорційний прискоренню цих сам. Оскільки амплітуда і фаза прискорення сейсмічних мас в широкому частотному діапазоні ідентичні амплітуді та фазі прискорення основи акселерометра, то загальний електричний заряд, який віддається останнім, пропорційний прискоренню його основи в, відповідно, прискоренню механічних коливань поверхні об'єкту, на якому закріплений акселерометр.

Диференціальне рівняння, що описує динамічний взаємозв'язок вихідної і вхідної величин вимірювального каналу віброприскорення має вигляд [1]:

$$m \frac{d^2 X_s(t)}{dt^2} + c \frac{dX_s(t)}{dt} + k \cdot X_s(t) = F(t), \quad (5.28)$$

де $F(t) = F_0 \cdot \sin(\omega_0 \cdot t)$ - гармонічна вимушена сила коливань поверхні об'єкту (вхідна величина);

F_0 - амплітуда сили;

ω_0 - кутова частота вимушеної сили;

$X_s(t)$ - механічні коливання інерційної маси;

m - маса акселерометра;

c - параметр демпфування;

k - еквівалентна жорсткість п'єзоелементів.

Запишемо диференційне рівняння (5.1) в загальноприйнятому вигляді:

$$\frac{d^2 X_s(t)}{dt^2} + 2 \cdot h \cdot \frac{dX_s(t)}{dt} + h_{kp}^2 \cdot X_s(t) = \frac{F_0 \cdot \sin(\omega_0 \cdot t)}{m}, \quad (5.29)$$

де $h = \frac{c}{2 \cdot m}$ - коефіцієнт демпфування;

$h_{kp} = \sqrt{\frac{k}{m}}$ - критичне значення коефіцієнту демпфування.

Передатна функція даного засобу вимірювання буде мати вигляд:

$$S(p) = \frac{K_{\text{вк}}}{m \cdot (p^2 + 2 \cdot h \cdot p + h_{\text{кр}}^2)}, \quad (5.30)$$

де $K_{\text{вк}}$ - коефіцієнт пропорційності вимірювального каналу віброприскорення;

Перейшовши до частотної області і відокремивши дійсну та уявну частини, отримаємо наступний вираз модуля частотної характеристики:

$$|S(j\omega)| = \frac{K_{\text{вк}}}{m \cdot \left| (j\omega)^2 + 2 \cdot h \cdot (j\omega) + h_{\text{кр}}^2 \right|}. \quad (5.31)$$

Вхідний сигнал $F(t) = F_0 \cdot \sin(\omega_0 \cdot t)$ має наступне зображення за Лапласом:

$$X(j\omega) = \frac{F_0 \cdot \omega_0}{\omega_0^2 + (j\omega)^2}, \quad (5.32)$$

де ω_0 - циклічна частота вхідного сигналу, яка для електродвигуна, що працює на частоті 50 Гц, дорівнює 314 рад/с.

Підставивши вирази (5.31) та (5.10) в вираз отримаємо:

$$u_D = \sqrt{\frac{1}{2 \cdot \pi} \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} \left| \frac{K_{\text{вк}}}{m \cdot \left| (j\omega)^2 + 2 \cdot h \cdot (j\omega) + h_{\text{кр}}^2 \right|} \right|^2 \cdot \left| \frac{F_0 \cdot \omega_0}{\omega_0^2 + (j\omega)^2} \right|^2 d\omega}. \quad (5.33)$$

Для знаходження динамічної невизначеності підкореневий інтеграл можна подати у вигляді:

$$I_n = \frac{1}{2 \cdot \pi} \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{G(j\omega)}{K(j\omega) \cdot K(-j\omega)} d\omega, \quad (5.34)$$

де $K(j\omega) = a_0 \cdot (j\omega)^n + a_1 \cdot (j\omega)^{n-1} + \dots + a_n$;

$G(j\omega) = b_0 \cdot (j\omega)^{2n-2} + b_1 \cdot (j\omega)^{2n-4} + \dots + b_{n-1}$

Для $n = 1$

$$I_1 = \frac{1}{2 \cdot \pi} \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{b_0}{|a_0 \cdot j\omega + a_1|^2} d\omega = \frac{b_0}{2 \cdot a_0 \cdot a_1}. \quad (5.35)$$

Для $n = 2$

$$I_2 = \frac{1}{2 \cdot \pi} \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{b_0 \cdot (j\omega)^2 + b_1}{\left| a_0 \cdot (j\omega)^2 + a_1 \cdot j\omega + a_1 \right|^2} d\omega = \frac{-b_0 + \frac{a_0 \cdot b_1}{a_2}}{2 \cdot a_0 \cdot a_1}. \quad (5.36)$$

Для $n = 3$

$$I_3 = \frac{1}{2 \cdot \pi} \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{b_0 \cdot (j\omega)^4 + b_1 \cdot (j\omega)^2 + b_2}{\left| a_0 \cdot (j\omega)^3 + a_1 \cdot (j\omega)^2 + a_2 \cdot j\omega + a_3 \right|^2} d\omega =$$

$$\frac{-a_2 \cdot b_0 + a_0 \cdot b - \frac{a_0 \cdot a_1 \cdot b_2}{a_3}}{2 \cdot a_0 \cdot (a_0 \cdot a_3 - a_1 \cdot a_2)}. \quad (5.37)$$

Для $n = 4$

$$I_4 = \frac{1}{2 \cdot \pi} \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{b_1 \cdot (j\omega)^6 + b_1 \cdot (j\omega)^4 + b_2 \cdot (j\omega)^2 + b_3}{\left| a_0 \cdot (j\omega)^4 + a_1 \cdot (j\omega)^3 + a_2 \cdot (j\omega)^2 + a_3 \cdot j\omega + a_4 \right|^2} d\omega =$$

$$\frac{b_0 \cdot (-a_1 \cdot a_4 + a_2 \cdot a_3) - a_0 \cdot a_3 \cdot b_1 + a_0 \cdot a_1 \cdot b_2 + \frac{a_0 \cdot b_3}{a_4} \cdot (a_0 \cdot a_3 - a_1 \cdot a_2)}{2 \cdot a_0 \cdot (a_0 \cdot a_3^2 + a_1^2 \cdot a_4 - a_1 \cdot a_2 \cdot a_3)}, \quad (5.38)$$

де $b_0 = 0, b_1 = 0, b_2 = 0, b_3 = \frac{K_{\text{вк}}^2 \cdot F_0^2 \cdot \omega_0^2}{m^2}$ - коефіцієнти чисельника;

$a_0 = 1, a_1 = -2 \cdot h, a_2 = h_k^2 + \omega_0^2, a_3 = 2 \cdot h \cdot \omega_0^2, a_4 = \omega_0^2 \cdot h_k^2$ - коефіцієнти знаменника

$$-\omega_0^2 \cdot \omega^2 + \omega^4 + 2 \cdot i \cdot h \cdot \omega \cdot \omega_0^2 - 2 \cdot i \cdot h \cdot \omega^3 + h k^2 \cdot \omega_0^2 - \omega^2 \cdot h k^2 \text{ coeffs, } \omega \rightarrow \begin{pmatrix} h k^2 \cdot \omega_0^2 \\ 2 \cdot i \cdot h \cdot \omega_0^2 \\ -\omega_0^2 - h k^2 \\ -2 \cdot i \cdot h \\ 1 \end{pmatrix}$$

Підставляючи у праву частину виразу (5.38) значення вказаних коефіцієнтів та їх числові значення і взявши з них квадратний корінь, отримаємо чисельний розв'язок динамічної невизначеності (5.33), яке складає $0,02 \frac{M}{c^2}$.

Для наочного відображення динамічної невизначеності вимірювання віброприскорення розраховуємо відносну динамічну невизначеність за формулою:

$$\tilde{u}_D = \frac{u_D}{\bar{X}} \cdot 100\% = 5,71\%,$$

де $\bar{X} = 0,35 \frac{M}{c^2}$ - оцінка вхідного сигналу віброприскорення.

Приклад оцінювання динамічної невизначеності при вимірюванні динамічного моменту роторних систем

Диференційне рівняння, що описує динамічний взаємозв'язок вихідної і вхідної величини при роботі ЗВ динамічного моменту роторних систем (РС) має вигляд [1]:

$$\frac{d^2\varphi(t)}{dt^2} + 2 \cdot \nu \cdot \omega_p \cdot \frac{d\varphi(t)}{dt} + \omega_p^2 \cdot \varphi(t) = \frac{M_c(t)}{J_c}, \quad (5.39)$$

де J_c - сумарний момент інерції статора РС та рухомої частини вимірювального перетворювача ЗВТ;

$\nu = \frac{P}{2 \cdot \sqrt{J_c \cdot C}}$ - ступінь заспокоєння вільних коливань ЗВТ;

$\omega_p = \sqrt{\frac{C}{J_c}}$ - власна частота вільних (недемпфованих) коливань

вимірювального перетворювача ЗВТ;

C - жорсткість сенсора зусилля;

P - коефіцієнт заспокоєння.

Передатна функція ЗВ динамічного моменту описується наступним виразом:

$$S(p) = \frac{K}{p^2 + 2 \cdot \nu \cdot \omega_p \cdot p + \omega_p^2}, \quad (5.40)$$

де $K = \frac{g \cdot K_1}{J_c \cdot \omega_p^2}$ - коефіцієнт пропорційності ЗВ динамічного моменту;

g - прискорення вільного падіння;

K_1 - стала тензорезистивного перетворювача.

Перейшовши до частотної області та відокремивши дійсну і уявну частину, а також провівши відповідні математичні перетворення, отримаємо наступні вирази для частотної характеристики ЗВ динамічного моменту і квадрату модуля частотної характеристики, відповідно:

$$S(j\omega) = \frac{K}{-\omega^2 + j \cdot 2 \cdot \nu \cdot \omega_p \cdot \omega + \omega_p^2}; \quad (5.41)$$

$$|S(j\omega)|^2 = \frac{K^2 \cdot (\omega^4 + 4 \cdot \nu^2 \cdot \omega^2 \cdot \omega_p^2 - 2 \cdot \omega^2 \cdot \omega_p^2 + \omega^4)}{\omega^8 + 4 \cdot \omega^6 \cdot \omega_p^2 \cdot (2 \cdot \nu^2 - 1) + 2 \cdot \omega^4 \cdot \omega_p^4 \cdot (3 - 8 \cdot \nu^2) + 8 \cdot \nu^2 \cdot \omega^2 \cdot \omega_p^4 \cdot (2 \cdot \nu^2 \cdot \omega^2 + \omega_p^2) - 4 \cdot \omega^2 \cdot \omega_p^6 + \omega_p^8}. \quad (5.42)$$

Вихідний сигнал (права частина диференційного рівняння (5.39) на основі апріорної інформації отриманої під час досліджень характеристик зміни динамічного моменту ЗС можна описати математичною моделлю:

$$M_c(t) = M_k \cdot e^{-v \cdot \omega_0 \cdot t}, \quad (5.43)$$

де M_k - значення обертального моменту на початку знеструмлення статора РС;

ω_0 - циклічна частота вхідного сигналу.

Передатна функція вхідного сигналу (5.43) має вигляд:

$$X(p) = \frac{M_k}{p + v \cdot \omega_0}. \quad (5.44)$$

Перейшовши до частотної області, спектральна функція вхідного сигналу має наступне зображення:

$$X(j\omega) = \frac{M_k}{j\omega + v \cdot \omega_0}. \quad (5.45)$$

Квадрат модуля спектральної функції вхідного сигналу після відокремлення дійсної і уявної частини та проведення відповідних математичних перетворень описується наступним виразом:

$$|X(j\omega)|^2 = \frac{M_k^2 \cdot (\omega^2 + v^2 \cdot \omega_0^2)}{\omega^4 + 2 \cdot v^2 \cdot \omega^2 \cdot \omega_0^2 + v^4 \cdot \omega_0^4}. \quad (5.46)$$

Підставляючи отримані вирази квадрату модуля спектральної функції вхідного сигналу (5.46) і квадрату модуля частотної характеристики ЗВ динамічного моменту (5.42) у вираз вираження динамічної невизначеності (5.10), отримаємо вираз, яким описується динамічна невизначеність ЗВ динамічного моменту в частотній області від нуля до нескінченності:

$$u_D = \left(\frac{1}{2\pi} \int_0^\infty \frac{M_k^2 \cdot (\omega^2 + v^2 \cdot \omega_0^2)}{\omega^4 + 2 \cdot v^2 \cdot \omega^2 \cdot \omega_0^2 + v^4 \cdot \omega_0^4} d\omega \right)^{1/2} \times \left(\int_0^\infty \frac{K^2 \cdot (\omega^4 + 4 \cdot v^2 \cdot \omega^2 \cdot \omega_p^2 - 2 \cdot \omega^2 \cdot \omega_p^2 + \omega^4)}{\omega^8 + 4 \cdot \omega^6 \cdot \omega_p^2 \cdot (2 \cdot v^2 - 1) + 2 \cdot \omega^4 \cdot \omega_p^4 \cdot (3 - 8 \cdot v^2) + 8 \cdot v^2 \cdot \omega^2 \cdot \omega_p^4 \cdot (2 \cdot v^2 \cdot \omega^2 + \omega_p^2) - 4 \cdot \omega^2 \cdot \omega_p^6 + \omega_p^8} d\omega \right)^{1/2} \quad (5.47)$$

Оскільки методика виконання вимірювання динамічного моменту РС полягає у знеструмленні статора РС після його виходу на номінальний режим роботи і подальшому вимірюванні динамічного моменту в режимі

самогальмування, при цьому частота обертання змінюється від номінального значення 50 Гц до повної зупинки ротора, тому досліджується зміна характеристики динамічної невизначеності на початку вимірювань (на верхній границі вимірювання) динамічного моменту при номінальній частоті 50 Гц і на нижній границі вимірювання динамічного моменту при зменшенні частоти вхідного сигналу до 1 Гц в частотній області від 0 до 20 кГц. При наступних вхідних даних: $g = 9.81 \frac{m}{c^2}$, $K_1 = 489.89 \text{ Н}$, $J_c = 0.02 \text{ Н} \cdot \text{м}^2$, $M_k = 8 \text{ Н} \cdot \text{м}$,

$C = 3000 \text{ Н} \cdot \text{м} / \text{град}$, $P = 0,75 \text{ Н} \cdot \text{м} \cdot \text{с} / \text{град}$ отримано характеристики зміни

динамічної невизначеності при вимірюванні динамічного моменту в діапазоні від 8 до 0,5 Н·м на номінальній частоті обертання ротора 50 Гц (рис.5.1) та на номінальній частоті обертання робота 1 Гц (рис.5.2).

$U_d \cdot 10^{-4} \text{ Нм}$

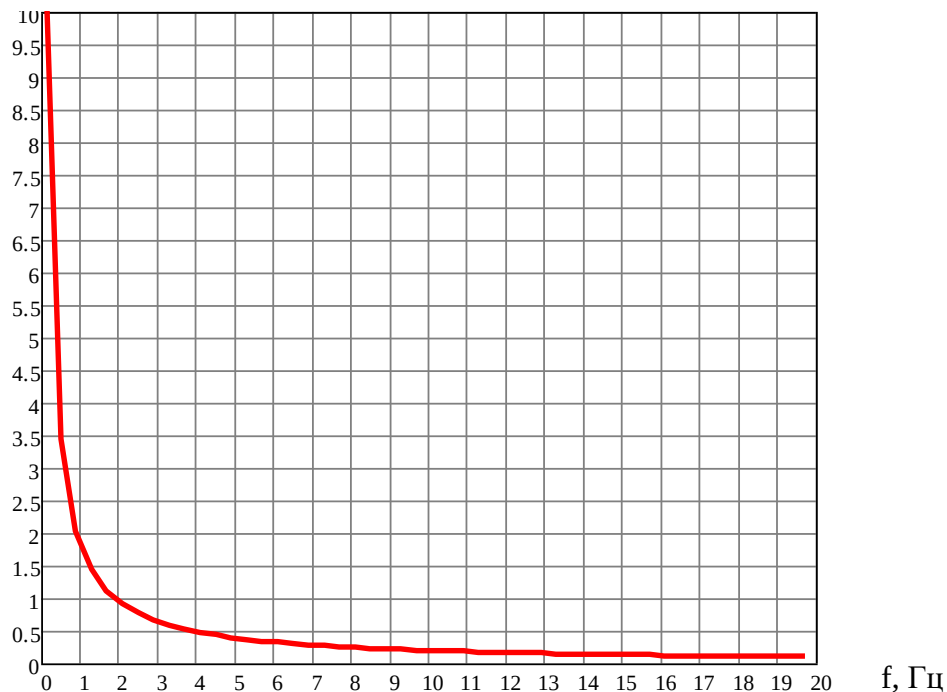


Рисунок 5.1 - Характеристика зміни динамічної невизначеності ЗВ динамічного моменту РС при номінальній частоті вхідного сигналу 50 Гц в частотній області від 0 до 20 кГц [1]

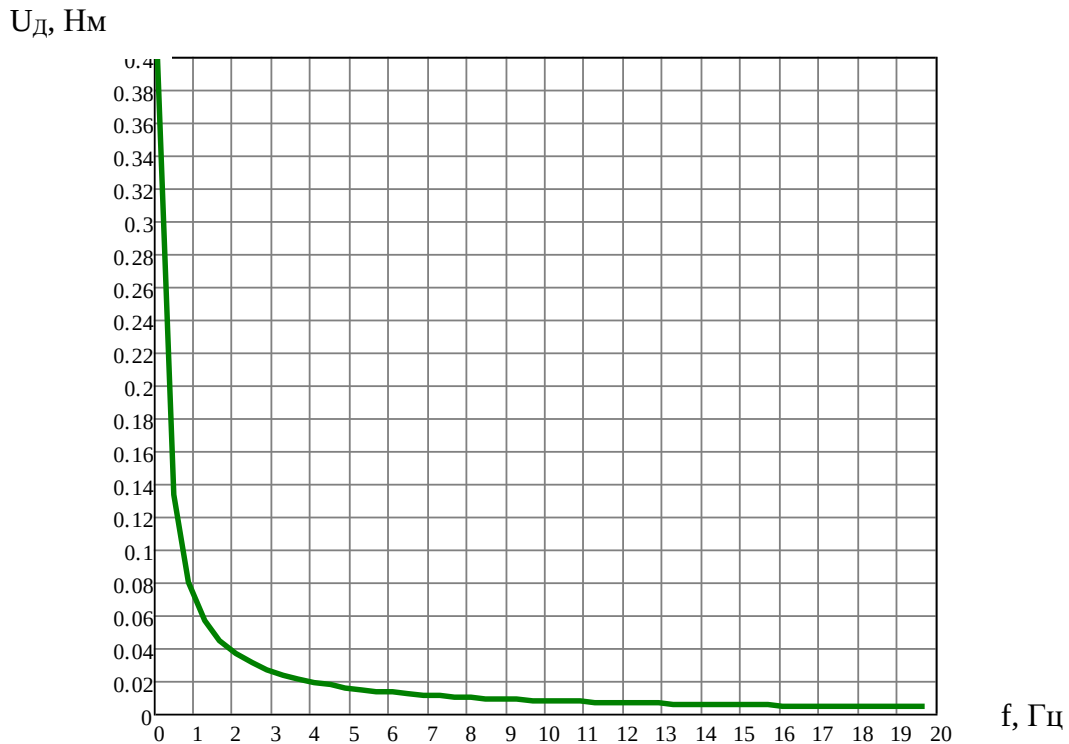


Рисунок 5.2 - Характеристика зміни динамічної невизначеності ЗВ динамічного моменту РС при номінальній частоті вхідного сигналу 50 Гц в частотній області від 0 до 20 кГц [1]

Як видно із рис.5.1, 5.2 максимальне значення динамічної невизначеності ЗВ динамічного моменту РС в діапазоні зміни динамічного моменту від 8 до 0,5 Н·м на номінальній частоті обертання РС 50 Гц не перевищує $1,2 \cdot 10^{-3}$ Н·м (рис.5.1), а на мінімальній частоті обертання ротора - $u_d = 0,43$ Н·м. Отже, за нормоване значення динамічної невизначеності необхідно взяти максимальне (найбільше) значення динамічної невизначеності, яке проявляється на нижній границі вимірювання динамічного моменту при мінімальній частоті обертання РС. З отриманих результатів оцінки динамічної невизначеності при вимірюванні динамічного моменту можна зробити висновок, що приведена відносна динамічна невизначеність ЗВ динамічного моменту не перевищує 5,4 % в діапазоні вимірювання від 8 до 0,5 Н·м.

Для дослідження характеристик зміни динамічної невизначеності ЗВ динамічного моменту РС при вимірюванні динамічного моменту в діапазоні зміни від 30 до 2 Н·м ($M_k = 30$ Н·м) побудовано залежності невизначеностей в частотній області до 20 кГц на номінальній частоті обертання РС 50 Гц (рис.5.3) та при мінімальній частоті обертання РС 1 Гц (рис.5.4).

$U_d \cdot 10^{-3} \text{ Нм}$

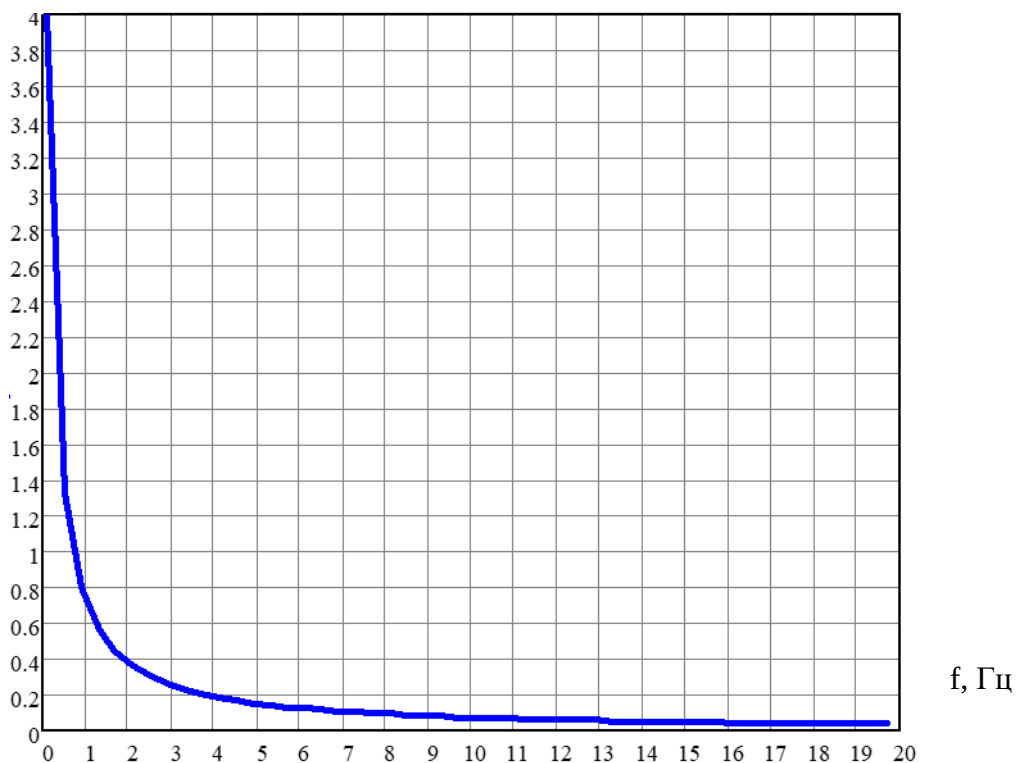


Рисунок 5.3 - Характеристика зміни динамічної невизначеності 3В динамічного моменту РС при зміні динамічного моменту від 30 до 0,5 Н·м на номінальній частоті РС 50 Гц в частотній області від 0 до 20 кГц [1]

$U_d, \text{ Нм}$

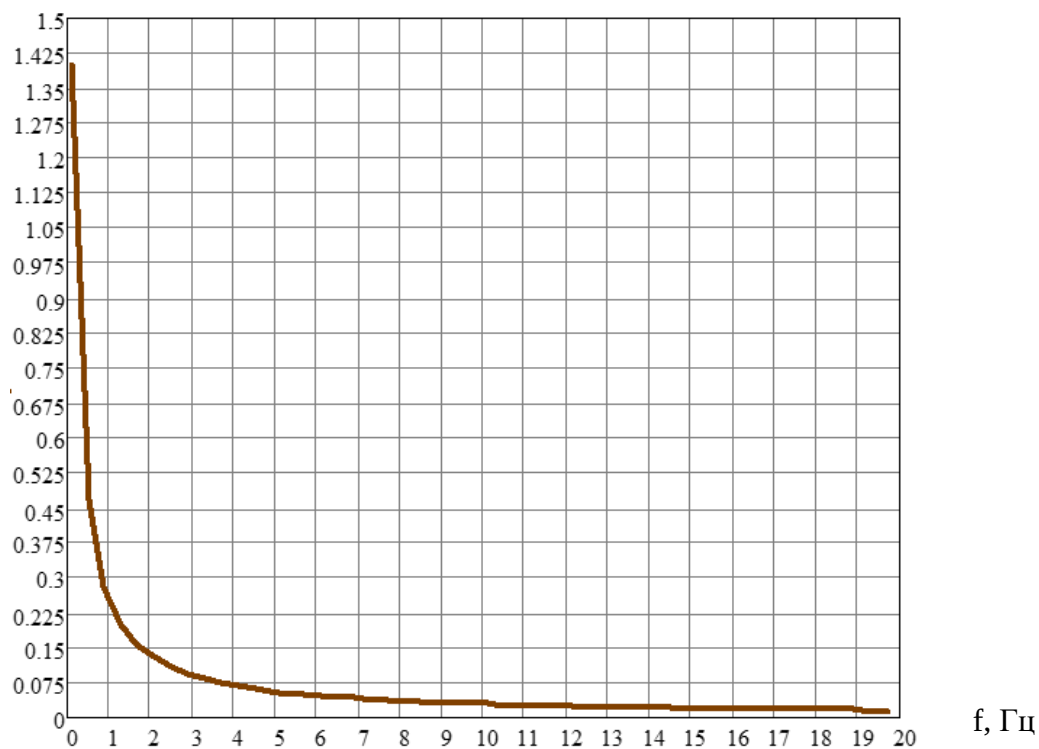


Рисунок 5.4 - Характеристика зміни динамічної невизначеності 3В динамічного моменту РС при зміні динамічного моменту від 30 до 0,5 Н·м на номінальній частоті РС 1 Гц в частотній області до 20 кГц [1]

Як видно із рис.5.3, 5.4, максимальне значення динамічної невизначеності ЗВ динамічного моменту РС в діапазоні зміни динамічного моменту від 30 до 2 Н·м на номінальній частоті обертання РС 50 Гц не перевищує $4,5 \cdot 10^{-3}$ Н·м (рис.5.3), а при мінімальній частоті обертання ротора, максимальна динамічна невизначеність ЗВ не перевищує 1,6 Н·м (рис.5.4). За нормоване значення динамічної невизначеності ЗВ динамічного моменту в діапазоні зміни від 30 до 2 Н·м слід взяти максимальне значення, яке проявляється на нижній границі вимірювання динамічного моменту при мінімальній частоті обертання роторної системи.

Отримані результати оцінювання динамічної невизначеності ЗВ динамічного моменту в діапазоні вимірювання від 30 до 2 Н·м показують, що приведена відносна динамічна невизначеність не перевищує 5,3 %.

ТЕМА 6 НЕВИЗНАЧЕНІСТЬ ВИМІРЮВАНЬ ПРИ ВІДБОРІ ПРОБ

6.1 Відбір проб як частина процесу вимірювання

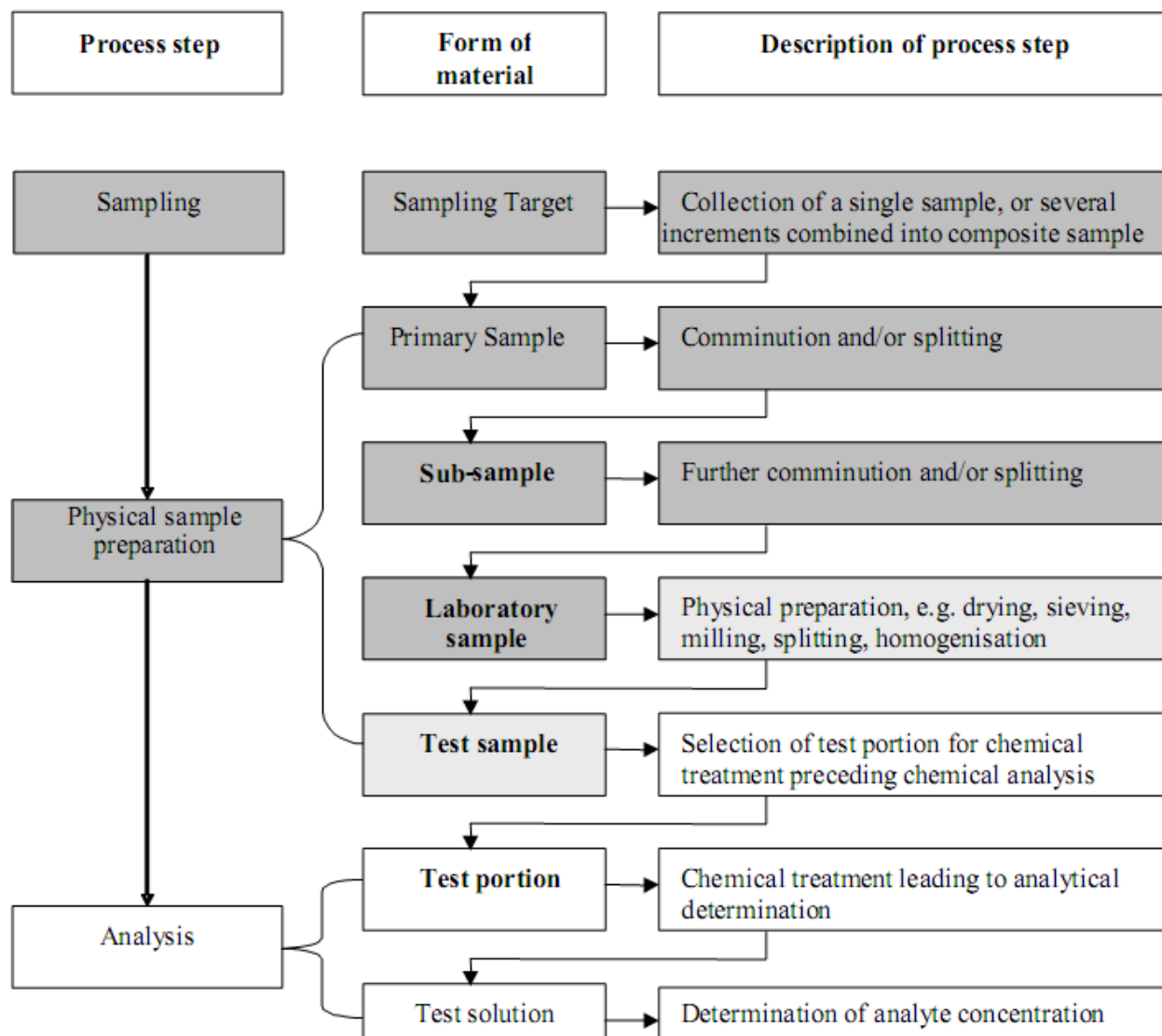


Рисунок 6.5 - Схема типового процесу вимірювання [15]

Цільовим об'єктом відбору проби є частина матеріалу станом на певний момент або проміжок часу, яку має становити проба (і, отже, результат вимірювання) [15]. Цільовий об'єкт має бути визначений до складання плану відбору проби. Він може бути встановлений у документах - як, наприклад, партія, серія або відправлений/отриманий вантаж. Якщо мають бути визначені деякі властивості або характеристики матеріалу (наприклад, концентрація аналіту) в певному місці або в певний період часу, його можна вважати цільовим об'єктом. Коли потрібно дослідити склад усієї партії (наприклад, продуктів харчування), то цільовим об'єктом є вся партія. Якщо потрібно дослідити зміну концентрації в просторі (або в часі), наприклад, для виявлення локальних плям максимального забруднення матеріалу, то кожне місце, де потрібно виміряти концентрацію, буде окремим цільовим об'єктом. Для кожного окремого цільового об'єкта буде

представлено, зрештою, один результат вимірювання з одним значенням невизначеності.

Первинні проби часто складаються з деякої кількості інкрементів, які об'єднують у складову пробу перед виконанням вимірювання. Встановити потрібно невизначеність для згаданого вище єдиного вимірюного значення, отриманого на зазначеній складеній пробі, і ця невизначеність зумовлена всіма необхідними підготовчими етапами. На значення цієї невизначеності в багатьох випадках впливатиме кількість відібраних інкрементів. Не потрібно плутати це з випадком, коли з різних частин цільового об'єкта відбирають кілька (n) різних первинних проб і аналізують їх окремо. Якщо склад цільового об'єкта розраховують як середнє з результатів цих окремих вимірювань, то невизначеність обчислюють через стандартне відхилення середнього значення $\frac{s}{\sqrt{n}}$. Це не те саме, що невизначеність одного виміру, оцінка якого буде детально

розглянуто далі.

Процес вимірювання (рис.6.5) зазвичай починається з відбору первинної проби з цільового об'єкта. Перед проведенням аналізу отримана проба проходить через один або кілька послідовних етапів. Усі ці етапи дають внесок у невизначеність остаточного вимірюного значення, яке є шуканим значенням вмісту аналіту (значенням вимірюваної величини або дійсним значенням) та представлене як концентрація аналіту в цільовому об'єкті. Ці етапи, безумовно, включають відбір тестової порції, хімічну обробку, що передуює вимірюванню та аналітичному визначенню, але також можуть включати фізичну підготовку лабораторної проби за допомогою таких методів, як сушіння, просіювання, подрібнення, розділення та гомогенізація.

На практиці всі різні порції матеріалу з другої колонки рис.6.5 часто називають просто "пробами". У контексті, що розглядається, дуже важливо точно розрізняти їх, особливо ті, затемнені прямокутники на рис.6.5. Ці моменти більш детально розглянуто в розділі 6.2 СРС.

Методи, описані далі, допомагають встановити, яке з джерел невизначеності є основним (наприклад, відбір проби, а не хімічний аналіз), але вони не завжди можуть пояснити причину цього. Проте відомо, що істотним джерелом невизначеності в багатьох випадках є просторова або часова неоднорідність цільового об'єкта. Щоб встановити, який конкретно фактор є джерелом невизначеності, можуть знадобитися окремі дослідження. Неоднорідність цільового об'єкта розглядається як єдине джерело невизначеності кінцевого результату вимірювання. Цей фактор завжди має місце, як би не намагалися звести до мінімуму вплив неоднорідності шляхом застосування різних методик відбору проби.

6.2 Терміни та визначення щодо процесу відбору проб

Розглянемо приклад оцінювання складових невизначеності при відборі проби [15]. Як простий приклад можна взяти звичайне вимірювання концентрації компонента у твердій речовині, яке, як правило, включає екстрагування матеріалу, зважування, визначення об'єму і, ймовірно, спектрометрію або хроматографію. Повторне вимірювання покаже розкид значень, зумовлений випадковими відхиленнями під час цих операцій. Усім аналітикам, відомо, що екстракція рідко є повною, і неповнота екстракції компонента призводитиме до відповідно занижених результатів вимірювання. Хоча за правильного підходу до аналізу завжди намагаються зробити подібні ефекти нехтувано малими, проте деякий систематичний зсув все одно залишається. Отже, оцінюючи невизначеність значення вимірюваної величини, аналітик має враховувати ймовірну можливість зміщення внаслідок такого роду причин. Зазвичай це роблять на підставі інформації про діапазон коефіцієнта вилучення аналіту, отриманої на стандартних зразках або в експериментах методом добавок).

Такі самі міркування застосовні й до відбору проб. Добре відомо, що результати для різних проб, що відбираються з великого об'єму матеріалу, часто істотно відрізнятимуться між собою, що виявляється під час повторних вимірювань. Також добре відомо, що відбір проб може бути зміщеним, наприклад, за рахунок нерівномірного вилучення матеріалів, невідповідного часу відбору проби, якщо спостерігаються флуктуації в часі, або за рахунок обмеженого доступу до матеріалу. Ці фактори впливатимуть на співвідношення між значенням вимірюваної величини та отриманим результатом. Хоча при правильному підході до аналізу завжди намагаються зробити подібні ефекти нехтувано малими, ретельна оцінка невизначеності завжди передбачає врахування можливих залишкових систематичних факторів.

З чинного керівництва з невизначеності вимірювання [2] ясно випливає, що невизначеність вимірювання (розділ 2.2 у [2]) не повинна включати "грубі промахи". Ними можуть бути, наприклад, помилки під час запису даних або похибки, спричинені грубим відхиленням від запропонованої процедури вимірювань. Відбір проб, однак, може бути джерелом досить високих рівнів невизначеності (наприклад, 80 % від значення концентрації) у разі простого застосування випробуваної методики вимірювання до суттєво неоднорідного матеріалу. Навіть у разі номінально коректних методик все одно матимуть місце деякі відмінності в їхній реалізації, зумовлені неоднозначністю тексту методики та невеликими відхиленнями, які доводиться допускати в реальних ситуаціях відбору проби. Щоб перевірити, чи не призводять подібні великі значення невизначеності до неприйнятних рівнів обґрунтованості прийнятих рішень, проводять сувору оцінку відповідності вимірювання поставленій меті.

Опис вимірюваної величини

Коли кінцевому користувачеві представляють результат вимірювання концентрації у вигляді " $x \pm U$ ", то він, природно, інтерпретує це як діапазон значень, що приписуються концентрації компонента в цільовому об'єкті (наприклад, партії матеріалу) [15]. Така точка зору неявним чином припускає, що вимірюваною величиною є "(істинна) концентрація (аналіту) в партії матеріалу", і що невизначеність включає всі необхідні складові, пов'язані з неоднорідністю об'єкта. Аналітик, навпаки, може мати на увазі "концентрацію в проаналізованій лабораторній пробі", неявним чином виключаючи відмінності між лабораторними пробами. Зрозуміло, що одна точка зору включає вплив відбору проби, тоді як інша точка зору його виключає. Ясно, що це може суттєво вплинути на оцінку невизначеності. Якщо звернутися до метрологічних термінів, така відмінність виникає через те, що ці дві точки зору стосуються різних вимірюваних величин. Одна - до "концентрації в цільовому об'єкті", друга - до "концентрації у лабораторній пробі". Іншим прикладом може бути "концентрація забруднювальної речовини у викидах виробництва в момент відбору проби" і "середня концентрація забруднювальної речовини протягом року".

Подібної двозначності під час інтерпретації даних можна уникнути тільки за рахунок чіткого зазначення вимірюваної величини. Зрозуміло, що потрібно вказати величину (масу, довжину, концентрацію тощо). Настільки ж важливо чітко описати об'єкт вимірювань, навівши додаткову інформацію про такі фактори, як час, місце розташування або сукупність, до якої повинен буде належати результат вимірювання. Деякі конкретні приклади опису вимірюваної величини і того, як цей опис впливає на оцінку невизначеності, розглянуто нижче.

У формулюваннях методик відбору проби неможливо повністю уникнути неоднозначності.

Коли відбирають складову пробу шляхом об'єднання кількох інкрементів, узятих із різних точок цільового об'єкта, та аналізують її як єдину первинну пробу, то внаслідок такого одиничного визначення концентрації аналіту отримують оцінку значення вимірюваної величини (тобто середнього складу цільового об'єкта), як коротко описано в розділі 4. Невизначеність цього єдиного значення відображає невизначеність оцінки значення вимірюваної величини. В іншому випадку, коли з цільового об'єкта відбирають кілька незалежних первинних проб, кожен аналізують один раз і обчислюють середнє значення, це середнє значення також буде оцінкою значення вимірюваної величини. Однак тут її невизначеність дорівнюватиме не невизначеності вимірювання на одній пробі (вираженій через стандартне відхилення, s), а стандартному відхиленню середнього значення (що дорівнює $\frac{s}{\sqrt{n}}$). Невизначеність середнього значення

можна зменшити за рахунок збільшення числа первинних проб, тоді як невизначеність одиничного вимірювання зменшити не можна.

Відбір і фізична підготовка проби як джерела невизначеності вимірювань

Дія з відбору проби завжди вносить невизначеність в отриманий результат вимірювання, якщо метою вимірювання визначено концентрацію аналіту в цільовому об'єкті, а не просто в лабораторній пробі [15].

Протоколи відбору проби завжди недосконалі в тому сенсі, що в них неможливо описати дії, які повинен виконати оператор у будь-якій можливій ситуації реального відбору проб. Місцезнаходження або час відбору проби рідко буває задано точно (наприклад, до міліметра або секунди). Відбірник проб повинен сам ухвалювати рішення (в ідеалі, за об'єктивними критеріями), але оскільки неоднорідність неминуча (у просторі або в часі), то такі рішення впливатимуть на результат вимірювання концентрації. Дуже важливо брати до уваги такі фактори під час розроблення та реалізації методів оцінки невизначеності. Наприклад, якщо подвійні проби відбирають точно в одному й тому самому місці та в один і той самий час, ми можемо не отримати реальну оцінку невизначеності вимірювання. Це питання буде додатково розглянуто під час опису методів оцінки і в різних прикладах (розділу 6 СРС).

Неоднорідність завжди збільшує невизначеність. Якби цільовий об'єкт був абсолютно однорідним, то цей внесок був би нульовим, але практично всі матеріали певною мірою неоднорідні за певного масштабу неоднорідності. Якщо маса проби дорівнює кільком мікрограмам, то практично весь матеріал можна вважати неоднорідним, і етап відбору проби буде робити внесок у невизначеність вимірювання концентрації аналіту. Неоднорідність можна кількісно оцінити в окремому експерименті, але якщо завдання полягає в оцінці концентрації аналіту у великому цільовому об'єкті, то ця неоднорідність є тільки однією з причин невизначеності.

Те саме можна сказати про невизначеність, що виникає як результат процесів фізичної підготовки проби (наприклад, транспортування, подрібнення, розділення, сушіння, просіювання, гомогенізації), що відбуваються між відбором проби та хімічною підготовкою тестового зразка (рис. 6.5). Кожен етап може вносити похибки, спричинені різними причинами, наприклад, втратою аналіту, втратою дрібних частинок або забрудненням попередніми пробами чи обладнанням. Застосовувані методи і підготовка персоналу повинні бути націлені на зведення цих похибок до мінімуму. Крім того, однак, необхідні методики оцінки невизначеності кінцевого виміряного значення, зумовленої складовими, що виникають під час практичного виконання всіх перерахованих етапів.

Джерела невизначеності

Існують різні джерела невизначеності, і їх класифікують різними способами [15]. Наприклад, настанова Eurachem з оцінки невизначеності говорить про вісім основних категорій чинників, які є важливими для оцінювання невизначеності [24], з яких перші дві - це відбір проби та підготовка проби. Конкретні фактори,

що належать до цих двох категорій, показані в таблиці 6.2. За модельного підходу можна використовувати ці фактори як основу математичної моделі. З іншого боку, теорія добору проб розрізняє вісім різних джерел похибки під час добору проб (табл. 6.3); кожне з них також можна звести до низки причинних чинників, які, своєю чергою, можна використовувати в різних модельних підходах. Ще один альтернативний підхід полягає в розгляді всіх етапів процесу вимірювання (рис. 6.5) як джерел невизначеності, що роблять певний внесок у невизначеність кінцевого вимірювання.

Найпростіший план дослідження передбачає, що складові невизначеності зумовлені чотирма класами чинників (табл. 6.4), і ці класи розглядаються як джерела невизначеності в простій статистичній моделі; це узгоджується з класифікацією джерел невизначеності, запропонованою в явному вигляді в [16].

У найпростішому вигляді цю класифікацію можна звести до двох категорій: "невизначеність відбору проби" і "невизначеність аналізу".

Важливою рисою кожної з наведених вище різноманітних класифікацій є прагнення до того, щоб усі фактори, практично важливі для розрахунку невизначеності, були враховані, незалежно від того, як їх класифіковано і яким чином оцінено. Якщо ця вимога виконується, тоді для оцінювання невизначеності можна застосувати будь-яку схему класифікації. Схеми класифікації, наведені в таблицях 6.3 і 6.4, охоплюють практично всі суттєві фактори.

Різні класифікації тягнуть за собою, як правило, різні плани дослідження і дуже часто - істотно відмінні методи оцінки складових невизначеності. У результаті застосування різних підходів ми отримуємо по суті незалежні оцінки невизначеності. Як зазначено в [17], великі відмінності в оцінках невизначеності для однієї й тієї самої системи свідчать про те, що принаймні одна методологія є помилковою. Це можна використовувати як основу для перевірки правильності підходу. Отже, коли є така можливість, рекомендується зіставляти між собою значення невизначеності, отримані із застосуванням незалежних підходів, для перевірки достовірності конкретних отриманих значень та оцінювання правильності різних підходів.

IUPAC (Міжнародний союз теоретичної і прикладної хімії) наразі визначає однорідність (гомогенність) і неоднорідність (гетерогенність) як "ступінь рівномірності розподілу властивості або компонента в деякій кількості матеріалу" (див. визначення в додатку В). Визначена так неоднорідність є одним із найважливіших чинників, що роблять внесок у невизначеність, пов'язану з відбором проб. У разі неоднорідного матеріалу інкременти, відібрані з різних місць цільового об'єкта, матимуть різні концентрації аналіту і спостерігатиметься розкид вмісту аналіту від проби до проби, що зазвичай проявляється як складова спостережуваного розкиду результатів вимірювання. У загальному випадку точна залежність концентрації від місця розташування невідома, і тому ввести поправку неможливо. Це призводить до появи невизначеності в будь-якому результаті вимірювання або, загалом, у будь-якому середньому значенні таких результатів.

ІРАС додає до наведеного вище визначення, що "ступінь неоднорідності (поняття, протилежне однорідності) є визначальним фактором похибки відбору проби". Це зауваження є гарним показником того, наскільки важливо брати до уваги неоднорідність при відборі проб. Існують й інші джерела похибки та невизначеності в процесі відбору проб, наприклад, перехресне забруднення і неповна стабілізація проб, будь-яке з яких може призводити до (невідомого) зсуву або додаткового розкиду. Проте неоднорідність та її наслідки, такі як випадковий розкид і зміщення, пов'язане з відбором, залишаються найбільшою проблемою для правильної організації відбору проб і, загалом, найістотнішим джерелом невизначеності.

Інше визначення однорідності іноді використовують для дисперсного матеріалу, що складається з частинок різних матеріалів, який у принципі не може бути "однорідним" у сенсі визначення ІРАС. У такому контексті суміш, для якої ймовірність відбору частинок різного типу є постійною в усьому цільовому об'єкті, можна назвати "однорідною" в тому розумінні, що очікувана концентрація буде однією і тією самою в пробах, які відбирають у будь-якій точці матеріалу. Однак і тут слід визнати, що дисперсна природа матеріалу призводить до розкиду від проби до проби, зумовленого дещо різним складом інкрементів, які реально відбирають; неоднорідність у значенні визначення ІРАС у цьому разі також впливає, а отже, робить внесок у невизначеність.

Таблиця 6.2 - Деякі джерела невизначеності, пов'язані з відбором і підготовкою проби (адаптовано з [16])

<i>Відбір проби</i>	<i>Підготовка проби</i>
- Неоднорідність; - Вплив обраної стратегії відбору проби (випадковий, стратифікований випадковий, пропорційний та інш.); - Вплив руху середовища (особливо при градієнті густини); - Фазовий стан матеріалу (тверде тіло, рідина, газ); - Вплив температури і тиску; - Вплив процесу відбору проби на склад (наприклад, диференціальна адсорбція в системі відбору проби); - Транспортування та зберігання проб.	- Гомогенізація та/або відбір проміжної проби; - Сушіння; - Подрібнення; - Розчинення; - Екстрагування; - Забруднення; - Дериватизація (хімічні ефекти); - Похибки розбавлення; - (Попереднє) концентрування; - Контроль впливу форми існування елементів.

Таблиця 6.3 - Джерела невизначеності відбору проби в теорії відбору проби

<i>Джерело</i>	<i>Опис</i>
Фундаментальна похибка відбору проби (FSE)	Наслідок неоднорідності, зумовленої природою об'єкта (об'єкт складається з хімічно і фізично різнорідних частинок)
Похибка групування та сегрегації (GSE)	Наслідок неоднорідності розподілу
Похибка вибору точки відбору, зумовлена великомасштабною неоднорідністю (PSE1)	Систематична зміна в просторі або в часі
Періодична похибка вибору точки відбору (PSE2)	Періодичність у просторі або в часі
Похибка меж інкременту (IDE)	Встановлення правильної форми проби, що відбирається проби, що відбирається. Пов'язана з просторовими межами пристрою для правильного відбору проби
Похибка вилучення інкременту (IXE)	Вилучення необхідної проби. Пов'язана з формою ріжучих крайок пристрою відбору проби
Похибка підготовки інкремента і проби (IPE) розмірі (об'ємі) інкременту, підробка та ін.)	Забруднення (сторонній матеріал у пробі). Втрати (адсорбція, конденсація, осадження тощо). Зміна хімічного складу (під час зберігання). Зміна фізичного складу (агломерація, руйнування частинок, волога та ін.). **Мимовільні помилки (помилки в нумерації проб, брак знань, недбалість). **Умисні порушення (засолення золотоносних руд, умисні помилки в розмірі (об'ємі) інкремента, підробка та інш.)
Похибка присвоєння ваги (SWE)	Наслідок помилок у присвоєнні ваги різним нерівним частинам складової проби

Таблиця 6.4 - Складові невизначеності в емпіричному підході

<i>Процес</i>	<i>Вид дії</i>	
	<i>Випадкова (прецизійність)</i>	<i>Систематичне (зміщення)</i>
Аналіз	Непостійність результатів аналізу (сукупний вплив випадкових факторів)	Зміщення результатів аналізу (сукупний вплив джерел зміщення)
Відбір проб	Непостійність відбору проби (в основному, унаслідок неоднорідності матеріалу та відхилень у діях оператора)	Зміщення відбору проби (сукупний вплив систематичних помилок, пов'язаних з плануванням відбору, діями оператора та інш.)

6.3 Оцінювання невизначеності вимірювань з урахуванням відбору проби

Підходи до оцінки невизначеності

Існують два основні підходи до оцінки невизначеності. Згідно з одним із них, який називають "емпіричним", "експериментальним", "ретроспективним" або "низхідним", виконують певну кількість повторів повної процедури

вимірювання, щоб отримати пряму оцінку невизначеності для остаточного результату вимірювання. У цьому посібнику такий підхід називається "емпіричним". Другий підхід, який називають "модельним", "теоретичним", "розрахунковим" або "висхідним", полягає в кількісному оцінюванні кожного окремого джерела невизначеності та подальшому їхньому об'єднанні з використанням деякої прийнятої моделі. Далі такий підхід називатимемо "модельним". Ці підходи взаємно не виключають один одного. Емпіричний метод можна застосувати до оцінювання складових невизначеності від одного або декількох чинників або видів чинників. За необхідності можна використовувати спільно обидва підходи для дослідження однієї й тієї самої вимірювальної системи. Застосовність цих двох підходів залежить від матеріалу, з якого відбирають пробу.

У [18] зазначається, що модельні підходи та тип емпіричного дослідження, що використовується під час спільних досліджень, є крайніми випадками із загальної множини варіантів оцінки невизначеності. Отже, говорячи про будь-який із двох крайніх варіантів, слід пам'ятати, що вони являють собою саме крайні випадки і що на практиці часто використовують елементи обох підходів.

Кінцевою метою будь-якого підходу є отримання достатньо надійної оцінки сумарної невизначеності вимірювання. При цьому не обов'язково потрібно кількісно оцінювати кожне окреме джерело невизначеності, достатньо оцінити сумарний ефект. Однак, якщо рівень сумарної невизначеності виявляється неприйнятним (тобто вимірювання не відповідають поставленій меті), то слід вжити заходів щодо зменшення невизначеності. Можлива зворотна ситуація, коли невизначеність виявиться надмірно малою, і тоді виправданим може бути підвищення невизначеності аналізу і, отже, зниження витрат на його проведення. Методи зміни невизначеності розглянуто в додатку Е [15]. На цьому етапі, однак, важливо мати інформацію про те, яка частина процесу вимірювання робить переважний внесок у сумарну невизначеність, і тоді може знадобитися оцінка окремих її складових. Перевага детального попереднього дослідження полягає в тому, що ця інформація буде доступною від самого початку; недоліком же є високі витрати на отримання таких даних і ймовірна їхня незатребуваність у тому разі, якщо невизначеність виявиться прийнятною. Під час планування вимірювань слід належним чином обирати рівень деталізації, необхідної для оцінювання невизначеності, з урахуванням імовірності того, що детальна інформація знадобиться для подальшої роботи.

Загальні зауваження щодо дослідження невизначеності відбору проби

Роботи з аналітичних вимірювань слід виконувати згідно з вимогами системи якості, включаючи застосування валідованих методів аналізу, перевірку професійного рівня, внутрішній контроль якості та, у відповідних випадках, зовнішню оцінку якості. Процедури валідації повинні охоплювати всі етапи вимірювання, що регулярно виконуються в лабораторії (зокрема будь-які етапи відбору тестових проб) і включати перевірку зсуву за допомогою атестованих стандартних зразків або інші методи оцінки зсуву результатів аналізу.

Зазначимо, що методи оцінювання невизначеності, описані в цьому керівництві, також можна застосовувати для оцінювання невизначеності, пов'язаної з відбором проміжних проб.

Лабораторії, що виконують хімічний аналіз, повинні представляти результат вимірювання концентрації у повній відповідності до отриманих даних; зокрема, інформацію не можна приховувати, урізати або представляти у вигляді "менше ніж деяке значення", наприклад, "менше межі виявлення" або "менше нуля". Якщо не наводити результати спостережень, які виявилися меншими за нуль або межу виявлення, оцінка невизначеності буде заниженою.

6.4 Емпіричний підхід

Метою емпіричного ("низхідного") підходу є достовірне оцінювання невизначеності без обов'язкового знання будь-яких окремих її складових. Він заснований на загальній оцінці відтворюваності за результатами або внутрішньо лабораторних, або міжлабораторних досліджень. Можна описати загальний вид джерела невизначеності, наприклад, випадкові та систематичні чинники, і поділити їх на ті, які виникають у процесі відбору проби та під час аналізу. Виходячи з особливостей методу вимірювання, можна отримати кількісні оцінки для кожного з цих факторів окремо, наприклад прецизійність відбору проби (для випадкових впливів у процесі відбору проби) або зміщення результатів аналізу (для систематичних чинників, пов'язаних із хімічним аналізом). Об'єднуючи ці оцінки, можна отримати оцінку невизначеності результату вимірювання в цілому. Цей підхід детально представлений у прикладах розділу 6 СРС.

Джерела невизначеності

Можна вважати, що невизначеність вимірювань зумовлена чотирма видами джерел похибок. Ці чотири джерела - випадкові похибки, пов'язані з методами як відбору проби, так і аналізу, а також систематичні похибки, пов'язані з цими методами. Зазначені похибки заведено виражати через прецизійність відбору проби, прецизійність аналізу, зміщення відбору проби і зміщення результатів аналізу, відповідно (табл.6.5). Якщо похибки від перелічених чотирьох джерел оцінити кількісно, окремо або в сукупності, то можна оцінити невизначеність вимірювань, зумовлену цими методами. Методи оцінювання трьох із чотирьох похибок добре відомі. Прецизійність відбору проби та аналізу можна оцінити шляхом повторення деякої частини (наприклад, 10 %) проб і аналізів, відповідно. Зсув результатів аналізу можна або оцінити шляхом вимірювання зсуву на правильно підібраних атестованих стандартних зразках, припускаючи, що отримане при цьому значення дорівнює зсуву при вимірюванні на тестових зразках, або взяти його безпосередньо з даних валідації методу аналізу.

Зміщення, пов'язане з відбором проб, можна оцінити за допомогою еталонного цільового об'єкта [15] (еквівалент стандартного зразка для відбору проби). Альтернативний варіант - використання результатів вимірювань, отриманих під час міжлабораторних звірянь, у яких зміщення відбору проби, що

потенційно вноситься кожним учасником, входить до оцінки невизначеності, що ґрунтується на сумарному розкиді даних. Деякі складові невизначеності, пов'язані із систематичними факторами, оцінити складно, проте це можна не робити, якщо існують переконливі докази того, що вплив систематичних чинників є незначним і вони надійно контролюються. Такі докази можуть бути якісними, наприклад, заснованими на знанні хімічної або фізичної природи цільового об'єкта, або кількісними, наприклад, отриманими за результатами виконаних раніше вимірів на повних партіях (див. приклади в розділі 6 СРС).

Таблиця 6.5 - Методи оцінювання складових невизначеності в емпіричному підході

Процес	Вид фактору*	
	Випадковий (прецизійний)	Систематичний (зміщення)
Аналіз	Наприклад, повторні аналізи	Наприклад, атестовані стандартні зразки
Відбір проб	Повторні відбори проб	Еталонний цільовий об'єкт, міжлабораторні звірення по відбору проб

Статистична модель для емпіричного оцінювання невизначеності

Щоб розробити експериментальні методи оцінювання невизначеності за допомогою емпіричного підходу, необхідно мати статистичну модель, що описує співвідношення між виміряним і істинним значеннями концентрації аналіту. У цій моделі випадкових впливів розглядають одне виміряне значення концентрації аналіту (x) в одній пробі (складовій або поодинокій), узятій із конкретного цільового об'єкта:

$$x = X_{true} + \varepsilon_{sampling} + \varepsilon_{analysis} ,$$

де X_{true} - істинне значення концентрації аналіту в цільовому об'єкті (тобто це еквівалент значення вимірюваної величини). Наприклад, воно може дорівнювати сумарній масі аналіту в цільовому об'єкті, поділений на сумарну масу цільового об'єкта;

$\varepsilon_{sampling}$ - це сумарна похибка, зумовлена відбором проби;

$\varepsilon_{analysis}$ - сумарна похибка аналізу.

Для одиничного цільового об'єкта, якщо джерела дисперсії незалежні, дисперсія результату вимірювання σ^2_{meas} описується рівнянням:

$$\sigma^2_{means} = \sigma^2_{sampling} + \sigma^2_{analytical} ,$$

де $\sigma^2_{sampling}$ - дисперсія між пробами з одного цільового об'єкта (зумовлена, здебільшого, неоднорідністю аналіту);

$\sigma^2_{analytical}$ - дисперсія результатів аналізу однієї проби.

Якщо для апроксимації цих параметрів використовувати статистичні оцінки дисперсії (s^2), ми отримаємо:

$$s_{means}^2 = s_{sampling}^2 + s_{analytical}^2$$

Стандартну невизначеність (u) можна оцінити через s_{meas} , і тоді:

$$u = s_{mean} = \sqrt{SD_{sampling}^2 + SD_{analytical}^2} \quad (6.46)$$

Дисперсію, зумовлену фізичною підготовкою проби, можна включити в дисперсію відбору проби або, за необхідності, висловити її окремим членом рівняння.

Під час дослідження на кількох цільових об'єктах, яке рекомендується проводити для оцінювання невизначеності відбору проби, модель потрібно розширити:

$$x = X_{true} + \varepsilon_{target} + \varepsilon_{sampling} + \varepsilon_{analysis} ,$$

де додатковий член ε_{target} характеризує розсіювання концентрації між цільовими об'єктами та має дисперсію $\sigma_{between-target}^2$. За допомогою відповідного дисперсійного аналізу (ANOVA) можна отримати оцінки дисперсій $\sigma_{between-target}^2$, $\sigma_{sampling}^2$ і $\sigma_{analysis}^2$, а невизначеність оцінити, як і раніше, за допомогою рівняння (6.46).

Сумарна дисперсія σ_{total}^2 , яка визначається рівнянням:

$$\sigma_{total}^2 = \sigma_{between-target}^2 + \sigma_{sampling}^2 + \sigma_{analytical}^2$$

На практиці дисперсії замінюють їхніми оцінками s^2 , і тоді отримуємо:

$$s_{total}^2 = s_{between-target}^2 + s_{sampling}^2 + s_{analytical}^2 \quad (6.47)$$

Емпірична оцінка невизначеності

Для оцінювання невизначеності за допомогою емпіричного підходу можна застосовувати чотири методи, представлені в табл.6.6. П'ятий метод, варіографічний, коротко описано в розділі 6.6. Основним методом, який розглядається далі, є "метод подвійних проб" (№ 1). Якщо один відбірник проб використовує кілька схем відбору проби (метод № 2), то можна виявити будь-які систематичні розбіжності між схемами. Якщо кілька відбірників проб застосовують одну й ту саму схему (метод № 3, який еквівалентний спільному випробуванню з відбору проби - CTS, або оцінці характеристик методу), то можна виявити і включити в оцінку невизначеності систематичні розбіжності між різними відбірниками проб. Якщо різні відбірники проб використовують різні схеми, обрані як такі, що найбільше підходять для встановленої мети на підставі їх професійного судження (метод № 4, що еквівалентний перевірці кваліфікації при відборі проби - SPT), тоді можна виявити і включити до оцінки

невизначеності будь-які систематичні розбіжності, зумовлені схемами відбору проби або відбірниками проби.

Таблиця 6.6 - Чотири емпіричні методи оцінювання сумарної невизначеності з урахуванням відбору проб

Метод №	Опис методу	Кількість відбиральників проб	Кількість схем	Оцінювана складова			
				Відбір проби		Аналіз	
				Прецизійність	Зміщення	Прецизійність	Зміщення
1	Метод лінійних проб	один	одна	так	ні	так	Ні ¹
2	Метод різних проб	один	декілька	Між схемами		так	Ні ¹
3	CTS	декілька	одна	Між відбиральниками проб		так	Так ²
4	SPT	декілька	декілька	Між схемами+між відбиральниками проб		так	Так ²
Примітка 1. Інформацію про зміщення результатів аналізу можна отримати шляхом включення до програми вимірювань атестованих стандартних зразків (див. приклад А2 у розділі СРС)							
Примітка 2. Зсув результатів аналізу частково або повністю входить до результатів спільних досліджень, коли в них беруть участь кілька лабораторій.							

Метод подвійних проб є найпростішим і, ймовірно, потребує найменших витрат порівняно з іншими методами, описаними в таблиці 5. Він полягає в тому, що один відбірник проб повторює відбір невеликої частини первинних проб (наприклад, 10 %, але не менше ніж із восьми об'єктів) d [18, 19]. В ідеальному випадку повторні проби беруть не менше ніж із восьми об'єктів, які вибирають випадковим чином так, щоб вони представляли типовий склад таких об'єктів

Якщо є тільки один об'єкт, то всі вісім подвійних проб можна відбирати з нього, але тоді оцінка невизначеності буде застосовна тільки до цього об'єкта. Подвійні проби відбирають за номінально однією і тією самою схемою відбору, водночас допускаються відмінності, пов'язані з неоднозначністю викладення схеми відбору та впливом маломасштабної неоднорідності визначуваного аналіту на реалізацію цієї схеми. Наприклад, у плані "W" ("зигзагоподібному") для відбору складової проби салату з відсіку теплиці вихідну точку та орієнтацію шляху, уздовж якого відбирають пробу, змінюють при відборі повторної проби; аналогічно змінюють вихідну точку та орієнтацію при сітковому плані відбору (додаток А, приклад А1 [15]). Повторні проби відбирає один і той самий відбірник із застосуванням однієї і тієї ж методики відбору. Обидві повторні проби піддають фізичній обробці, і в результаті отримують дві окремі тестові проби. З кожної з тестових проб отримують по дві тестові порції й аналізують їх (тобто виконують повторні аналізи). Такий план подвоєного відбору проби та

хімічного аналізу називають "збалансованим планом" (рис.6.6). Зазначимо, що метод подвійних проб не враховує внеску будь-якого зсуву, пов'язаного з відбором проб, і цей зсув або припускають несуттєвим, або оцінюють окремо, використовуючи, наприклад, різних добірників проб, різні схеми відбору та/або міжлабораторні звіряння з пробовідбору, аналогічно іншим трьом методам.

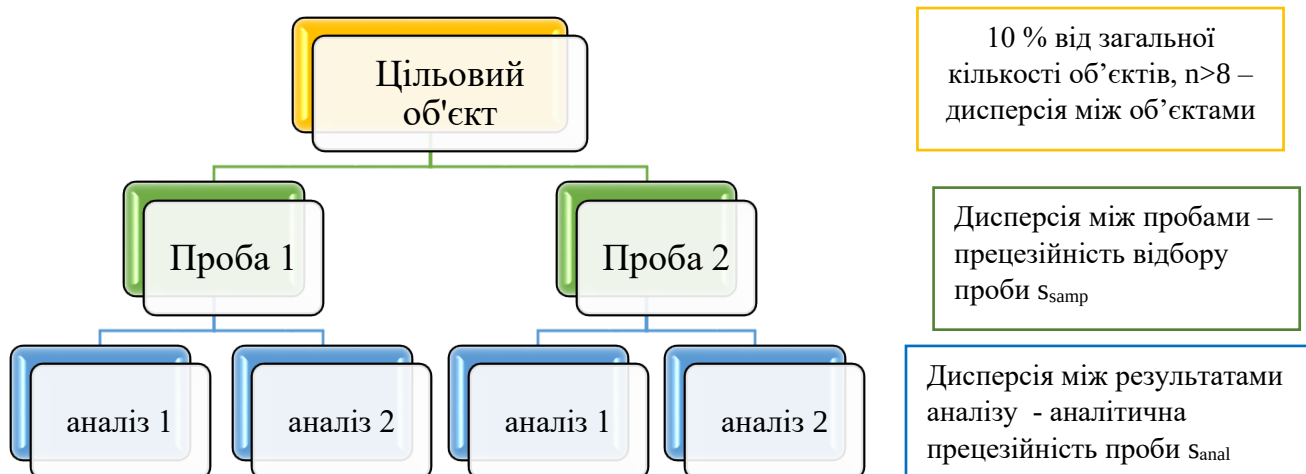


Рисунок 6.6 - Збалансований план

Потім анонімно виконують хімічний аналіз тестових порцій із застосуванням відповідного методу в умовах збіжності (наприклад, із випадковим розподілом в аналізованій партії). Якщо лабораторія раніше отримувала оцінку аналітичної частини невизначеності вимірювання в іншому експерименті, то корисно буде порівняти її з оцінками, отриманими за допомогою цього методу. Дисперсію, пов'язану з фізичною підготовкою проби, можна включити в дисперсію відбору проби шляхом проведення незалежної підготовки кожної з парних проб. Можна також оцінити цю дисперсію окремо за рахунок збільшення кратності повторів у плані експерименту (додаток D [15]).

Запропонований тут збалансований план дає змогу виявити тільки стандартне відхилення збіжності результатів аналітичних вимірювань. Для того щоб оцінити іншу частину аналітичної невизначеності, слід зробити припущення про можливе аналітичне зміщення. Обмеження для застосовності такого підходу і практичний приклад наведено в розділі 6 (приклад A2 [15]). Один із варіантів полягає в тому, що можна запросити у вимірювальної лабораторії дані щодо збіжності та невизначеності вимірювання, а потім перевірити, чи близька збіжність, отримана в цьому дослідженні, до збіжності, заявленої лабораторією. Якщо це так, то ми можемо використовувати невизначеність вимірювання, що подається лабораторією як u (аналітична) (зазвичай $U/2$). Другий варіант - використовувати оцінку аналітичного зміщення, отриману на правильно підібраних атестованих стандартних зразках, включених у послідовність аналізів. Цю оцінку зміщення потім можна об'єднати зі збіжністю та отримати в результаті невизначеність вимірювання [20, 21].

Обчислення невизначеності та її складових

Випадкову складову невизначеності можна оцінити шляхом застосування дисперсійного аналізу (ANOVA) або методу розмахів до результатів вимірювання концентрації на подвійних пробах. Ця оцінка ґрунтується на застосуванні моделі, описаної в розділі 9.3, до будь-якої використовуваної схеми вимірювання (з конкретним числом інкрементів проб і повторних аналізів).

Значення s_{samp} і s_{anal} з ANOVA є оцінками прецизійності відбору проби та аналітичної прецизійності, відповідно. Випадкову складову невизначеності вимірювання обчислюють шляхом об'єднання цих двох оцінок (рівняння 6.46). Щоб отримати розширену невизначеність, наприклад, для довірчої ймовірності близько 95 %, потрібно помножити це значення на коефіцієнт охоплення, що дорівнює 2. Тоді розширену невизначеність (U) обчислюють за формулою:

$$U = 2 \cdot s_{\text{means}}, \quad (6.48)$$

U також можна виразити стосовно отриманого значення $\bar{x}$, тобто як відносну розширену невизначеність U' , у відсотках:

$$U' = \frac{2 \cdot s_{\text{means}}}{\bar{x}} \cdot 100 \%. \quad (6.49)$$

Відносну невизначеність застосовують більш широко, ніж абсолютну стандартну невизначеність, оскільки вона не залежить істотно від концентрації при значеннях, що набагато перевищують межу аналітичного виявлення (більш ніж у 10 разів). За потреби можна обирати інші коефіцієнти охоплення. Уточнення цієї оцінки невизначеності за рахунок включення систематичної похибки хімічного аналізу розглянуто в прикладі A2 додатка А [15].

Відносну розширену невизначеність для відбору проби та аналізу по окремо можна виразити аналогічно:

$$U_{\text{samp}} = \frac{2 \cdot s_{\text{samp}}}{\bar{x}} \cdot 100\%, \quad U_{\text{anal}} = \frac{2 \cdot s_{\text{anal}}}{\bar{x}} \cdot 100\%.$$

Оскільки в багатьох випадках у сумарній невизначеності переважає складова, пов'язана з неоднорідністю цільового об'єкта, використання найпростішого "методу подвійних проб" часто дає досить надійну оцінку невизначеності. Дослідження систем довкілля показали, що складові, пов'язані з відмінностями між різними операторами і між різними схемами відбору, часто набагато менші, ніж складові, пов'язані з неоднорідністю [15]. Додаткову інформацію щодо вибору найефективнішого методу оцінювання невизначеності надано в розділі 12. Приклади застосування методу подвійних проб наведено в прикладах A1 і A2 додатка А [15].

Крім отримання первинної одиничної оцінки невизначеності для конкретної схеми відбору проб, застосованої до конкретного цільового об'єкта, регулярне застосування "методу подвійних проб" може бути також корисним як спосіб

постійного контролю якості відбору проби. У такий спосіб можна врахувати те, як впливає на невизначеність зміна неоднорідності цільового об'єкта від одного випадку відбору проби до іншого за використання однієї й тієї самої методики відбору. При цьому ми отримуємо кількісне підтвердження якості відбору проб, а не просто покладаємося на припущення про те, що проби будуть репрезентативними, якщо їх відбирати за правильною схемою.

6.5 Модельний підхід

Причинно-наслідкове моделювання

Модельний підхід, часто званий "висхідним", було описано для методів вимірювання загалом [23] і в застосуванні до аналітичних вимірювань [20]. Сутність підходу полягає в тому, що спочатку виявляють усі джерела невизначеності, кількісно оцінюють внесок кожного джерела, а потім зводять усі складові до бюджету невизначеності й отримують оцінку сумарної стандартної невизначеності. Кожен з етапів вимірювання розглядають окремо. Це можна наочно представити у вигляді причинно-наслідкової діаграми, або діаграми Ісікави [24]. Невизначеність вимірювання, що виникає на кожному з етапів, оцінюють незалежно, емпіричним або іншими методами. Потім обчислюють сумарну невизначеність шляхом об'єднання невизначеностей від усіх етапів, використовуючи належні методи. Цей підхід добре розроблений для аналітичних методів [20], але тільки нещодавно був застосований до процесу відбору проби [25, 26]. Для дисперсних систем у теорії відбору проб використовують аналогічний підхід для опису семи типів похибки відбору проби. Одну з цих похибок (фундаментальну) оцінюють з використанням рівняння, що ґрунтується на докладних відомостях про окремі частинки, які відбирають, як це описано в наступному розділі (і в прикладі А5 додатка А [15]).

Застосування теорії відбору проб для оцінювання невизначеності

Для оцінювання невизначеності, пов'язаної з відбором проби, було запропоновано застосувати теорію відбору проб [15]. На рисунку 6.7 показано класифікацію похибок відбору проби, запропоновану Гі. Більшість похибок відбору проби, за винятком похибок підготовки проби, зумовлені неоднорідністю матеріалу, яку можна поділити на два класи: 1) неоднорідність, зумовлена природою матеріалу (НП) і неоднорідність розподілу (НР). Неоднорідність обох класів можна математично описати й оцінити експериментально. Неоднорідність, зумовлена природою, полягає в тому, що всі природні матеріали неоднорідні, тобто складаються з різних типів частинок (молекул, іонів, зерен). Розподіл є неоднорідним, якщо частинки не розподілені випадковим чином у досліджуваному цільовому об'єкті (або партії).

Класифікація похибок відбору проб визначає логічну та корисну схему для планування та контролю процедур відбору. Похибки, найбільш важливі для

оцінювання невизначеності (наприклад, FSE на рис.6.7), розглянуті нижче, а інші (SWE, PSE і GSE) - у додатку С [15].

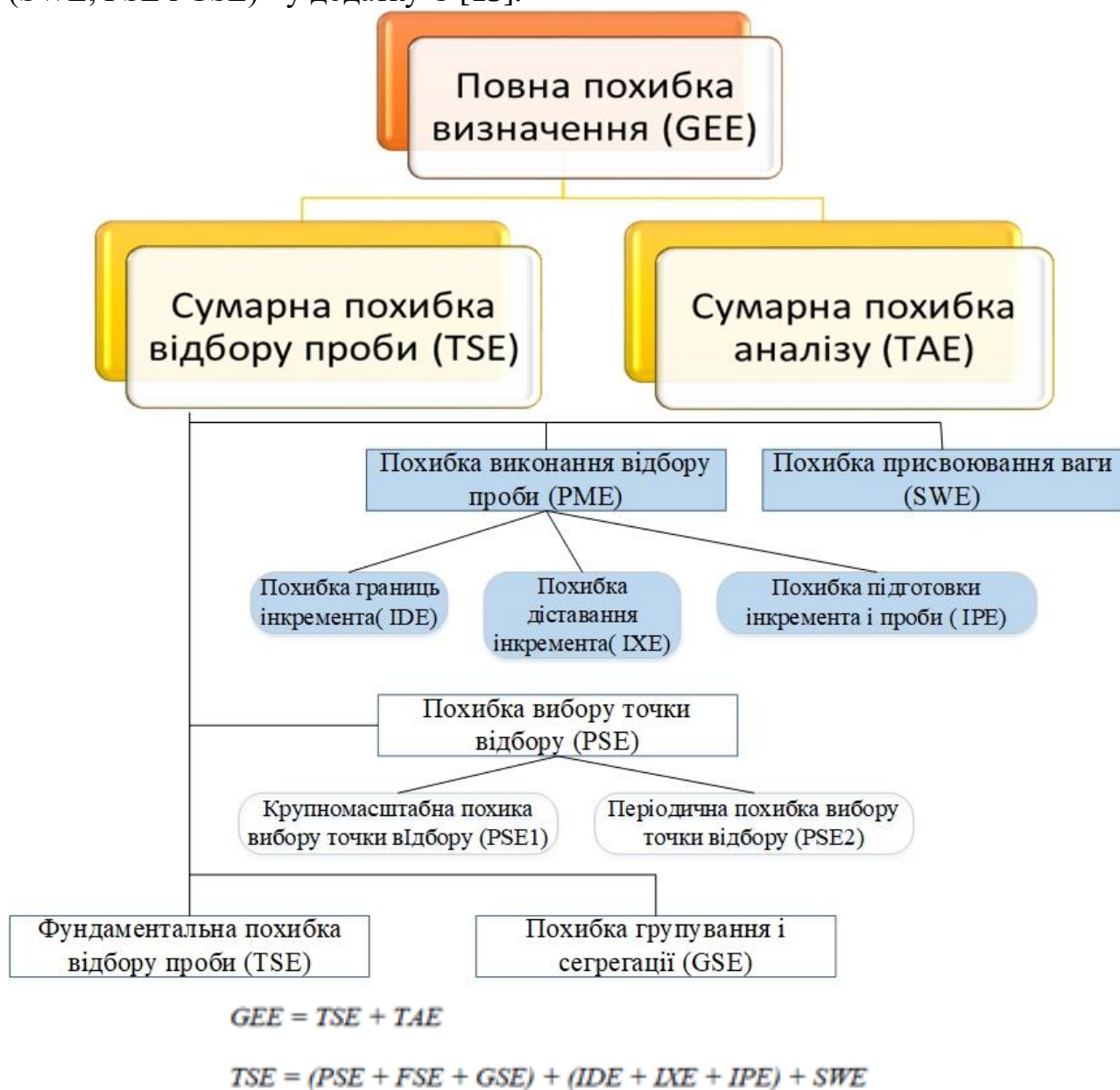


Рисунок 6.7 - Класифікація похибок відбору проби за теорією Гі

Загальна похибка визначення, яку Гі називає "глобальною похибкою оцінки" (GEE), складається із сумарної похибки відбору проби (TSE) і сумарної похибки аналізу (TAE). Складові TSE можна розділити на дві основні групи:

- 1) похибки від некоректного відбору проби;
- 2) похибки в рамках коректного відбору проби.

Деякі похибки від некоректного відбору проби можна віднести до грубих промахів, про які йдеться в GUM [23], і як такі їх не слід включати в оцінку невизначеності. Похибки в рамках коректного відбору проби не пов'язані з будь-якими порушеннями процедури, і, дотримуючись підходу GUM [23], їх можна розглядати як можливі джерела невизначеності.

Джерелами похибки від некоректного відбору проби є пристрої для відбору проби та методики, які не відповідають правилам коректного відбору проби, визначеним у теорії відбору проби. На рис. 3 ці похибки показані в затінених прямокутниках. Похибка меж інкременту (IDE) пов'язана з неправильною формою проби. Наприклад, коректною пробою з технологічного потоку є відсічений від нього повний зріз однакової товщини. Конструкція пробовідбірної пристрою має бути такою, щоб він міг витягувати необхідний профіль проби (тобто щоб імовірність потрапляння в пробу була рівною для всіх компонентів). В іншому разі виникає похибка вилучення проби або інкременту (IXE). Джерелами похибки підготовки проби (IPE) можуть бути різні чинники, перераховані в таблиці 2, і два з них виключаються з розгляду як грубі промахи відповідно до визначення GUM.

Похибки від некоректного відбору проби мають такі загальні властивості:

- 1) вони створюють зсув відбору проби та збільшують загальну дисперсію непередбачуваним чином;
- 2) вони залежать від обставин, і тому будь-яка спроба оцінити їх експериментально, як правило, є марною, оскільки це потребує великих витрат, а узагальнити результати неможливо.

Правильний шлях полягає в мінімізації або усуненні цих похибок за допомогою ретельної ревізії обладнання та методик, заміни структурно некоректних пристроїв і методик на такі, що відповідають правилам коректного відбору проби, а також у підготовці на належному рівні персоналу, який проводить відбір проб. Тільки за умови правильного вирішення цих технічних питань теоретична оцінка невизначеності матиме сенс. Проте, оцінка невизначеності відбору проби і дані контролю якості можуть послужити для користувача попередженням про некоректність виконуваних процедур.

Похибки в рамках коректного відбору проби показано в нижній частині рис. 3. Якщо похибки від некоректного відбору проби усунуто, то похибки в рамках коректного відбору можна змодельовати і використовувати для оцінювання невизначеності відбору проби. Однією з найважливіших є фундаментальна похибка відбору проби, і про неї буде сказано нижче; інші похибки розглянуто в додатку C2 [15].

Фундаментальна похибка відбору проби (FSE) є мінімальною похибкою ідеальної методики відбору проби. Зрештою, вона залежить від числа критичних частинок у пробах. Для однорідних газів і рідин ця похибка дуже мала, але для твердих речовин, порошків і дисперсних матеріалів, особливо за низької концентрації критичних частинок, фундаментальна похибка може бути дуже великою. Якщо об'єкт, з якого відбирають пробу, можна розглядати як одновимірний, то для оцінки невизначеності відбору проби можна використовувати моделі фундаментальної похибки. Якщо об'єкт не можна вважати одновимірним, то для оцінки дисперсії первинних проб потрібно враховувати принаймні похибку вибору точки відбору. Якщо підготовка проби та зменшення розміру шляхом розділення виконуються правильно, то моделі фундаментальної похибки відбору проби можна використовувати для

оцінювання складових дисперсії, що виникають на цих етапах. Якщо передбачуване число критичних частинок у пробі можна легко оцінити як функцію розміру проби, тоді можна використовувати розподіл Пуассона або біноміальний розподіл як моделі відбору проби для оцінки невизначеності проби. У більшості випадків можна використовувати модель фундаментальної похибки відбору проби.

Якщо матеріал, з якого відбирають пробу, складається з частинок, що мають різні форму і розподіл розмірів, то важко оцінити число критичних частинок у пробі. Для оцінки відносної дисперсії фундаментальної похибки відбору проби можна використовувати рівняння:

$$\sigma_r^2 = C \cdot d^2 \cdot \left(\frac{1}{M_s} - \frac{1}{M_L} \right), \quad (6.50)$$

де $\sigma_r = \frac{\sigma_a}{a_L}$ - відносне стандартне відхилення фундаментальної похибки

фундаментальної похибки відбору проби;

σ_a - абсолютне стандартне відхилення (в одиницях концентрації);

a_L - середня концентрація в об'єкті;

d - характеристичний розмір частинок, що дорівнює 95 % від верхньої межі розподілу частинок за розміром;

M_s - розмір (маса) проби;

M_L - розмір (маса) об'єкта;

C - постійна відбору проби, яка залежить від властивостей матеріалу, що відбирається.

C є добутком чотирьох параметрів:

$$C = f \cdot g \cdot \beta \cdot c, \quad (6.51)$$

де f - коефіцієнт форми (див. рис. 6.8);

g - коефіцієнт розподілу частинок за розміром ($g = 0,25$ для широкого розподілу частинок за розміром і $g = 1$ для частинок одного розміру);

β - коефіцієнт вивільнення (див. рис. 6.4).

Для матеріалів, у яких частинки є повністю вивільненими, $\beta = 1$. Для матеріалів із невивільненими частинками застосовують емпіричне рівняння

$$\beta = \left(\frac{L}{d} \right)^x, \text{ де } x \text{ перебуває в межах від } 0,5 \text{ до } 1,5;$$

c - коефіцієнт будови, який можна оцінити, якщо відомі відповідні властивості матеріалу, за допомогою рівняння:

$$c = \frac{\left(1 - \frac{a_L}{\alpha} \right)^2}{\frac{a_L}{\alpha}} \cdot \rho_c + \left(1 - \frac{a_L}{\alpha} \right) \cdot \rho_m, \quad (6.52)$$

де a_L - середня концентрація аналіту в об'єкті;
 α - концентрація аналіту в критичних частинках;
 ρ_c - густина критичних частинок
 ρ_m - густина частинок матриці або розріджувача.

Якщо властивості матеріалу невідомі і їх важко оцінити, то постійну відбору проби S завжди можна визначити експериментально. Наприклад, особливою групою матеріалів, для яких постійну відбору проби можна оцінити за наявними даними, є атестовані стандартні зразки. Приклад того, як можна практично застосувати модель фундаментальної похибки відбору проби, наведено в розділі А5 додатка А [15].

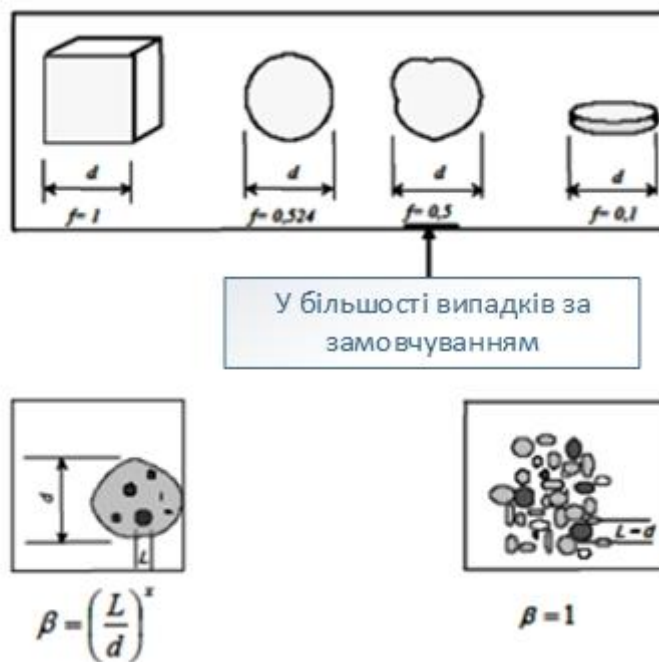


Рисунок 6.8 - Коефіцієнти для оцінки фундаментальної похибки відбору проби

6.6 Експериментальні методи перевіряння похибки відбирання проб, готування проб і вимірювання

Опис методу [52]

Від двадцяти або більшого числа партій відбирають точкові проби у кількості, що перевищує переважно вдвічі зазначене значення в ISO 3085, і, чергуючи точкові проби, складають у дві об'єднані проби. Готування окремих виробничих проб із кожної об'єднаної проби й визначення відповідних показників якості [52].

Методику відбирання проб вибирають із двох методів, а саме періодичного систематичного відбирання проб або пошарового відбирання проб, залежно від методу відбирання точкових проб від партії згідно з ISO 3085.

Із метою одержання достовірного результату рекомендовано проводити експеримент на кількості партій більше 20 того самого виду залізної руди. Однак, якщо це неможливо, необхідно щонайменше 10 партій. Якщо кількість партій для експерименту недостатня, кожну партію можна розділити на декілька

частин, щоб одержати в загальному більше 20 частин, і експеримент виконують на кожній частині, розглядаючи кожну частку як окрему партію.

Кількість точкових проб, необхідних для експерименту, переважно повинна дорівнювати подвоєному числу, зазначеному в ISO 3082. Однак, якщо кількість точкових проб, необхідних для поточного відбирання проб n_1 із цих точкових проб складають одну об'єднану вибірку, а якщо кількість точкових проб необхідних для експерименту $2n_1$, то складають дві об'єднані проби. З іншого боку, якщо експеримент виконують як частину поточного відбирання проб, відбирають n_1 точкових проб і складають дві об'єднані проби, кожна з яких включає $n_1/2$ точкових проб. У цьому випадку отримують похибку відбирання проб для $n_1/2$ точкових проб. Похибку отриману так, ділять на $\sqrt{2}$, щоб одержати похибку для об'єднаних проб, складених із n_1 точкових проб. Якщо експеримент виконують на n_1 точкових пробах і n_1 - непарне число, відбирають додаткову точкову пробу, щоб число точкових проб стало парним.

Готування проби виконують згідно із ISO 3085. Вимірювання виконують згідно з відповідними стандартами із хімічного аналізування, за визначенням масової частки вологи й ситового аналізування залізних руд.

Навіть перед діями регулярного відбирання проб, коли проводять ряди експериментів із метою контролювання похибки відбирання проб, готування проб і вимірювання, одночасно потрібно періодично виконувати експерименти з перевіряння можливих змін варіації якості.

Методика експерименту

Періодичне систематичне відбирання проб

Кількість точкових проб n_1 визначають згідно згідно ISO 3085. Якщо відбирають $2n_1$ точкових проб, інтервал відбирання проб, Δm у тонах, визначають у результаті розподілу маси партії m_L на $2n_1$, тобто ці інтервали дорівнюють половині інтервалу для поточного відбирання проб:

$$\Delta m = \frac{m_L}{2 \cdot n_1}.$$

В іншому випадку, якщо експеримент виконують як частину поточного відбирання проб, і відбирають n_1 точкових проб, інтервал відбирання проб Δm визначають:

$$\Delta m = \frac{m_L}{n_1}.$$

Розрахункові інтервали відбирання проб зводять до найближчих 10 т.

Точкові проби вміщують по черзі у два контейнери. У такий спосіб складають дві об'єднані проби А і В.

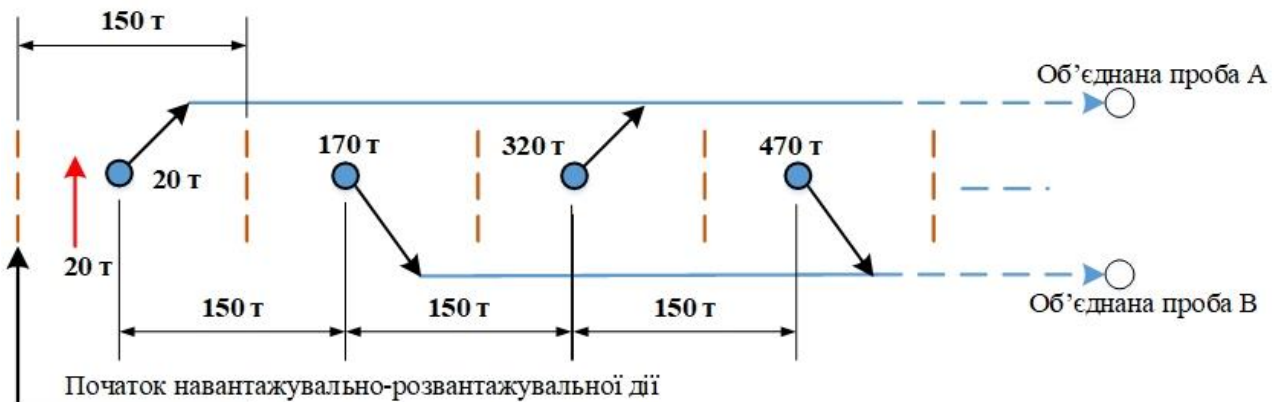
Приклад 1

Нехай партія масою 19000 т переміщується стрічковими конвеєрами і кількість точкових проб для поточного відбирання проб $n_1=60$.

Якщо відбирають $2n_1$ точкових проб, інтервал відбирання проб для експерименту:

$$\Delta m = \frac{m_L}{2 \cdot n_1} = \frac{19000}{60 \cdot 2} = 158 \rightarrow 150.$$

Тоді точкові проби відбирають із інтервалом 150 т. Точку відбирання першої точкової проби з першого інтервалу 150 т визначають довільно. Якщо точку відбирання перших точкових проб визначають як 20 т від початку навантажувально-розвантажувальної дії, наступні точкові проби відбирають у точках $20 + i \cdot \Delta m$, де $i = 1, 2, \dots, 2 \cdot n_1$ (170 т, 320 т тощо).



Умовні позначки: заштриховані кружки позначають точкові проби, відібрані з шару; незаштриховані позначають об'єднані проби

Рисунок 6.9 - Схема прикладу 1

Так як загальна маса партії становить 19000 т, відбирають 126 точкових проб.

Точкові проби вміщують по черзі у два контейнери і складають об'єднані проби А і В, кожна із яких включає 63 точкові проби.

Пошарове відбирання проб

Кількість точкових проб n_3 , що відбирають від кожного шару, визначають за кількістю шарів n_4 , що формують партію, із кількістю точкових проб за рівнянням:

$$n_3 = \frac{n_1}{n_4}.$$

Якщо відібрано $2n_1$ точкових проб кількість точкових проб зводять до більшого цілого числа.

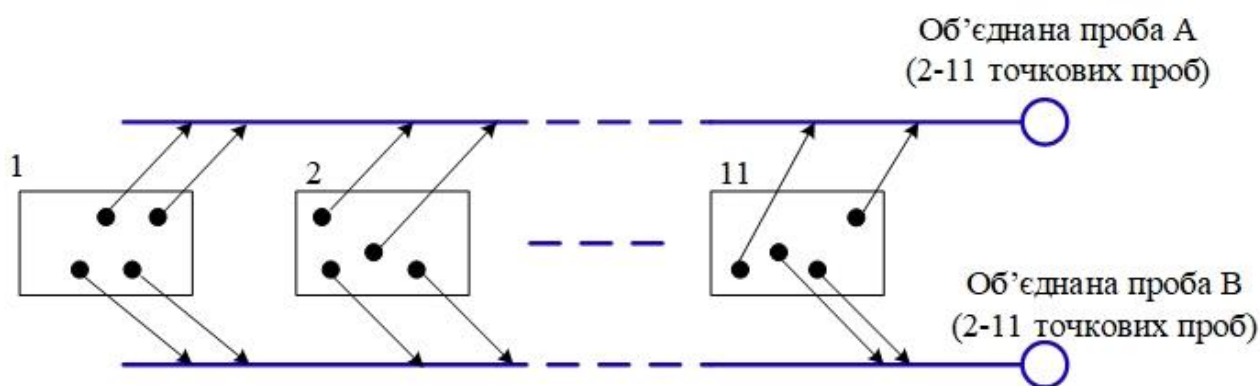
Якщо відбирають $2n_1$ точкових проб, $2n_3$ точкових проб відбирають від кожного шару і розділяють довільно на дві часткові проби, кожна по n_3 точкових проб.

З іншого боку, якщо експеримент виконують як частину поточного відбирання проб і відбирають n_1 точкових проб, n_3 точкових проб відбирають від кожного шару і розділяють довільно на дві часткові проби, кожна по $n_3/2$ точкових проб. Дві часткові проби від кожного шару об'єднують у дві об'єднані проби А і В відповідно.

Приклад 2

Нехай партія ділиться на 11 шарів, кожен по 60 т і кількість точкових проб n_1 визначають для цілої партії ($60 \text{ т} \times 11 = 660 \text{ т}$) згідно із ISO 3082 складає 20. Тоді, кількість точкових проб, що відбирають від кожного шару:

$$n_3 = \frac{n_1}{n_4} = \frac{20}{11} = 1,8 \rightarrow 2$$



Умовні позначки: прямокутники позначають шар; заштриховані кружки позначають точкові проби відібрані із шару; незаштриховані позначають об'єднані проби

Рисунок 6.10 - Схема до прикладу 2

Якщо відбирають $2n_1$ точкових проб, то чотири ($2n_3 = 2 \cdot 2$) точкові проби відбирають із кожного шару і ділять довільно на дві часткові проби, кожна з яких складається із двох точкових проб. Дві часткові проби від кожного з 11 шарів об'єднують у дві об'єднані проби А і В відповідно, кожна з яких складається з 22 ($2n_4 = 2 \cdot 11 = 22$) точкових проб.

Готування проб і вимірювання

Дві об'єднані проби А і В відібрані як показано вище, готують окремо і піддають випробуванням або за методом 1, методом 2 або за методом 3 наведеним нижче.

Метод 1.

Окремо ділять кожну із двох об'єднаних про А і В. На отриманих у результаті чотирьох випробних пробах A_1 , A_2 , B_1 , B_2 проводять паралельно випробування. Вісім випробувань виконують у випадковому порядку (рис.6.11).

Метод 1 дозволяє роздільно визначати похибку відбирання проби, готування проби і вимірювання.

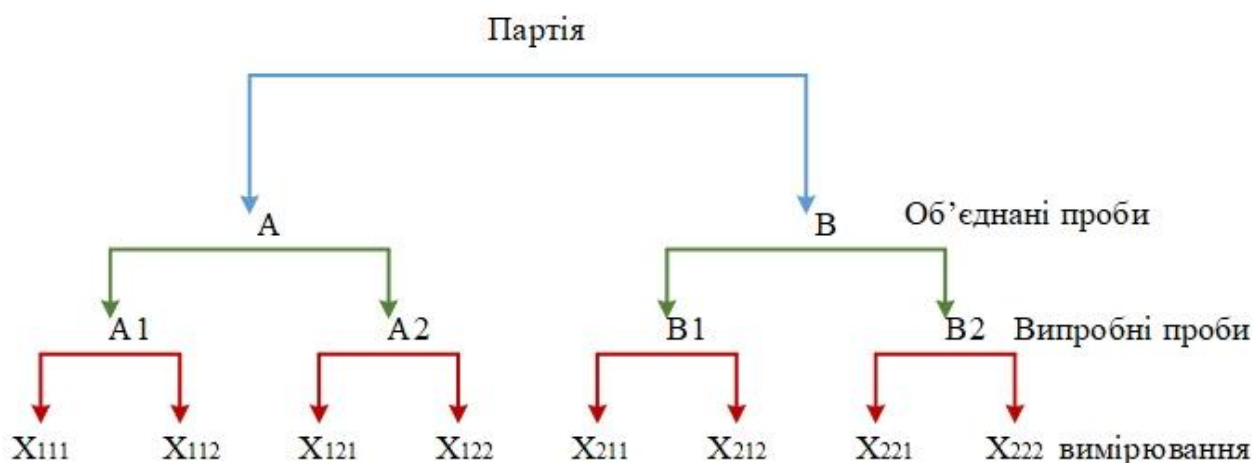


Рисунок 6.11 - Схема до методу 1

Метод 2.

Об'єднану пробу A_1 ділять для готування двох випробних проб A_1 і A_2 , та одну випробну пробу готують із об'єднаної проби B (рис.6.12). На випробній пробі A_1 проводять паралельні випробування і на пробах A_2 і B проводять одиничні випробування.

Метод 2 дозволяє також визначати окремо похибку відбирання проб, готування проби і вимірювання. Однак визначення похибки менш точне ніж за методом 1.

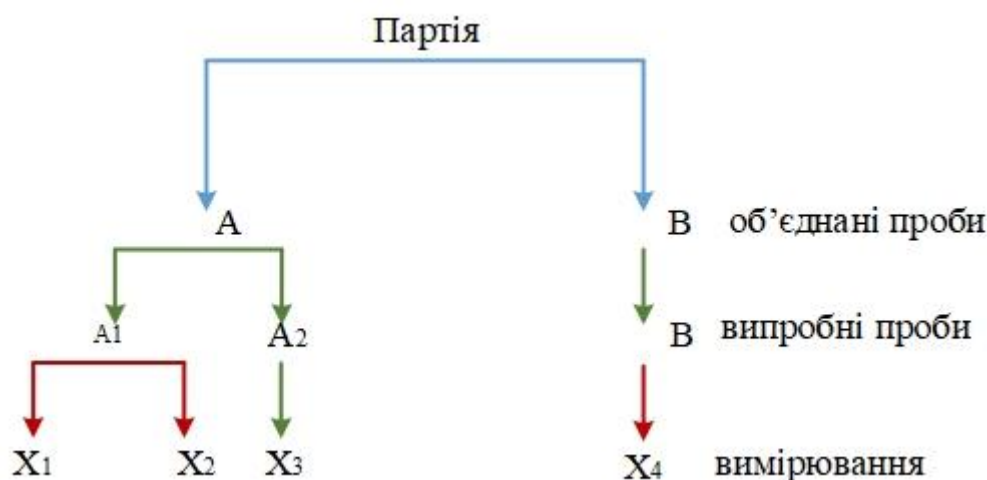


Рисунок 6.12 - Схема методу 2

Метод 3.

Від кожної із двох об'єднаних проб A і B готують по одній випробній пробі і на кожній пробі проводять одиничні випробування (рис.6.13).

Метод 3 дозволяє отримати лише загальну похибку відбирання проб, готування проби і вимірювання.

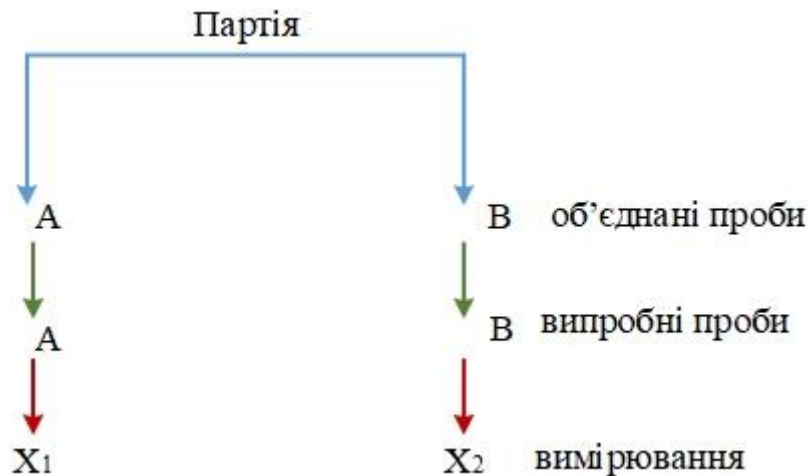


Рисунок 6.13 - Схема методу 3

Аналіз експериментальних даних

Вибір методу аналізу експериментальних даних, як показано нижче, залежить від методу готування проби та вимірювання, і не залежить від методу відбирання проби: періодичного, систематичного або пошарового.

Метод 1.

Розрахункові значення похибки відбирання проб, готування і вимірювання за довірчої ймовірності 95 % обчислюють згідно наведеної нижче послідовності:

- Позначають чотири виміри (наприклад, масова частка заліза) для кожної із двох загальних проб А і В через X_{111} , X_{112} , X_{121} та X_{211} , X_{221} , X_{222} .
- Розраховують середнє арифметичне значення $\bar{x}_{ij}$ і розмах R_1 для кожної пари паралельних вимірювань за рівняннями:

$$\bar{x}_{ij} = \frac{1}{2} \cdot (x_{ij1} + x_{ij2}),$$

$$R_1 = |x_{ij1} - x_{ij2}|,$$

де $i = 1, 2$ позначають об'єднані проби А і В;

$j = 1, 2$ позначають випробні проби.

- Розраховують середнє значення $\bar{\bar{x}}_i$ і розмах R_2 для кожної пари паралельних проб за рівняннями відповідно:

$$\bar{\bar{x}}_i = \frac{1}{2} \cdot (\bar{x}_{i1} + \bar{x}_{i2}),$$

$$R_2 = |\bar{x}_{i1} - \bar{x}_{i2}|.$$

- Розраховують середнє арифметичне значення $\bar{\bar{\bar{x}}}$ та розмах R_3 для кожної пари об'єднаних проб А і В за рівняннями відповідно:

$$\bar{\bar{x}} = \frac{1}{2} \cdot (\bar{x} + \bar{x}_2),$$

$$R_3 = |\bar{x}_1 - \bar{x}_2|.$$

- Розраховують загальне середнє арифметичне значення $\bar{\bar{x}}$ і середні арифметичні значення розмахів за виразами:

$$\bar{\bar{x}} = \frac{1}{n} \cdot \sum \bar{\bar{x}},$$

$$\bar{R}_1 = \frac{1}{4 \cdot n} \sum R_1, \bar{R}_2 = \frac{1}{2 \cdot n} \sum R_2, \bar{R}_3 = \frac{1}{n} \sum R_3$$

де n - кількість партій.

- Розраховують контрольні межі для розмахів і будують контрольні карти розмаху. Верхні контрольні границі для R - карт:

$$D_4 \bar{R}_1 (\text{для } R_1), D_4 \bar{R}_2 (\text{для } R_2), D_4 \bar{R}_3 (\text{для } R_3)$$

де $D_4 = 3,267$ для пари вимірювань.

- Якщо всі значення R_3 , R_2 і R_1 не перевищують верхні контрольні границі для R - карт, ще свідчить про те, що процеси відбирання проб, готування проб і вимірювання проб перебувають у режимі статистичного контролювання.

З іншого боку, якщо окремі значення R_3 , R_2 і R_1 лежать за границею відповідних верхніх контрольних величин, дослідний процес (відбирання проби, готування проби або вимірювання) не перебуває в режимі статистичного контролювання і його необхідно перевірити із метою виявлення невідповідних причин. Такі значення викидають та середні арифметичні значення розмахів перераховують.

- Якщо відбирають $2n_1$ точкових проб, розраховують розрахункові значення середніх квадратичних відхилів вимірювання $\hat{\sigma}_M^2$, готування $\hat{\sigma}_P^2$ і відбирання проб $\hat{\sigma}_S^2$ за формулами:

$$\hat{\sigma}_M^2 = \left(\frac{\bar{R}_1}{d_2} \right)^2, \hat{\sigma}_P^2 = \left(\frac{\bar{R}_2}{d_2} \right)^2 - \frac{1}{2} \cdot \hat{\sigma}_M^2, \hat{\sigma}_S^2 = \left(\frac{\bar{R}_3}{d_2} \right)^2 - \frac{1}{2} \cdot \hat{\sigma}_M^2 - \frac{1}{2} \cdot \hat{\sigma}_P^2,$$

де $\frac{1}{d_2} = 0,8862$ - для пари вимірювань.

Якщо розраховані $\hat{\sigma}_P^2$ або $\hat{\sigma}_S^2$ - від'ємні, то їх приймають рівним нулю.

- Визначають розрахункові значення похибки відбирання проби ($\beta_S = 2 \cdot \hat{\sigma}_S$), готування проби ($\beta_P = 2 \cdot \hat{\sigma}_P$) та вимірювання ($\beta_M = 2 \cdot \hat{\sigma}_M$).

- Визначають розрахункове значення загальної похибки відбирання проби, готування проби та вимірювання ($\beta_{SPM} = 2 \cdot \hat{\sigma}_{SPM}$) за рівнянням:

$$\hat{\sigma}_{SPM} = \sqrt{\hat{\sigma}_S^2 + \hat{\sigma}_P^2 + \hat{\sigma}_M^2}.$$

Метод 2

Вводять наступні позначення для чотирьох вимірювань:

x_1, x_2 - паралельні вимірювання випробної проби A_1 , підготованої із об'єднаної проби А;

x_3 - одиничне вимірювання випробної проби A_2 , підготовленої із об'єднаної проби А;

x_4 - одиничне вимірювання випробної проби В, підготовленої із об'єднаної проби В.

- Розраховують середнє арифметичне значення $\bar{x}$ і розмах R_1 для кожної пари паралельних вимірювань за рівняннями:

$$\bar{x} = \frac{1}{2} \cdot (x_1 + x_2),$$

$$R_1 = |x_1 - x_2|$$

- Розраховують середнє арифметичне значення $\bar{\bar{x}}$ і розмах R_2 за рівняннями:

$$\bar{\bar{x}} = \frac{1}{2} \cdot (\bar{x} + x_3),$$

$$R_2 = |\bar{x} - x_3|.$$

- Розраховують середнє арифметичне значення $\bar{\bar{\bar{x}}}$ і розмах R_3 для кожної пари об'єднаних проб А і В за рівняннями:

$$\bar{\bar{\bar{x}}} = \frac{1}{2} \cdot (\bar{\bar{x}} + x_4),$$

$$R_3 = |\bar{\bar{x}} - x_4|.$$

- Розраховують загальне середнє арифметичне значення $\bar{\bar{\bar{\bar{x}}}}$ і середні арифметичних значення розмахів за рівняннями:

$$\bar{\bar{\bar{\bar{x}}}} = \frac{1}{n} \cdot \sum \bar{\bar{\bar{x}}}, \quad \bar{R}_1 = \frac{1}{n} \cdot \sum R_1, \quad \bar{R}_2 = \frac{1}{n} \cdot \sum R_2, \quad \bar{R}_3 = \frac{1}{n} \cdot \sum R_3,$$

де n - кількість партій.

- Якщо всі значення від R_3, R_2, R_1 потрапляють за границі відповідних верхніх контрольних величин, досліджуваній процес (відбирання проб, готування проби або вимірювання) не перебуває в режимі статистичного контролювання і його потрібно перевірити з метою виявлення невідповідних причин. Такі значення вилучають та середні арифметичні значення розмахів перераховують.

- Якщо відбирають $2n_1$ точкових проб, визначають розрахункові значення середніх квадратичних відхилів вимірювання $\hat{\sigma}_M^2$, готування $\hat{\sigma}_P^2$ і відбирання проб $\hat{\sigma}_S^2$ за формулами:

$$\sigma_M^2 = \left(\frac{\bar{R}_1}{d_2} \right)^2, \quad \sigma_P^2 = \left(\frac{\bar{R}_2}{d_2} \right)^2 - \frac{3}{4} \cdot \sigma_M^2,$$

$$\sigma_S^2 = \left(\frac{\bar{R}_3}{d_2} \right)^2 - \frac{11}{16} \cdot \sigma_M^2 - \frac{3}{4} \cdot \sigma_P^2,$$

де $\frac{1}{d_2} = 0,8862$ - для пари вимірювань.

Якщо розраховані $\hat{\sigma}_P^2$ або $\hat{\sigma}_S^2$ - від'ємні, то їх приймають рівним нулю.

- Визначають розрахункові значення похибки відбирання проби ($\beta_S = 2 \cdot \hat{\sigma}_S$), готування проби ($\beta_P = 2 \cdot \hat{\sigma}_P$) та вимірювання ($\beta_M = 2 \cdot \hat{\sigma}_M$).

- Визначають розрахункове значення загальної похибки відбирання проби, готування проби та вимірювання ($\beta_{SPM} = 2 \cdot \hat{\sigma}_{SPM}$) за рівнянням:

$$\hat{\sigma}_{SPM} = \sqrt{\hat{\sigma}_S^2 + \hat{\sigma}_P^2 + \hat{\sigma}_M^2}.$$

Метод 3

Під час використання методу 3, розрахункові значення похибки відбирання, готування проби та вимірювання не обчислюється окремо, а визначають лише загальну похибку $2\hat{\sigma}_{SPM}$.

Співвідношення між значеннями цих похибок має вигляд:

$$\hat{\sigma}_{SPM}^2 = \hat{\sigma}_S^2 + \hat{\sigma}_P^2 + \hat{\sigma}_M^2.$$

- Розраховують середнє арифметичне значення $\bar{x}$ і розмах R_1 для кожної пари паралельних вимірювань за рівняннями:

$$\bar{x} = \frac{1}{2} \cdot (x_1 + x_2),$$

$$R_1 = |x_1 - x_2|.$$

де x_1, x_2 – вимірювання випробних проб А і В відповідно.

- Розраховують загальне середнє арифметичне значення $\bar{\bar{x}}$ і середнє арифметичне значення розмаху $\bar{R}$ за формулами:

$$\bar{\bar{x}} = \frac{1}{n} \cdot \sum \bar{x}, \quad \bar{R} = \frac{1}{n} \cdot \sum R,$$

де n - кількість партій.

- Розраховують контрольні границі для розмахів, так і будують контрольну карту. Верхня контрольна границя для R-карти: $D_4\bar{R}_1$, де $D_4 = 3,267$ для пари вимірювань.

Якщо всі значення R не перевищують верхню контрольну границю для R-карти, це свідчить про те, що весь процес відбирання проби, готування проби та вимірювання перебуває в режимі статистичного контролювання. З іншого боку, якщо декілька значень R потрапляють за границю відповідних верхніх контрольних величин, то весь досліджуваний процес не перебуває в режимі статистичного контролювання і його варто перевірити з метою виявлення випадкових причин. Такі значення вилучають та середні арифметичні значення розмахів перераховують.

- Якщо відбирають $2n_1$ точкових проб тоді визначають розрахункове значення загального середньо квадратичного відхилу $\hat{\sigma}_{SPM}$:

$$\sigma_{SPM}^2 = \left(\frac{\bar{R}}{d_2} \right)^2,$$

де $\frac{1}{d_2} = 0,8862$ - для пари вимірювань.

Інтерпретація результатів

Розрахункове значення загальної похибки відбирання проб, готування проб і вимірювання $2\hat{\sigma}_{SPM}$ отримані за методом 1, 2, 3 порівнюють із загальною похибкою β_{SPM} яка вказана в таблиці 1 [53]. Якщо розрахункове значення похибки перевищує значення, зазначене [53], приймають один або більше перелічених нижче заходів.

Заходи з виправлення похибок

1. Перевіряння для змін у варіації якості. Перевіряння для змін у варіації якості залізної руди відповідно до методу, наведеного в [54]. Якщо підтверджується, що існують значні зміни варіації якості залізної руди, порівняно із встановленою раніше, перераховують кількість точкових проб n_1 , що відбирають від партії, з урахуванням зміненої варіації якості, згідно із даних таблиці 2 [53].

2. Збільшення кількості точкових проб. У випадку періодичного, систематичного або пошарового відбирання проб, від партії можна відбирати більшу кількість точкових проб n_1' . Завдяки цьому можна пропорційно зменшити похибку відбирання проби: $\sqrt{\frac{n_1}{n_1'}}$.

3. Збільшення маси точкових проб. Збільшення маси точкових проб, зозволяє зменшити похибку. Однак збільшення маси точкової проби вище певної

величини призводить лише до незначного зменшення похибки відбирання проби.

4. Перевіряння готування проби та вимірювання. Якщо застосовують методи 1 і 2 та окремо визначають похибки відбирання проб, готування проби і вимірювання, це дає можливість перевірити яка із цих стадій дасть велику похибку. Проби треба готувати та вимірювати, ретельно контролювати, тому що поліпшення операцій готування проби і збіжність результатів вимірювання дозволяє зменшити загальну похибку.

Оцінювання невизначеності із врахування відбору проб

Завдання СРС

Нітрат в тепличному салаті

Оцінити невизначеність вимірювання та її складові від відбору проби і аналізі при рутинному контролі вирощеного в теплиці салату з використанням стандартної методики відбору проби.

<i>Вимірювана величина</i>			
<i>аналіт/ метод</i>	<i>одиниця</i>	<i>сфера/ матриця</i>	<i>цільовий об'єкт</i>
нітрат/екстракція гарячою водою і визначення методом HPLC	мг/кг	Продукти харчування/ салат	1 відсік салату айсберг в теплиці
<i>Оцінка невизначеності</i>			
<i>мета</i>	<i>план</i>	<i>статистика</i>	
Невизначеність – сумарна, відбору проби і аналізу	Емпіричний – метод подвійних проб	Робастний ANOVA	

Опис задачі і цільовий об'єкт

Нітрат важливий для здоров'я рослин, однак при вживанні підвищених рівнів нітрату виникає небезпека для здоров'я людини. Концентрацію нітрату в салаті регулярно контролюють відповідно до вимог Європейської комісії. Оцінку концентрації проводять для кожного "відсіку", що містить до 20000 головок салату, і результат для кожного відсіку використовується індивідуально під час оцінки відповідності вимогам нормативного документа. Відповідно, як цільовий об'єкт розглядають кожен відсік, а не окремі головки салату. Для достовірного зіставлення виміряної концентрації нітрату зі встановленим у Європі пороговим значенням [29] (4500 мг/кг) потрібно оцінити невизначеність вимірювання.

Схема відбору проби

Згідно з прийнятою для цього завдання схеми, одну складову пробу готують із 10 головок салату, які відбирають у кожному відсіку теплиці [30]. Салат відбирають у досліджуваному відсіку вздовж W-подібного шляху або за п'ятиточковою схемою ("кути квадрата і центр"). Схему застосовують до всіх

відсіків, незалежно від їхнього розміру. Проби відбирали вранці і транспортували в аналітичну лабораторію в охолоджуваних льодом ящиках, термін доставки не перевищував 24 год після відбору проб.

План дослідження - метод подвійних проб

Для включення в протокол оцінки невизначеності було відібрано мінімальну кількість цільових об'єктів - вісім. У кожному з цих відсіків крім рутинної проби (S1) була відібрана друга проба з 10 головок (S2). Другу пробу відібрали так, щоб відтворити можливе відхилення, пов'язане з неоднозначністю схеми відбору проби, наприклад, щодо позиціонування початку й орієнтації W-подібного шляху відбору.

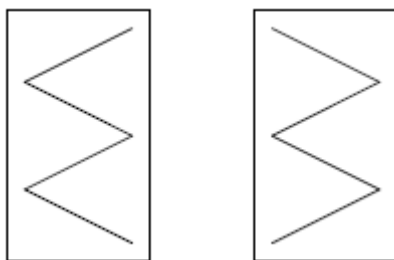


Рисунок 6.14 - Приклад методу подвійних проб

Приклад застосування методу подвійних проб. У представленому як приклад плані типу W схема встановлює форму лінії відбору, але не її позицію або орієнтацію. W-подібний шлях може починатися як зліва, так і справа. Десять головок відбирають уздовж лінії W і отримують складову пробу для одного цільового об'єкта.

Відбір проб і аналіз у лабораторії

Після прибуття в лабораторію первинні проби були заморожені. Одну головку салату (інкремент) з кожної проби, що складалася з 10 головок, розрізали на чотири рівні чверті і дві з них відбирали. Цю операцію повторювали для кожного з 10 інкрементів проби. Отримані 20 четвертин поміщали в пристрій для обробки продуктів фірми Hobart і розмочували, щоб отримати складову пробу. Відбирали дві тестові порції (10 г) для аналізу. Кожну тестову порцію екстрагували гарячою водою і визначали концентрацію нітрату методом HPLC (з ультрафіолетовим детектором). Одночасно з реальними пробами аналізували зразки для контролю якості (добавки). Суттєвого аналітичного зсуву виявлено не було, тому в отримані дані поправку на зсув не вводили. Початкові виміряні значення, що використовуються для оцінки невизначеності, відповідним чином заокруглювали; результати, що були меншими за нуль або межу виявлення, не виключали.

Найкращі оцінки концентрації нітрату в кожному з восьми цільових відсіків наведено в таблиці 6.7.

Таблиця 6.7 - Виміряні значення концентрації (мг/кг) нітрату у восьми подвійних пробах

	S1A1	S1A2	S2A1	S2A2
A	3889	4139	4466	4693
B	3910	3993	4201	4126
C	5708	5903	4061	3782
D	5028	4754	5450	5416
E	4640	4401	4248	4191
F	5182	5023	4662	4839
G	3028	3224	3023	2901
H	3966	4283	4131	3788

Подвійні проби позначені як S1 і S2. Аналогічно повторні аналізи позначені як A1 та A2. Отже, DS1A2 (значення 4754 мг/кг) є результатом аналізу A2 проби S1 з цільового об'єкта D.

Перш ніж застосовувати статистичні методи, варто оцінити загальний рівень розкиду даних. Різниця результатів повторних аналізів (наприклад, BS1A1 і BS1A2) перебуває, в основному, в межах 300 мг/кг, тобто показник аналітичної прецизійності становить менше 10 %. Результати для повторних проб (наприклад, DS1 і DS2) узгоджуються гірше, але загалом вони відрізняються менш ніж на 20 %. Проте для одного цільового об'єкта (C) ця відмінність більш суттєва, тому тут можна припускати викид.

Визначення випадкової складової невизначеності вимірювання і двох її основних доданків (від відбору проби і від аналізу) було виконано за допомогою класичного дисперсійного аналізу ANOVA (рис.6.14) та робастного дисперсійного аналізу (RANOVA, [34] <https://www.rsc.org/membership-and-community/connect-with-others/join-scientific-networks/subject-communities/analytical-science-community/amc/software/>), результати наведено на рис.6.15). Тут було застосовано робастний дисперсійний аналіз, оскільки в даній, досить добре вивченій ситуації, можна припускати, що отримані викиди скоріше є аномаліями, ніж відображають реальну статистику сукупності; також RANOVA було використано як засіб контролю аналітичних викидів. Примітка. Робастні методи не слід використовувати там, де удавані викиди виникають як частина типової сукупності даних для відібраних інкрементів або цільових об'єктів, якщо тільки конкретна реалізація не дає змоги врахувати ненормальний розподіл для частини передбачуваної структури похибок.

	A	B	C	D	E	F	G
1	Ніпрат в тепличному салаті						
2	Вихідні дані до розрахунку		\$1A1	\$1A2	\$2A1	\$2A2	
3		A	3889	4139	4466	4693	
4		B	3910	3993	4201	4126	
5		C	5708	5903	4061	3782	
6		D	5028	4754	5450	5416	
7		E	4640	4401	4248	4191	
8		F	5182	5023	4662	4839	
9		G	3028	3224	3023	2901	
10		H	3966	4283	4131	3788	
11	Стандартне відхилення (загальне)		749,3670118				
12	Дисперсія (загальна)		561550,9183				

Рисунок 6.15 - Класичний розрахунок ANOVA в ППП Excel

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
13	1. Розрахунок ANOVA - невизначеність аналізу - сума квадратів різниць, внутрішньогрупова (SS- похибка)									
14			вимаріані значення		Середнєзначення для кожної	Квадрат різниці - всередині групи				
15			A1	A2	$\bar{A}_i = \left(\frac{A1 + A2}{2} \right)$	$(A1_i - \bar{A}_i)^2 + (A2_i - \bar{A}_i)^2$				
16		S1	3889	4139	4014	31250				
17		S1	3910	3993	3951,5	3444,5				
18		S1	5708	5903	5805,5	19012,5				
19		S1	5028	4754	4891	37538				
20		S1	4640	4401	4520,5	28560,5				
21		S1	5182	5023	5102,5	12640,5				
22		S1	3028	3224	3126	19208				
23		S1	3966	4283	4124,5	50244,5				
24		S2	4466	4693	4579,5	25764,5				
25		S2	4201	4126	4163,5	2812,5				
26		S2	4061	3782	3921,5	38920,5				
27		S2	5450	5416	5433	578				
28		S2	4248	4191	4219,5	1624,5				
29		S2	4662	4839	4750,5	15664,5				
30		S2	3023	2901	2962	7442				
31		S2	4131	3788	3959,5	58824,5				
32		N			16					
33	середнє значення $\bar{X}_a$		4345,28125							
34	SS-похибка (S _{anal})		$\sum_{i=1}^N (A1_i - \bar{A}_i)^2 + (A2_i - \bar{A}_i)^2$				353529,5			
35	Число степенів свободи		$df = 2N - N$				16			
36	Дисперсія		$S^2 = \frac{SS_{anal}}{df}$				22095,59375			
37	Стандантне відхилення		$SD_{anal} = \sqrt{\frac{SS_{anal}}{df}}$				148,6458669			
38	Відсоток від загальної дисперсії						3,934744478			

	A	B	C	D	E	F	G	H	I
40	2. Розрахунок ANOVA - невизначеність відбору проби - сума квадратів різниці (SSamp- похибка)								
41			S1A1	S1A2	S2A1	S2A2	Середнє значення $\bar{S}_i$	$\left(\frac{S1A1 + S1A2}{2} - \bar{S}_i\right)$	
42		A	3889	4139	4466	4693	4296,75	79947,5625	
43		B	3910	3993	4201	4126	4057,5	11236	
44		C	5708	5903	4061	3782	4863,5	887364	
45		D	5028	4754	5450	5416	5162	73441	
46		E	4640	4401	4248	4191	4370	22650,25	
47		F	5182	5023	4662	4839	4926,5	30976	
48		G	3028	3224	3023	2901	3044	6724	
49		H	3966	4283	4131	3788	4042	6806,25	
50		Ns	8						
51	SS-похибка (Samp)						$SS_{amp} = \sum_{i=1}^{N_z} 4 \cdot \left(\frac{S1A1 + S1A2}{2} - \bar{S}_i\right)^2$	4476580,25	
52	Число степенів свободи						$df_z = 2N - N$	8	
53	Дисперсія						$S_{amp}^2 = \frac{\left(\frac{SS_{anal}}{df} - \frac{SS_{amp}}{df_s}\right)}{2}$	268738,4688	
54	Стандантне відхилення						$SD_{anal} = \sqrt{SS_{amp}}$	518,399912	
56	Відсоток від загальної дисперсії							47,85647391	

Рисунок 6.15 (продовження) - Класичний розрахунок ANOVA в ППП Excel

На рис.6.16 наведено результати ANOVA для даних, отриманих в експерименті за збалансованим планом (n = 8, таблиця 6.7). Для порівняння наведено і робастну, і класичну оцінки. Розраховано оцінки стандартного відхилення "між об'єктами" (sbetween-target), "всередині об'єкта" (ssamp) і між результатами хімічного аналізу (sanal). Результати наведені в тих самих одиницях концентрації, що й вхідні дані (тобто в цьому випадку в міліграмах на кілограм/кг).

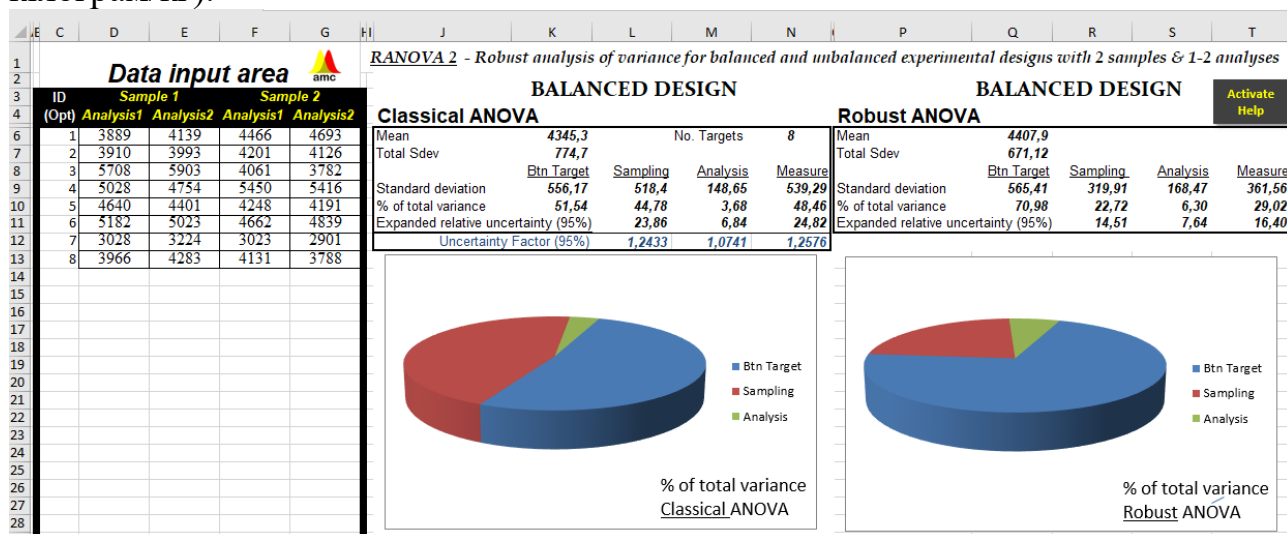


Рисунок 6.16 - Результати статистичного аналізу [34]

З наведених робастних оцінок (рис.6.11) отримуємо:

$$SD_{smp} = 319,05 \text{ мг/кг}; SD_{anal} = 167,94 \text{ мг/кг}.$$

За допомогою рівняння 6.46 обчислюємо s_{meas} :

$$u = s_{mean} = \sqrt{SD_{sampling}^2 + SD_{analytical}^2} = 360,55 \text{ мг/кг}.$$

Отримане значення можна використовувати як оцінку випадкової складової стандартної невизначеності (u).

Розширену відносну невизначеність розраховуємо за рівнянням 6.48:

$$U'_{meas} = \frac{2 \cdot s_{meas}}{\bar{x}} \cdot 100 \% = \frac{2 \cdot 360,55}{4408} \cdot 100 \% = 16,4 \ \%.$$

Аналогічно для випадкової складової розширеної відносної невизначеності відбору проби отримуємо:

$$U'_{smp} = \frac{2 \cdot s_{meas}}{\bar{x}} \cdot 100 \% = \frac{2 \cdot 319,05}{4408} \cdot 100 \% = 14,5 \ \%.$$

Для порівняння розрахуємо випадкову складову розширеної невизначеності аналізу

$$U'_{anal} = \frac{2 \cdot s_{meas}}{\bar{x}} \cdot 100 \% = \frac{2 \cdot 167,94}{4408} \cdot 100 \% = 7,6 \ \%.$$

Це значення менше за межу, що встановлюється зазвичай у процедурах внутрішнього контролю якості аналізу (наприклад, 10 %).

Оцінка відповідності вимірювань поставленій задачі

Спочатку було використано критерій відповідності поставленому завданню, заснований на внеску вимірювань у загальну дисперсію. При використанні RANOVA програма обчислює, який відносний внесок у сумарну дисперсію вносять дисперсія між об'єктами, дисперсія усередині об'єкта (або дисперсія відбору проби) і дисперсія аналізу (рисунк 6.7). У цьому дослідженні вмісту нітрату в салаті максимальний внесок у сумарну дисперсію вносить дисперсія між об'єктами (71,1 %). Підсумовуючи внесок дисперсії відбору проби (22,6 %) і дисперсії аналізу (6,3 %), отримуємо, що процес вимірювання загалом робить внесок, що дорівнює 28,9 % від сумарної дисперсії. Це дещо перевищує ідеальні 20 %. У дисперсії вимірювання переважаючим фактором є відбір проб, на який припадає 78,2 % від дисперсії вимірювання.

Відповідність поставленому завданню також можна оцінити з використанням методології оптимальної невизначеності (ОН). Цей метод розглядає оцінку відповідності поставленому завданню з точки зору витрат [31].

У цьому випадку можна показати, що для досягнення відповідності поставленій меті потрібно збільшити обсяг складової проби з 10 до 40 головок салату [32].

Представлення результатів

Для кожного відсіку теплиці з салатом (цільового об'єкта) концентрацію нітрату в складовій пробі з 10 головок зіставляють із граничним значенням (4500 мг/кг). Кожне значення концентрації нітрату має бути представлено разом із невизначеністю вимірювання (16,4 % від виміряного значення) (рис.6.10). Рішення про те, чи перевищено в кожній партії граничне значення, приймають на підставі виміряного значення та його невизначеності відповідно до положень відповідного нормативного документа [33].

<i>Невизначеність вимірювань</i>		
<i>Відбір проб</i>	<i>Аналіз</i>	<i>Сумарна</i>
14,5 %	7,6 %	16,4 %

Таблиця 6.8 - Визначення діапазону вимірюваної величини для рутинної проби S1A1 різних цільових об'єктів

<i>Цільовий об'єкт</i>	<i>S1A1</i>	<i>Розширена невизначеність 16,4 %</i>
A	3889	637,796
B	3910	641,24
C	5708	936,112
D	5028	824,592
E	4640	760,96
F	5182	849,848
G	3028	496,592
H	3966	650,424

Тоді, наприклад, для об'єкту G значення вимірюваної величини лежить в межах від 2531,4 мг/кг до 3524,6 мг/кг.

Завдання СРС

Свинець у забрудненому верхньому шарі ґрунту

Виконати оцінку невизначеності вимірювання та її складових від відбору проби та аналізу для кожного зі 100 різних цільових об'єктів у межах однієї ділянки з використанням загальної схеми відбору проб.

<i>Вимірювана величина</i>			
<i>аналіт/ метод</i>	<i>одиниця</i>	<i>сфера/ матриця</i>	<i>цільовий об'єкт</i>
Загальний свинець/ICP-AES	мг/кг в перерахунку на суху основу	Довкілля/верхній шар ґрунту	100 об'єктів - кожен площею 30х30 м та глибиною від 0 до 150 мм
<i>Оцінка невизначеності</i>			
<i>мета</i>	<i>план</i>	<i>статистика</i>	
Невизначеність - сумарна, відбору проби і аналізу	Емпіричний - метод подвійних проб	Робастний ANOVA	

Загальний опис завдання та цільовий об'єкт

Було проведено дослідження земельної ділянки площею 9 гектарів у рамках її оцінки як можливого місця для житлового будівництва. Було встановлено, що найважливішим аналізованим елементом з точки зору загрози для здоров'я людини є свинець. Для того щоб зіставити концентрацію свинцю в ґрунті з межею, встановленою в національному законодавстві (450 мг/кг), треба було оцінити концентрацію свинцю і невизначеність вимірювання для кожного зі 100 цільових об'єктів.

Схема відбору проби

Сто проб верхнього шару ґрунту (номінальна глибина від 0 до 150 мм) відбирали ручним буром (діаметр 25 мм) у 100 точках. Ці точки були розподілені за регулярною сіткою з кроком 30 м (табл. А.2) і, отже, кожна з них повинна була представляти площу (30 x 30) м. Координати точок відбору проби визначали за допомогою рулетки та компаса.

План дослідження - метод подвійних проб

Десять проб (тобто 10 % від загальної кількості) було відібрано двічі відповідно до збалансованого плану (рис.6.6) в обраних випадковим чином точках. Повторні проби відбирали на відстані 3 м від першої проби у випадково обраному напрямку. У такий спосіб було враховано неоднозначність схеми відбору проби, невизначеність місця розташування цільового об'єкта (наприклад, похибка визначення координат точок відбору), а також вплив маломасштабної неоднорідності вимірюваної концентрації в межах заданого об'єкта. Для оцінки аналітичного зсуву в деякому діапазоні концентрації було проаналізовано шість атестованих стандартних зразків (CRM) ґрунту.

Відбір проб і аналіз у лабораторії

Первинні проби сушили протягом доби в печі за температури 60 °С, подрібнювали та просіювали для видалення частинок із природним розміром зерен понад 2 мм (виходячи з визначення ґрунту). Просіяні проби (< 2 мм) розмелювали (95 % < 100 мкм) і перемішували. Відбирали тестові порції масою 0,25 г, розчиняли їх в азотній і хлорній кислоті та потім визначали вміст свинцю методом атомно-емісійної спектроскопії з індуктивно зв'язаною плазмою (ICP-AES) [35]. Вимірювання проводили в умовах повного контролю якості аналізу, і в їхні результати вводили поправку на концентрацію в холостих пробах, якщо її значення статистично відрізнялися від нуля. Початкові виміряні значення, використані для оцінки невизначеності, не заокруглювали і не виключали значення, що були меншими за нуль або границю виявлення.

Найкращі оцінки концентрації свинцю в кожній зі 100 цільових точок показано в таблиці 6.9. Результати змінюються від точки до точки вельми істотно, приблизно в 10 разів. Розкид усередині десяти з цих точок, обраних

випадковим чином, (тобто A4, B7, C1, D9, E8, F7, G7, H5, I9 і J5) використовували для оцінки невизначеності відбору проби (табл.6.9). Цей розкид усередині об'єкта істотний (приблизно дворазовий), але він значно менший за розкид між цільовими об'єктами.

Для оцінки невизначеності виконували чотири вимірювання за збалансованим планом для кожного з 10 цільових об'єктів, обраних для подвійного відбору проб (табл.6.10). Попередній побіжний аналіз цих даних дає змогу якісно оцінити співвідношення двох джерел невизначеності вимірювання. Велика розбіжність між значеннями концентрації для деяких повторних проб вказує на високий рівень невизначеності відбору проби (наприклад, між пробами S1 і S2 для об'єкта D9). Водночас збіг між результатами повторних аналізів (A1 та A2) для більшості проб загалом набагато кращий (відмінність < 10 %), ніж між повторними пробами.

Таблиця 6.9 - Виміряні значення концентрації свинцю (мг/кг) в кожній із точок відбору, які представлені дійсними координатами в регулярній сітці відбору проби (30 м)

Ряд	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
1	474	287	250	338	212	458	713	125	77	168
2	378	3590	260	152	197	711	165	69	206	126
3	327	197	240	159	327	264	105	137	131	102
4	787	207	197	87	254	1840	78	102	71	107
5	395	165	188	344	314	302	284	89	87	83
6	453	371	155	462	258	245	237	173	152	83
7	72	470	194	82,5	162	441	199	326	290	164
8	71	101	108	521	218	327	540	132	258	246
9	72	188	104	463	482	228	135	285	181	146
10	89	366	495	779	60	206	56	135	137	149

Таблиця 6.10 - Виміряні значення концентрації свинцю (мг/кг) в 10 подвійних пробах (при загальній кількості об'єктів 100) отримані при обстеженні забрудненої ділянки землі (табл.6.9)

	S1A1	S1A2	S2A1	S2A2
A4	787	769	811	780
B7	338	327	651	563
C1	289	297	211	204
D9	662	702	238	246
E8	229	215	208	218
F7	346	374	525	520
G7	324	321	77	73
H5	56	61	116	120
I9	189	189	176	168
J5	61	61	91	119

Повторні проби позначені як S1 і S2. Аналогічним чином, повторні аналізи позначені як A1 і A2. Отже, D9S1A2 (значення 702 мг/кг) - це результат другого аналізу проби S1, взятої з цільового об'єкта D9. Для ясності тут показано і використано для подальших обчислень округлені значення, але загалом бажано використовувати в розрахунках неокруглені значення.

Випадкову складову невизначеності вимірювання та два її основних доданків (від відбору проб і від аналізу) розраховували за допомогою робастного дисперсійного аналізу (RANOVA) [34]; типовий результат розрахунку показано на рис.6.17. Робастну статистику обрали для врахування викидів, що є очевидними в цьому випадку (наприклад, об'єкт A4, подвійна проба D9S1/S2, повторні аналізи B7S2A1/A2) та мають місце в більшості аналогічних сукупностей даних. Оцінки невизначеності усереднено по 10 об'єктах, при цьому передбачалося, що невизначеність у цьому діапазоні концентрації істотно не змінюється. Невизначеність виражена у відносному вигляді, оскільки такий підхід застосовний у цьому діапазоні концентрації.

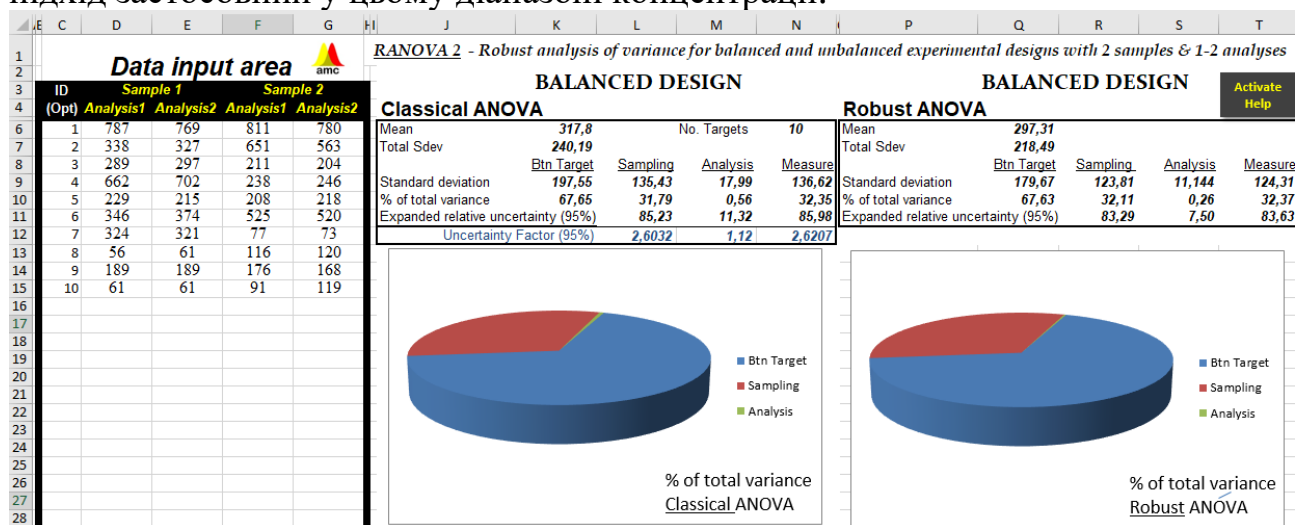


Рисунок 6.17 - Результати статистичного аналізу ANOVA, RANOVA визначення свинцю в ґрунті для даних отриманих в експерименті за збалансованим планом (n = 10 табл.6.10) [34]

З наведених робастних оцінок (рис.6.12) отримуємо:

$$SD_{smp} = 123,81 \text{ мг/кг}; SD_{anal} = 11,144 \text{ мг/кг}.$$

За допомогою рівняння 6.1 обчислюємо s_{meas} :

$$u = s_{mean} = \sqrt{SD_{sampling}^2 + SD_{analytical}^2} = 124,31 \text{ мг/кг}.$$

Отримане значення можна використовувати як оцінку випадкової складової стандартної невизначеності (u).

Розширену відносну невизначеність розраховуємо за рівнянням (6.48):

$$U'_{meas} = \frac{2 \cdot s_{meas}}{\bar{x}} \cdot 100 \% = \frac{2 \cdot 124,31}{297,3} \cdot 100 \% = 83,63 \%.$$

Аналогічно для випадкової складової розширеної відносної невизначеності відбору проби невизначеності відбору проби отримуємо:

$$U'_{smp} = \frac{2 \cdot s_{meas}}{\bar{x}} \cdot 100 \% = \frac{2 \cdot 123,8}{297,3} \cdot 100 \% = 83,29 \%.$$

Для порівняння розрахуємо випадкову складову розширеної невизначеності аналізу

$$U'_{anal} = \frac{2 \cdot s_{meas}}{\bar{x}} \cdot 100 \% = \frac{2 \cdot 11,1}{297,3} \cdot 100 \% = 7,5 \%.$$

Це значення менше за межу, що встановлюється зазвичай у процедурах внутрішнього контролю якості аналізу (наприклад, 10 %).

Врахування аналітичного зміщення

Оцінка аналітичного зсуву склала мінус 3,41 % ($\pm 1,34$ %) і була отримана з використанням лінійної функціональної залежності [36] між виміряними й атестованими значеннями для шести CRM (табл.6.11).

Нині немає спільної згоди щодо того, як краще об'єднувати випадкові та систематичні складові під час оцінки невизначеності, хоча для цього було запропоновано чотири варіанти [21]. Один варіант [37] полягає в тому, що отриману оцінку аналітичного зміщення (наприклад, мінус 3,41 %) розглядають як типові значення для учасників міжлабораторних звірянь. Якщо це зміщення і його власну невизначеність (1,34 %) додати до випадкової складової невизначеності (використовуючи суму квадратів), то це підвищить дисперсію до того значення, яке можна було б отримати в таких звіряннях. Логіка цього підходу полягає в тому, що надлишкова невизначеність, яку зазвичай виявляють під час міжлабораторних звірень, зумовлена невиявленням зміщень у кожній лабораторії. Якщо є оцінка додаткової дисперсії, спричиненої цими зміщеннями, між різними лабораторіями, то її можна додати до випадкової складової для

однієї лабораторії. У такому разі стандартна відносна невизначеність аналізу зростає до 5,24 % [= (3,752 + 3,412 + 1,342)0,5]. Тоді розширена невизначеність аналізу (10,48 %) перевищуватиме встановлене для аналізу прийнятне значення 10 %, але її також було б корисно порівняти з незалежною оцінкою невизначеності аналітичного вимірювання, отриманою всередині лабораторії. Сумарна розширена невизначеність вимірювання підвищується в підсумку до 83,95 % [= (83,292 + 10,482)0,5] і практично збігається з випадковою складовою, що дорівнює 83,63 %.

Таблиця 6.11 - Виміряні і атестовані значення концентрації свинцю в CRM, які використані для оцінки зміщення аналітичного методу

<i>Назва CRM n=4</i>	<i>Середнє значення (мг/кг)</i>	<i>Стандартне відхилення (мг/кг)</i>	<i>Атестоване значення (мг/кг)</i>	<i>U Атестованого значення (дов. інтервал 95 %)</i>
NIST2709	19,7	3,2	18,9	0,5
NIST2710	5352,0	138,0	5532,0	80,0
NIST2711	1121,4	14,7	1162,0	31,0
BCR141	34,4	3,9	29,4	2,6
BCR142	36,21	4,6	37,8	1,9
BCR143	1297,0	33,0	1333,0	39,0

Отримана оцінка невизначеності не враховує ймовірного невиявленого зміщення відбору проби. Однак, зважаючи на те, що переважним джерелом невизначеності часто є неоднорідність цільового об'єкта. невизначеності часто є неоднорідність цільового об'єкта, додаткову невизначеність, пов'язану зі зміщенням відбору проби, можна в таких випадках вважати несуттєвою (як це було показано для аналітичного зміщення). У разі підвищених вимогах до якості вимірювань, зумовлених, наприклад, можливими серйозними фінансовими втратами внаслідок недооцінки невизначеності, краще використовувати складніший метод, що передбачає участь кількох відбірників проби та/або застосування різних схем відбору проб (табл.6.6).

Якби вимірювана величина (або істинне значення) була визначена як середня концентрація свинцю по всій ділянці, невизначеність мала б включати внесок стандартної похибки обчисленого середнього значення, виражений як $\frac{s_{total}}{\sqrt{n}}$. В цьому прикладі $s_{total} = 403$ мг/кг, $n = 100$, і тоді невизначеність середнього значення (291,9 мг/кг) дорівнює 27,6 % від значення величини за довірчої ймовірності 95 %. Це значення можна обчислити, не знаючи окремого внеску в невизначеність від відбору проби або аналізу, і в ньому часто переважає дисперсія між пробами $s_{between-sample}$.

Оцінювання відповідності вимірювань поставленому завданню

Відповідно до методу "відносного внеску в сумарну дисперсію", результати розрахунку, наведені на рис.6.12, показують відносний внесок у сумарну дисперсію ($[\text{стандартне відхилення (загальне)}]^2$), який вносять дисперсія "між цільовими об'єктами", дисперсія відбору проби (всередині зразка) і дисперсія аналізу (всередині проби). У цьому конкретному прикладі явно переважає дисперсія "між цільовими об'єктами" (67,6 % від сумарної дисперсії), хоча він менший за ідеальний поріг 80 %. Крім того, у дисперсії вимірювання відбір проби (32,11 % від сумарної дисперсії) переважає над хімічним аналізом (0,26 % від сумарної дисперсії). Дисперсія відбору проби (тобто всередині об'єкта) у цьому випадку виявилася основним фактором (99,2 %) невизначеності в процесі вимірювання (тобто $100 \cdot 32,11 / [32,11 + 0,26]$).

Оцінювання відповідності вимірювань поставленому завданню при дослідженні забрудненої ділянки землі за допомогою методу оптимальної невизначеності описано в [38].

Подання результатів та їх інтерпретація

Виміряне значення концентрації свинцю для кожного цільового об'єкта має бути представлено разом із невизначеністю, що дорівнює 83,9 % від значення концентрації. Це буде правильно для тих вимірних значень (табл.6.9), які не менше ніж у 10 разів перевищують межу аналітичного виявлення (що дорівнює в цьому випадку 2 мг/кг). В іншому випадку потрібно виражати невизначеність як функцію концентрації [39]. Крім того, оцінка невизначеності середніх значень для 10 об'єктів, з яких відбирали подвійні проби (наприклад, перелічених у таблиці 6.10), буде нижчою, а саме 59,3 % ($= 83,9/2$).

Знаючи значення невизначеності, також можна зробити ймовірнісну оцінку рівня забруднення ділянки свинцем [40].

Невизначеність вимірювань*		
Відбір проб	Аналіз	Сумарна
83,3 %	10,48 %	83,95 %

*З коефіцієнтом охоплення 2, тобто при довірчій ймовірності 95 %

Завдання СРС

Розчинене залізо в підземних водах

Визначити сумарну невизначеність вимірювання вмісту розчиненого заліза під час валідації відбору проби та подальшого контролю невизначеності відбору в процесі вимірювань.

Вимірювана величина			
аналіт/метод	одиниця	сфера/ матриця	цільовий об'єкт
Розчинене залізо/ICP-AES	мг/кг	Довкілля/грунтові води	Підземні води поблизу однієї контрольної свердловини в підземній водоймі

<i>Оцінка невизначеності</i>		
<i>мета</i>	<i>план</i>	<i>статистика</i>
Невизначеність - сумарна	Емпіричний - метод подвійних проб при валідації і контролі якості	Метод розмахів

Загальний опис завдання та цільовий об'єкт

У результаті спостереження за підземною водою, яка є важливим джерелом питної води для Орхуса, другого за величиною міста Данії, було встановлено, що існує ризик погіршення якості води, зумовлений інтенсивним її відбором. Для контролю якості води та тенденцій її зміни було розроблено програму оперативного моніторингу.

Підземна водойма знаходиться в піску льодовикових відкладень, між міоценовими піском і глиною знизу та льодовиковий тіллом зверху. Геологічна ситуація тут ускладнена наявністю кількох локальних водоносних шарів (підземних шарів водоносної проникної породи або проникних сумішей пухких матеріалів) і водоупорів (геологічних утворень - шарів, що складаються з глини або непористих порід, які перешкоджають перетіканню води з одного водоносного пласта в інший). Встановлені розміри підземної водойми - 2 км x 2 км x 10 м, починається вона на глибині від 20 до 30 м. У природному стані підземні води є анаеробними, не містять нітратів, містять сульфати та відновлене залізо, але не містять сірководню та метану. Однією з небезпек для водойми є проникнення кисню у водоносний пласт унаслідок відбору води і супутнього зниження рівня підземних вод. Проби води з підземної водойми для хімічного аналізу в процесі моніторингу відбирали з дев'яти свердловин, наразі для відбору проби доступні шість свердловин. Під час планування оперативного моніторингу було ухвалено рішення відбирати проби з однієї свердловини двічі на рік. Заданою метою оперативного моніторингу було виявлення погіршення якості води на 20 % з імовірністю 95 %. Як цільовий параметр було вирішено використовувати концентрацію розчиненого заліза, яке може бути чутливим індикатором наявності кисню у водоносному шарі (концентрація заліза знижується в разі підвищення вмісту кисню), а як додатковий параметр - окислювально-відновний потенціал. Вміст кисню, рН, електричну провідність і окислювально-відновний потенціал використовували як поточні показники стабільності відбору проби, а вміст натрію, кальцію і хлоридів - як загальні параметри якості підземної води. Тут розглянуто тільки два основні параметри - вміст розчиненого заліза та окисно-відновний потенціал.

Для досягнення мети моніторингу невизначеність вимірювання, з урахуванням складових від відбору проб і від аналізу, має бути не більшою за 10 % (порівняння двох середніх значень кожної з двох проб, довірна ймовірність 95 %, двосторонній тест), що відповідає розширеній невизначеності 20 %. Щоб гарантувати відповідність програми моніторингу заявленій меті, попередньо було проведено валідацію відбору проби, що охоплювала всі доступні свердловини, і на підставі результатів валідації було складено програму

постійного контролю якості відбору проби, яку мали реалізувати разом із програмою контролю якості води на обраній для моніторингу свердловині. Дані щодо властивостей підземної води були отримані в результаті попередніх досліджень (спостережного моніторингу). У таблиці 6.12 наведено дані для двох ключових параметрів, що враховують їхню мінливість у просторі та в часі, а також невизначеність вимірювання (з урахуванням відбору проби та аналізу).

Таблиця 6.12 - Ключові хімічні параметри води для дев'яти свердловин у підземній водоймі

	<i>Окислювально-відновний потенціал, мВ</i>	<i>Масова концентрація розчиненого заліза, мг/л</i>
Середнє значення	-123	1,11
Відносне стандартне відхилення	27 %	56 %
Основне джерело невизначеності	Вплив кисню під час відбору проби та вимірювання в потоці	фільтрування

Дані за хімічними властивостями свідчать про те, що склад підземної води цілком однорідний у часі та просторі щодо основних компонентів (дані тут не показано, відносне стандартне відхилення становить від 1,9 до 16 %), тоді як окисно-відновні параметри (вміст кисню, окисно-відновний потенціал і вміст розчиненого заліза) змінюються істотно. У таблиці вказано передбачувані основні джерела невизначеності для двох ключових параметрів, і ці джерела контролювали під час відбору проби.

Схема відбору проби

Відбір проб виконували відповідно до протоколу моніторингу підземної води графства Орхус за допомогою спеціальних насосів постійної дії (Grundfos MP1), встановлених у середині закритої екраном ділянки кожної свердловини. Продуктивність насосів становила (1 - 2) м³/год (під час продування свердловини) і знижувалася на 10 % безпосередньо перед відбором проби. Дві з шести свердловин були свердловинами великого діаметра для відбору води з високопродуктивними насосами. Їх прокачували з витратою (40 - 60) м³/год з подальшим зниженням витрати безпосередньо перед відбором проби. Під час продування свердловини відстежували зміну якості води, вимірюючи в потоці вміст кисню, рН, електричну провідність і окисно-відновлювальний потенціал до встановлення стабільних показань, а потім відбирали проби. Під час відбору проби заповнювали протокол, у якому вказували продуктивність насосів і час їхньої роботи, а також результати вимірювання рівня ґрунтових вод.

План дослідження - емпіричний

Для плану дослідження було обрано емпіричний підхід, що давав змогу отримати оцінки неоднорідності підземної водойми (дисперсія між цільовими об'єктами - свердловинами та розкид у часі) і невизначеності вимірювання, з роздільними складовими від відбору проби і від аналізу.

Валідація

Мета валідації полягала в перевірці досяжності невизначеності вимірювання, що відповідає поставленій меті, та описі складових невизначеності з метою знаходження, за необхідності, можливостей для її зниження. Програма валідації передбачала відбір проб із шести свердловин, відбір двох незалежних проб із кожної свердловини і двох проміжних проб із кожної взятої на аналіз проби (див. рис.6.18).

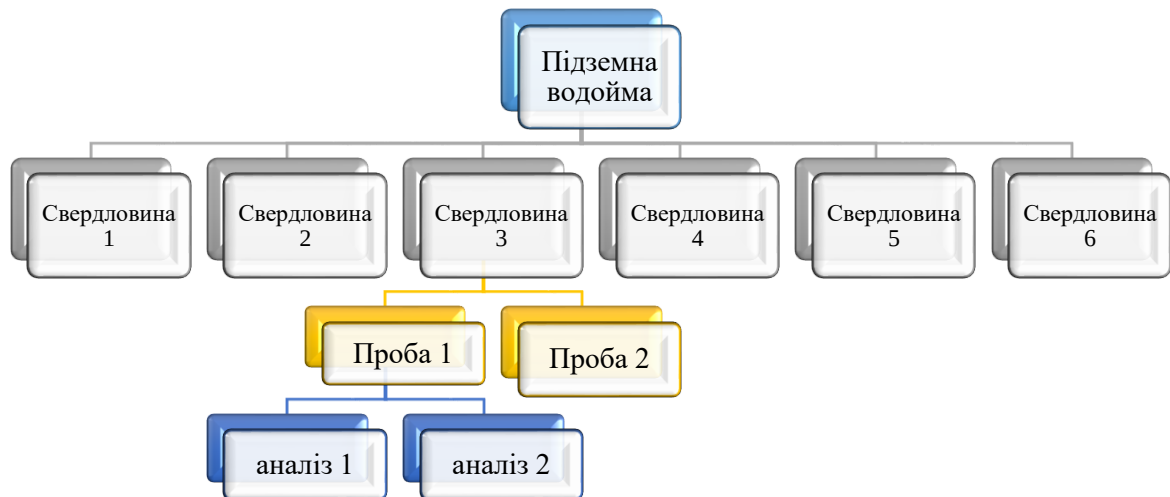


Рисунок 6.18 - Схема валідації

Процедура валідації являла собою один раунд відбору проб, під час якого було відібрано 12 проб і на аналіз було відправлено 24 проміжні проби.

Контроль якості

Мета програми контролю якості для оперативного моніторингу полягала в перевірці того, чи не зростає в часі невизначеність вимірювання в процесі моніторингу. Програма контролю якості була складена за результатами ретельної оцінки результатів валідації. План контролю якості передбачав подвійні проби, кожну з яких аналізували двічі під час одного з двох щорічних сеансів відбору проби відповідно до програми моніторингу (див. рис.6.19). Загалом, перший етап програми контролю якості включав шість сеансів відбору проби з 12 відібраними пробами і 24 проаналізованими проміжними пробами.



Рисунок 6.19 - Схема контролю якості для одного сеансу відбору проби

Відбір проміжних проб і аналіз

Програму попереднього опрацювання проб і аналізу для двох ключових параметрів (окислювально-відновний потенціал і вміст розчиненого заліза) наведено в табл.6.13.

Таблиця 6.13 - Програма попередньої обробки та аналізу

	Окисно-відновний потенціал	Розчинене залізо
Попереднє оброблення	Вимірювання в потоці	Фільтрування в потоці, консервація азотною кислотою, аналіз у лабораторії

Відбір проміжних проб і попередня обробка проб

Повторні вимірювання в потоці та відбір проміжних проб для лабораторного аналізу виконували шляхом відокремлення частин потоку проби та незалежного оброблення кожної з цих частин. Це означає, що "аналітична невизначеність", отримана за планом подвійних проб, також включала невизначеність від відбору проміжних проб, попереднього оброблення, наприклад, фільтрування, і транспортування. Оцінку власне аналітичної невизначеності можна було отримати за даними лабораторного контролю якості (див. розділ вище). Із проб видаляли кисень, пропускаючи потік через мембранні фільтри з ацетату целюлози завтовшки 0,45 мкм, а проміжні проби консервували на місці шляхом підкислення азотною кислотою для подальшого аналізу на вміст металу. Проміжні проби транспортували в аналітичну лабораторію в поліетиленових контейнерах у темряві за температури нижче 10 °С.

Аналіз на місці відбору проб

Потік проби прокачували через потокову вимірювальну систему, що включала встановлені послідовно проточні комірки з датчиками. Характеристики датчика, використаного для вимірювання окисно-відновного потенціалу, наведено в табл.6.14. Контроль якості вимірювань у потоці на місці відбору проб не проводили.

Таблиця 6.14 - Потоковий датчик, використаний для вимірювання окисно-відновного потенціалу

<i>Параметр</i>	<i>Прилад</i>	<i>Комірка</i>	<i>Похибка приладу</i>	<i>Калібровка і контроль</i>
окисно-відновний потенціал	pH340	Sensolyt Pt	± 2 мВ	Щоденне обслуговування

Аналіз у лабораторії

Аналіз виконували в незалежній лабораторії, акредитованій відповідно до ISO 17025, із застосуванням перевірених методів і дотриманням необхідних процедур забезпечення якості та контролю якості аналітичних вимірювань. Метод вимірювання та його характеристики, отримані в процесі контролю якості, наведено в табл.6.15.

Таблиця 6.15 - Метод вимірювання та характеристики, визначені за результатами контролю якості лабораторного аналізу

<i>Характеристики</i>	<i>залізо</i>
Метод	ICP-AES
Збіжність всередині серії	0,95 %
Відтворюваність між серіями	4,2 %
Сумарна відтворюваність	4,3 %
Сумарна розширена невизначеність	8,6 %
Границя виявлення	0,01 мг/л

Для контролю якості використовували атестований стандартний зразок (CRM) VKI Metal LL2 з номінальним значенням масової концентрації заліза 0,200 мг/л, отриманий коефіцієнт вилучення склав 101,9 % (середнє значення з 92 результатів контролю).

Методи розрахунку

Результати повторних вимірювань обробляли з використанням методу розмахів (ISO 3085). Для порівняння оцінки невизначеності обчислювали шляхом дисперсійного аналізу (ANOVA) і робастного ANOVA (RANOVA).

Наявність систематичних похибок відбору проби кількісно не оцінювали, але узгодженість отриманих результатів використовували як показник для якісного контролю систематичних похибок. Наприклад, якби розчинене залізо було виявлено на рівні понад 0,1 мг/л у тій самій пробі, в якій концентрація

кисню перевищує 0,1 мг/л, це свідчило б про систематичну похибку відбирання проби та/або попередньої обробки. Аналогічно, для контролю систематичної похибки перевіряли взаємну відповідність окисно-відновного потенціалу та вмісту кисню.

Результати

Дані щодо концентрації розчиненого заліза, отримані під час валідації, та результати їхньої обробки методом розмахів наведені на рис.6.20. Обчислення для окислювально-відновного потенціалу під час валідації, а також для концентрації розчиненого заліза та окислювально-відновного потенціалу під час контролю якості виконували аналогічним чином. Результати розрахунку методом розмахів за даними валідації для шести різних свердловин наведено в табл.6.16.

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O
1	Вихідні дані до розрахунку			S1A1, мг/л	S1A2, мг/л	S2A1, мг/л	S2A2, мг/л	$R_1 = S1.A1 - S1.A2 $	$S_T = \frac{S1.A1 + S1.A2}{2}$		$R_2 = S2.A1 - S2.A2 $	$S_2 = \frac{S2.A1 + S2.A2}{2}$		$\bar{S} = \frac{S1 + S2}{2}$	
2								мг/л	мг/л	$r_1 = \frac{R_1}{S_T} \cdot 100\%$	мг/л	мг/л	$r_2 = \frac{R_2}{S_2} \cdot 100\%$	мг/л	$r = \frac{ \bar{S}_1 - \bar{S}_2 }{\bar{S}} \cdot 100\%$
3			1	0,815	0,834	0,912	0,893	0,019	0,8245	2,304	0,019	0,9025	2,105	0,8635	9,033
4			2	1,8	1,83	1,94	1,93	0,03	1,815	1,653	0,01	1,935	0,517	1,875	6,400
5			3	1,69	1,68	1,79	1,77	0,01	1,685	0,593	0,02	1,78	1,124	1,7325	5,483
6			4	2,62	2,61	2,83	2,84	0,01	2,615	0,382	0,01	2,835	0,353	2,725	8,073
7			5	1,66	1,63	1,58	1,59	0,03	1,645	1,824	0,01	1,585	0,631	1,615	3,715
8			6	1,52	1,53	1,47	1,5	0,01	1,525	0,656	0,03	1,485	2,020	1,505	2,658
9				$SD_{T+S+A} = 0,567$					$\sum r_1 = 7,4126464$			$\sum r_2 = 6,7495051$		$\sum \bar{S} = 10,316$	$\sum r = 35,363$
10									$n_1 = 6$			$n_2 = 6$		$n_r = 6$	

Рисунок 6.20 - Дані валідації та результати обчислення методом розмахів для концентрації розчиненого заліза; вихідні дані набрані жирним шрифтом; символи використані тільки для опису обчислень (Т - цільовий об'єкт, А - аналіз, R - абсолютна різниця, r - відносна різниця, n - число)

Розраховуємо середнє значення відносних різниць та стандартне відхилення аналізу:

- середнє значення відносних різниць:

$$r_A = \frac{\sum r_1 + \sum r_2}{n_{r_1} + n_{r_2}} = \frac{7,4126 + 6,7495}{6 + 6} = 1,18;$$

- стандартне відхилення можна отримати шляхом ділення середнього значення відносних різниць на коефіцієнт 1,128:

$$SD_A = \frac{r_A}{1,128} = \frac{1,18}{1,128} = 1,046,$$

$$U'_{anal} = \frac{2 \cdot s_{anal}}{\bar{x}} \cdot 100\% = \frac{2 \cdot 0,013574}{1,7193} \cdot 100\% = 1,58\%.$$

Розраховуємо середнє значення відносних різниць та стандартне відхилення відбору проб:

- середнє значення відносних різниць $r_{S+A} = \frac{\sum r}{n_r} = \frac{35,363}{6} = 5,893$;

$$SD_{S+A} = \frac{r_{S+A}}{1,128} = \frac{5,893}{1,128} = 5,224.$$

Як видно отримані значення враховують також і результати аналізу, тому необхідно виокремити відбір проб, тоді із формули:

$$SD_{S+A}^2 = SD_S^2 + \frac{SD_A^2}{2} \Rightarrow SD_S = \sqrt{SD_{S+A}^2 - \frac{SD_A^2}{2}} = \sqrt{5,224^2 - \frac{1,046^2}{2}} = 5,118$$

Розраховуємо середнє значення відносних різниць та стандартне відхилення між цільовими об'єктами:

$$S_{T+S+A} = \frac{\sum \bar{S}}{n_r} = \frac{10,316}{6} = 1,719$$

Із рис.6.11 розраховане загальне значення стандартного відхилення $SD_{T+S+A} = 0,567$. Тоді

$$SD_{T+S+A} = \frac{S_{T+S+A}}{SD_{T+S+A}} = \frac{0,567}{1,719} \cdot 100\% = 32,98\%$$

Тоді стандартне відхилення між цільовими об'єктами визначається за формулою:

$$SD_T = \sqrt{SD_{T+S+A}^2 - \frac{SD_{S+A}^2}{2}} = \sqrt{32,98^2 - \frac{5,118^2}{2}} = 32,78$$

Таблиця 6.16 - Відносна розширена невизначеність (%), коефіцієнт охоплення 2) аналізу, відбору проби та між цільовими об'єктами (свердловинами), визначена за даними валідації з використанням методу розмахів

<i>Розрахунки методом розмаху</i>	<i>Аналіз</i>	<i>Відбір проб</i>	<i>Між об'єктами</i>
Окислювально-відновлюваний потенціал	5,2 %	15 %	14 %
Розчинене залізо	2,1 %	10 %	70 %

Для порівняння на рис.6.21 наведено статистичні оцінки, отримані з використанням ANOVA і RANOVA

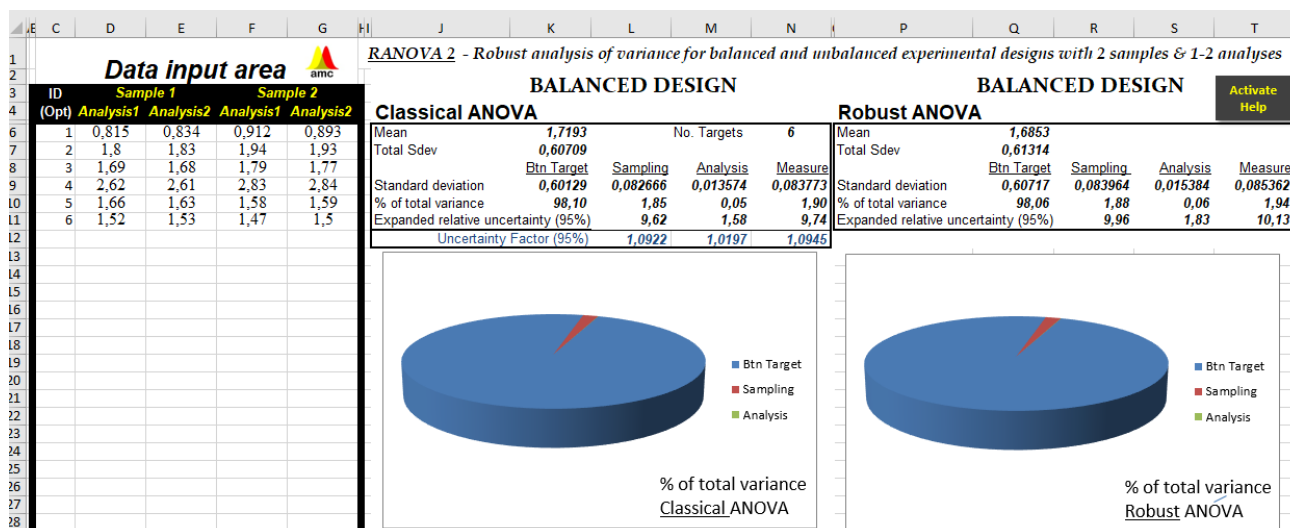


Рисунок 6.21 - Відносна розширена невизначеність (% , коефіцієнт охоплення 2) аналізу, відбору проби та між цільовими об'єктами (свердловинами), визначена для концентрації розчиненого заліза за даними валідації з використанням ANOVA та RANOVA

З наведених оцінок (рис.6.20) отримуємо:

ANOVA

$$SD_{smp} = 0,082666 \text{ } \frac{\text{мг}}{\text{кг}};$$

$$SD_{anal} = 0,013674 \text{ } \frac{\text{мг}}{\text{кг}}.$$

RANOVA

$$SD_{smp} = 0,083964 \text{ } \frac{\text{мг}}{\text{кг}};$$

$$SD_{anal} = 0,015384 \text{ } \frac{\text{мг}}{\text{кг}}.$$

За допомогою рівняння (6.46) обчислюємо s_{meas} :

ANOVA

$$u = s_{mean} = \sqrt{SD_{sampling}^2 + SD_{analytical}^2} = 0,083773 \text{ } \frac{\text{мг}}{\text{кг}}$$

RANOVA

$$u = s_{mean} = \sqrt{SD_{sampling}^2 + SD_{analytical}^2} = 0,085362 \text{ } \frac{\text{мг}}{\text{кг}}$$

Отримане значення можна використовувати як оцінку випадкової складової стандартної невизначеності (u).

Розширену відносну невизначеність розраховуємо за рівнянням (6.48):

ANOVA

$$U'_{meas} = \frac{2 \cdot s_{meas}}{\bar{x}} \cdot 100 \% = \frac{2 \cdot 0,083773}{1,7193} \cdot 100 \% = 9,74 \%$$

RANOVA

$$U'_{meas} = \frac{2 \cdot s_{meas}}{\bar{x}} \cdot 100 \% = \frac{2 \cdot 0,085362}{1,6853} \cdot 100 \% = 10,13 \%$$

Аналогічно для випадкової складової розширеної відносної невизначеності відбору проби невизначеності відбору проби отримуємо:

$$\begin{aligned} & \text{ANOVA} \\ U'_{\text{samp}} &= \frac{2 \cdot s_{\text{samp}}}{\bar{x}} \cdot 100 \% = \\ &= \frac{2 \cdot 0,082666}{1,7193} \cdot 100 \% = 9,61 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \text{RANOVA} \\ U'_{\text{samp}} &= \frac{2 \cdot s_{\text{samp}}}{\bar{x}} \cdot 100 \% = \\ &= \frac{2 \cdot 0,083964}{1,6853} \cdot 100 \% = 9,96 \% \end{aligned}$$

Для порівняння розрахуємо випадкову складову розширеної невизначеності аналізу

$$\begin{aligned} & \text{ANOVA} \\ U'_{\text{anal}} &= \frac{2 \cdot s_{\text{anal}}}{\bar{x}} \cdot 100 \% = \\ &= \frac{2 \cdot 0,013574}{1,7193} \cdot 100 \% = 1,58 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \text{RANOVA} \\ U'_{\text{anal}} &= \frac{2 \cdot s_{\text{anal}}}{\bar{x}} \cdot 100 \% = \\ &= \frac{2 \cdot 0,015384}{1,6853} \cdot 100 \% = 1,83 \% \end{aligned}$$

І наостанок, розраховуємо випадкову складову відносної невизначеності між об'єктами

$$\begin{aligned} & \text{ANOVA} \\ U'_{\text{bth-t arg et}} &= \frac{2 \cdot s_{\text{bth-t arg et}}}{\bar{x}} \cdot 100 \% = \\ &= \frac{2 \cdot 0,60129}{1,7193} \cdot 100 \% = 69,94 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \text{RANOVA} \\ U'_{\text{bth-t arg et}} &= \frac{2 \cdot s_{\text{bth-t arg et}}}{\bar{x}} \cdot 100 \% = \\ &= \frac{2 \cdot 0,60717}{1,6853} \cdot 100 \% = 72 \% \end{aligned}$$

Статистичні оцінки, отримані за методом розмахів під час контролю якості (шість сеансів відбору проби), наведено в табл.6.17.

Таблиця 6.17 - Відносна розширена невизначеність (% , коефіцієнт охоплення 2) аналізу, відбору проби та між цільовими об'єктами (сеансами відбору проби), визначена за даними контролю якості з використанням методу розмахів

<i>Розрахунки методом розмаху</i>	<i>Аналіз</i>	<i>Відбір проб</i>	<i>Між об'єктами</i>
Окислювально-відновлюваний потенціал	18 %	3,8 %	23 %
Розчинене залізо	2,5 %	3,6 %	9,9 %

Для жодної з проб підземної води виміряні значення концентрації розчиненого кисню і розчиненого заліза не перевищили 0,1 мг/л, а низький вимірний окисно-відновний потенціал (від мінус 110 до мінус 200 мВ) узгоджувався з відсутністю кисню (<0,1 мг/л) і високою концентрацією розчиненого заліза (від 0,92 до 2,8 мг/л).

Коментарі

Загалом результати валідації показали, що розкид у межах водоносного пласта (між цільовими об'єктами) був основною складовою сумарної невизначеності концентрації розчиненого заліза. Аналітична невизначеність була невеликою (від 2 до 5 %), а для розчиненого заліза її можна було порівняти зі збіжністю, отриманою під час лабораторного контролю якості (розширена

невизначеність 2,1 % і 1,9 %, відповідно). Якщо проби відбирали з різних свердловин, то невизначеність відбору проби становила від 10 до 15 %. Статистичні оцінки, отримані із застосуванням ANOVA і RANOVA для концентрації розчиненого заліза, вимірюної під час валідації, лише незначно відрізняються від оцінок, отриманих простим методом розмахів.

Статистичні оцінки, отримані із застосуванням ANOVA і RANOVA для концентрації розчиненого заліза, вимірюної під час валідації, лише незначно відрізняються від оцінок, отриманих простим методом розмахів.

У схемі контролю якості моніторингу розкид між сеансами відбору проби (між цільовими об'єктами, 9,9 %) переважав у сумарній невизначеності для параметрів, що визначаються методами лабораторного аналізу (концентрація розчиненого заліза, невизначеність 2,5 %), тоді як для вимірювань у потоці (окисно-відновний потенціал) аналітична невизначеність (18 %) була практично такою ж, як невизначеність між цільовими об'єктами (23 %). Причина великого внеску вимірювань у потоці в невизначеність полягає в тому, що під час контролю якості повторні вимірювання в потоці виконували двома різними приладами, на відміну від валідації, під час якої обидва повторні вимірювання виконували на одному приладі. Відповідно, аналітична невизначеність (дисперсія між приладами) для окисно-відновного потенціалу була значно вищою під час контролю якості (18 %), ніж під час валідації (5,2 %). Для концентрації розчиненого заліза значення аналітичної невизначеності під час валідації та подальшого контролю якості були близькі між собою (2,1 % і 2,5 %, відповідно). Невизначеність відбору проби була нижчою, коли пробу відбирали тільки з однієї свердловини в різних сеансах відбору під час контролю якості (від 3,6 до 3,8 %), ніж при відборі проб із різних свердловин в один і той самий час під час валідації (від 10 до 15 %). Невизначеність між цільовими об'єктами (розкид між сеансами відбору проби) під час контролю якості була невеликою для концентрації розчиненого заліза (9,9 %), але суттєвішою для окисно-відновного потенціалу (23 %).

Якби був потрібен постійний контроль невизначеності відбору проби, то дані контролю можна було б наносити на контрольні карти і з їхньою допомогою отримувати раннє попередження про зростання невизначеності (випадкових похибок) для кожного сеансу відбору проби. Число повторень (шість) у цьому дослідженні було меншим, ніж прийняте в більшості випадків, і під час оцінки результатів слід враховувати, що оцінки невизначеності тут можуть бути менш достовірними. Внесок невизначеності від зсуву під час відбирання проб розглядали тільки через оцінку взаємної узгодженості результатів вимірювань різних взаємопов'язаних хімічних параметрів (вміст кисню та розчиненого заліза, окисно-відновний потенціал), і ця оцінка підтвердила, що під час відбирання проб та їхнього попереднього опрацювання вдалося уникнути зсуву, зумовленого впливом кисню та засміченням фільтра.

Нижче наведено дані щодо невизначеності вимірювання (відносна невизначеність, %, при коефіцієнті охоплення 2) для концентрації розчиненого заліза. Дані свідчать про те, що для концентрації розчиненого заліза вимога щодо

розширеної невизначеності вимірювання менше ніж 20 % була здійсненою (результати валідації відбору проби) і що необхідної невизначеності вимірювання було дійсно досягнуто під час регулярного моніторингу (результати контролю якості відбору проби). Крім того, з цих даних очевидно, що за необхідності зменшити невизначеність вимірювання концентрації розчиненого заліза можна було б збільшити густину моніторингу (переважає невизначеність між цільовими об'єктами), а для окисно-відновного потенціалу слід було б зменшити невизначеність вимірювання в потоці (великий внесок невизначеності аналізу).

<i>Концентрація розчиненого заліза в підземних водах</i>	<i>Розширена невизначеність (коефіцієнт охоплення 2)</i>			<i>Дисперсія між цільовими об'єктами</i>
	<i>Відбір проб</i>	<i>аналіз</i>	<i>вимірювання</i>	
Валідація	10 %	2,1 %	10 %	32 ^{*1}
Контроль якості	3,6 %	2,5 %	4,4 %	9,9 ^{*2}

*1 При валідації дисперсія між цільовими об'єктами - це дисперсія між свердловинами

*2 При контролі якості дисперсія між цільовими об'єктами - це дисперсія між сеансами відбору проби.

Завдання СРС

Фермент в курячому кормі

Оцінити невизначеності відбору проби за заданої схеми відбору за допомогою теорії відбору проби Gі

<i>Вимірювана величина</i>			
<i>аналіт/метод</i>	<i>одиниця</i>	<i>сфера/матриця</i>	<i>цільовий об'єкт</i>
Фермент/HPLC	% маса / маса (тобто масова частка)	Продукти харчування і корм/ курячий корм	Мішок 25 кг
<i>Оцінка невизначеності</i>			
<i>мета</i>	<i>план</i>	<i>статистика</i>	
Сумарна невизначеність (слабкі ланки в ланцюгу вимірювання)	Моделювання з допомогою теорії відбору проб Gі	Підсумовування дисперсій	

Визначуванням компонентом є доданий у корм фермент. Теорія добору проби дає реалістичні оцінки тільки тоді, коли всі операції добору проб та їх поділу виконують із дотриманням правил коректного добору проби; у цьому прикладі припускають, що грубі похибки відсутні і що "похибками від неправильного добору проби" можна знехтувати.

Загальний опис завдання та цільовий об'єкт

Ферментний продукт використовують як добавку до курячого корму (густина = 0,67 г/см³). Номінальна масова частка ферменту дорівнює 0,05 %. Порошок ферменту має густину 1,08 г/см³. Порошки ретельно перемішують. Розподіл частинок ферменту за розмірами був відомий, характеристичний розмір становив d = 1,00 мм, коефіцієнт розміру дорівнював g = 0,5. Мета дослідження

полягала в оцінці сумарної невизначеності схеми відбору (тобто фундаментальної похибки відбору проби рис.6.4), що використовується під час оцінювання середнього вмісту ферменту в кожному з 25-кілограмових мішків, у яких відвантажують продукт покупцям.

План дослідження із застосуванням модельного підходу ("висхідного")

Модель складено із застосуванням теорії відбору проби, описаної вище. Параметри було або безпосередньо виміряно, або оцінено, і було прийнято, що їхні значення однакові та постійні для кожного мішка і між ними.

Відбір проб і аналіз у лабораторії

Для вимірювання концентрації ферменту в цільовому об'єкті, в якості якого був визначений 25-кілограмовий мішок, з нього відбирали первинну пробу масою 500 г. Матеріал первинної проби подрібнювали до розміру частинок <0,5 мм. Потім фермент екстрагували з тестової порції масою 2 г за допомогою відповідного розчинника і визначали концентрацію методом рідинної хроматографії. Відносне стандартне відхилення результатів хроматографічного аналізу, оцінене за даними лабораторного контролю якості, становило 5 %.

Результати

Щоб оцінити фундаментальну похибку відбору проби (FSE, рис. 6.4) для двох зазначених етапів відбору проби, потрібно визначити властивості матеріалу (табл.6.18).

Використовуючи дані із табл. 6.18 визначаєм коефіцієнт будови за формулою (6.52):

$$c = \frac{\left(1 - \frac{a_L}{\alpha}\right)^2}{\frac{a_L}{\alpha}} \cdot \rho_c + \left(1 - \frac{a_L}{\alpha}\right) \cdot \rho_m = 2160 \text{ г / см}^3,$$

та із рівняння (6.6) постійну відбору проби С

$$C_1 = 540 \text{ г / см}^3, C_2 = 270 \text{ г / см}^3.$$

Таблиця 6.18 - Початкові дані для оцінки невизначеності відбору проби із застосуванням модельного підходу та теорії відбору проби

Щоб отримати оцінки стандартного відхилення для кожного етапу відбору проби (як оцінки стандартної невизначеності) як оцінки стандартної невизначеності), можна використовувати рівняння (6.50):

<i>Первинна проба</i>	<i>Вторинна проба</i>	<i>Примітка</i>
$M_1=500$ г	$M_2=2,0$ г	Маса проб
$M_{L1}=25000$ г	$M_{L2}=500$ г	Маса об'єкту, із якого відбирають пробу
$d_1=0,1$ см	$D_2=0,05$ см	Розміри частинок
$g_1=0,5$	$g_2=0,25$	Оцінки параметру розподілу за розмірами
Обидві проби		
$a_L=0,05$ %		Середня масова частка ферменту в об'єкті
$\alpha=100$ %		Масова частка ферменту в частинках ферменту
$\rho_c=1,08$ г/см ³		Щільність частинок ферменту
$\rho_m=0,67$ г/см ³		Щільність частинок матриці
$f=0,5$		Прийняте значення коефіцієнту форми для сферичних частинок
$\beta=1$		Коефіцієнт вивільнення для вивільнених частинок
$s_{r_1} = 0,033 = 3,3$ %		Первинна проба
$s_{r_2} = 0,13 = 13$ %		Вторинна проба
$s_{r_3} = 0,05 = 5$ %		Аналітичне визначення

Сумарне відносне стандартне відхилення (s_t , сумарну невизначеність) тепер можна оцінити шляхом застосування правила поширення похибок; для i похибок маємо:

$$s_{r_3} = \sqrt{\sum s_{r_i}^2} = 14,3 \text{ \%}.$$

Отже, відносна розширена невизначеність із коефіцієнтом охоплення 2 дорівнює 28,6 % (за винятком невизначеності аналізу, пов'язаної із систематичними ефектами, наприклад, аналітичним зміщенням).

Було встановлено, що найбільшим джерелом невизначеності в усьому процесі вимірювання є підготовка тестової проби 2 г для екстрагування ферменту.

У розрахунку не було враховано невизначеність, пов'язану із систематичними впливами в процесі аналізу, і передбачалося, що похибками некоректного відбору проби (і зміщенням відбору проби) можна знехтувати.

Оцінка відповідності вимірювань поставленому завданню

Якщо виявиться, що сумарна невизначеність 28,6 % не відповідає поставленій меті, то тоді для зменшення сумарної невизначеності потрібно вносити зміни в етап приготування тестової порції. Слід або збільшити масу проби для екстрагування, або подрібнити первинну пробу до дрібнішого розміру часток, залежно від того, який із цих методів є більш економічним на практиці.

Цю модель також можна використовувати для розрахунку того, наскільки потрібно збільшити масу проби або зменшити розмір частинок, щоб досягти прийнятної невизначеності (див. додаток Е [15]).

Подання результатів та їх інтерпретація

Вимірне значення концентрації ферменту для кожного з 25-кілограмових мішків повинно бути представлено з невизначеністю, що дорівнює 28,6 % від значення концентрації. Для підтвердження можливості використовувати й надалі встановлене значення невизначеності проводять періодичну перевірку того, чи залишаються чинними це значення та припущення, прийняті при його обчисленні.

<i>Відносна невизначеність вимірювань*</i>		
<i>Відбір проб</i>	<i>Аналіз</i>	<i>Сумарна</i>
26,8 %	10 %	28,6 %
*З коефіцієнтом охоплення 2, тобто при довірчій ймовірності 95 %		

Контрольні питання до теми 6*

1. Яким чином відбір проб впливає на процес вимірювання?
2. Як ви визначаєте термін "відбір проб" у контексті процесу вимірювання?
3. Які фізичні процеси включає фізична підготовка проби під час відбору?
4. Як відбір і фізична підготовка проби можуть призводити до невизначеності вимірювань?
5. Які джерела невизначеності вимірювань можуть виникати під час процесу відбору проб?
6. Які чинники можуть спричиняти невизначеність вимірювань під час відбору проб?
7. Як можна кількісно оцінити невизначеність, пов'язану з відбором проб?
8. Як впливає якість виконання процедури відбору на невизначеність вимірювань?
9. Як виправити або зменшити невизначеність вимірювань, пов'язану з процесом відбору проб?
10. Які методи аналізу невизначеності вимірювань можуть бути застосовані для відбору проб?
11. Які джерела невизначеності можуть бути враховані при емпіричному оцінюванні невизначеності з урахуванням відбору проби?
12. Яка статистична модель може бути використана для емпіричного оцінювання невизначеності з урахуванням відбору проби?
13. Як можна провести емпіричну оцінку невизначеності з урахуванням відбору проби?
14. Які методи можна використовувати для обчислення загальної невизначеності та її складових при емпіричному підході?
15. Як враховувати вплив невизначеності відбору проби на емпіричну оцінку невизначеності?

16. Які переваги та обмеження має емпіричний підхід при оцінюванні невизначеності з урахуванням відбору проби?

17. Сутність модельного методу в аналітичних вимірюваннях. Загальний алгоритм оцінювання невизначеності при використанні модельного підходу.

18. Поясніть теорію відбору проб Гі.

19. Наведіть класифікацію похибок відбору за теорією Гі.

20. Що таке фундаментальна похибка відбору проби (FSE).

21. Як оцінюється дисперсія фундаментальної похибки відбору проби.

22. Як вибираються коефіцієнти для оцінки фундаментальної похибки відбору проби.

*Примітка. Деякі питання були знеровані ChatGPT, синтезованим мовним модулем OpenAI <https://openai.com>

ДОДАТКИ

Додаток А

Зразок оформлення титульної сторінки

Черкаський державний технологічний університет

(повне найменування вищого навчального закладу)

Приладобудування, мехатроніки та комп'ютеризованих технологій

(повна назва кафедри, циклової комісії)

ЗВІТ ІЗ САМОСТІЙНОЇ РОБОТИ СТУДЕНТА

З дисципліни «Похибки та невизначеності вимірювань»

Керівник

(П.І.П)

Виконав

Студент _____
(П.І.П)

Група

Залікова книжка № _____

Підпис

Черкаси 2024

Додаток Б
Довідникові таблиці

Таблиця Б1 - Значення ν_{α} при різних кількостях вимірювань n

n	$q=1-\alpha$			
	0.1	0,05	0,025	0,01
3	1,406	1,412	1,414	1,414
4	1,645	1,689	1,710	1,723
5	1,731	1,869	1,917	1,955
6	1,894	1,996	2,067	2,130
7	1,974	2,093	2,182	2,265
8	2,041	2,172	2,273	2,374
9	2,097	2,237	2,349	2,464
10	2,146	2,294	2,414	2,540
11	2,190	2,383	2,470	2,606
12	2,229	2,387	2,519	2,663
13	2,264	2,426	2,562	2,714
14	2,297	2,461	2,602	2,759
15	2,326	2,493	2,638	2,808
16	2,354	2,523	2,670	2,837
17	2,380	2,551	2,701	2,871
18	2,404	2,557	2,728	2,903
19	2,426	2,600	2,754	2,932
20	2,447	2,623	2,778	2,959
21	2,467	2,644	2,801	2,984
22	2,486	2,664	2,823	3,008
23	2,504	2,683	2,843	3,030
24	2,520	2,701	2,862	3,051
25	2,537	2,717	2,880	3,071

Таблиця Б2 - Значення F- критерію Фішера при рівні значущості ($\alpha = 5\%$ - зелений колір; $\alpha = 1\%$ - чорний колір)
використана функція =FРАСПОБР(0,05;k₂;k₁)

k_2	k_1 (ступінь свободи для більшої дисперсії)										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	161,45	199,5	215,71	224,58	230,16	233,99	236,77	238,88	240,54	241,88	242,98
	4052,2	4999,5	5403,4	5624,6	5763,6	5859	5928,4	5981,1	6022,5	6055,8	6083,3
2	18,513	19	19,164	19,247	19,296	19,33	19,353	19,371	19,385	19,396	19,405
	98,503	99	99,166	99,249	99,299	99,333	99,356	99,374	99,388	99,399	99,408
3	10,128	9,55209	9,2766	9,1172	9,0135	8,9406	8,8867	8,8452	8,8123	8,7855	8,7633
	34,116	30,8165	29,457	28,71	28,237	27,911	27,672	27,489	27,345	27,229	27,133
4	7,7086	6,94427	6,5914	6,3882	6,2561	6,1631	6,0942	6,041	5,9988	5,9644	5,9358
	21,198	18	16,694	15,977	15,522	15,207	14,976	14,799	14,659	14,546	14,452
5	6,6079	5,78614	5,4095	5,1922	5,0503	4,9503	4,8759	4,8183	4,7725	4,7351	4,704
	16,258	13,2739	12,06	11,392	10,967	10,672	10,456	10,289	10,158	10,051	9,9626
6	5,9874	5,14325	4,7571	4,5337	4,3874	4,2839	4,2067	4,1468	4,099	4,06	4,0274
	13,745	10,9248	9,7795	9,1483	8,7459	8,4661	8,26	8,1017	7,9761	7,8741	7,7896
7	5,5914	4,73741	4,3468	4,1203	3,9715	3,866	3,787	3,7257	3,6767	3,6365	3,603
	12,246	9,54658	8,4513	7,8466	7,4604	7,1914	6,9928	6,84	6,7188	6,6201	6,5382
8	5,3177	4,45897	4,0662	3,8379	3,6875	3,5806	3,5005	3,4381	3,3881	3,3472	3,313
	11,259	8,64911	7,591	7,0061	6,6318	6,3707	6,1776	6,0289	5,9106	5,8143	5,7343
9	5,1174	4,25649	3,8625	3,6331	3,4817	3,3738	3,2927	3,2296	3,1789	3,1373	3,1025
	10,561	8,02152	6,9919	6,4221	6,0569	5,8018	5,6129	5,4671	5,3511	5,2565	5,1779
10	4,9646	4,10282	3,7083	3,478	3,3258	3,2172	3,1355	3,0717	3,0204	2,9782	2,943
	10,044	7,55943	6,5523	5,9943	5,6363	5,3858	5,2001	5,0567	4,9424	4,8491	4,7715
11	4,8443	3,9823	3,5874	3,3567	3,2039	3,0946	3,0123	2,948	2,8962	2,8536	2,8179
	9,646	7,20571	6,2167	5,6683	5,316	5,0692	4,8861	4,7445	4,6315	4,5393	4,4624
12	4,7472	3,88529	3,4903	3,2592	3,1059	2,9961	2,9134	2,8486	2,7964	2,7534	2,7173
	9,3302	6,92661	5,9525	5,412	5,0643	4,8206	4,6395	4,4994	4,3875	4,2961	4,2198

Продовження таблиці Б2

k_2	k_1 (ступінь свободи для більшої дисперсії)										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
13	4,6672	3,80557	3,4105	3,1791	3,0254	2,9153	2,8321	2,7669	2,7144	2,671	2,6347
	9,0738	6,70096	5,7394	5,2053	4,8616	4,6204	4,441	4,3021	4,1911	4,1003	4,0245
14	4,6001	3,73889	3,3439	3,1122	2,9582	2,8477	2,7642	2,6987	2,6458	2,6022	2,5655
	8,8616	6,51488	5,5639	5,0354	4,695	4,4558	4,2779	4,1399	4,0297	3,9394	3,864
15	4,5431	3,68232	3,2874	3,0556	2,9013	2,7905	2,7066	2,6408	2,5876	2,5437	2,5068
	8,6831	6,35887	5,417	4,8932	4,5556	4,3183	4,1415	4,0045	3,8948	3,8049	3,7299
16	4,494	3,63372	3,2389	3,0069	2,8524	2,7413	2,6572	2,5911	2,5377	2,4935	2,4564
	8,531	6,22624	5,2922	4,7726	4,4374	4,2016	4,0259	3,8896	3,7804	3,6909	3,6162
17	4,4513	3,59153	3,1968	2,9647	2,81	2,6987	2,6143	2,548	2,4943	2,4499	2,4126
	8,3997	6,11211	5,185	4,669	4,3359	4,1015	3,9267	3,791	3,6822	3,5931	3,5185
18	4,4139	3,55456	3,1599	2,9277	2,7729	2,6613	2,5767	2,5102	2,4563	2,4117	2,3742
	8,2854	6,0129	5,0919	4,579	4,2479	4,0146	3,8406	3,7054	3,5971	3,5082	3,4338
19	4,3807	3,52189	3,1274	2,8951	2,7401	2,6283	2,5435	2,4768	2,4227	2,3779	2,3402
	8,1849	5,92588	5,0103	4,5003	4,1708	3,9386	3,7653	3,6305	3,5225	3,4338	3,3596
20	4,3512	3,49283	3,0984	2,8661	2,7109	2,599	2,514	2,4471	2,3928	2,3479	2,31
	8,096	5,84893	4,9382	4,4307	4,1027	3,8714	3,6987	3,5644	3,4567	3,3682	3,2941
21	4,3248	3,4668	3,0725	2,8401	2,6848	2,5727	2,4876	2,4205	2,366	2,321	2,2829
	8,0166	5,78042	4,874	4,3688	4,0421	3,8117	3,6396	3,5056	3,3981	3,3098	3,2359
22	4,3009	3,44336	3,0491	2,8167	2,6613	2,5491	2,4638	2,3965	2,3419	2,2967	2,2585
	7,9454	5,71902	4,8166	4,3134	3,988	3,7583	3,5867	3,453	3,3458	3,2576	3,1837
23	4,2793	3,42213	3,028	2,7955	2,64	2,5277	2,4422	2,3748	2,3201	2,2747	2,2364
	7,8811	5,6637	4,7649	4,2636	3,9392	3,7102	3,539	3,4057	3,2986	3,2106	3,1368
24	4,2597	3,40283	3,0088	2,7763	2,6207	2,5082	2,4226	2,3551	2,3002	2,2547	2,2163
	7,8229	5,61359	4,7181	4,2184	3,8951	3,6667	3,4959	3,3629	3,256	3,1681	3,0944

Продовження таблиці Б2

k_2	k_1 (ступінь свободи для більшої дисперсії)										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
25	4,2417	3,38519	2,9912	2,7587	2,603	2,4904	2,4047	2,3371	2,2821	2,2365	2,1979
	7,7698	5,568	4,6755	4,1774	3,855	3,6272	3,4568	3,3239	3,2172	3,1294	3,0558
26	4,2252	3,36902	2,9752	2,7426	2,5868	2,4741	2,3883	2,3205	2,2655	2,2197	2,1811
	7,7213	5,52633	4,6366	4,14	3,8183	3,5911	3,421	3,2884	3,1818	3,0941	3,0205
27	4,21	3,35413	2,9604	2,7278	2,5719	2,4591	2,3732	2,3053	2,2501	2,2043	2,1655
	7,6767	5,48812	4,6009	4,1056	3,7848	3,558	3,3882	3,2558	3,1494	3,0618	2,9882
28	4,196	3,34039	2,9467	2,7141	2,5581	2,4453	2,3593	2,2913	2,236	2,19	2,1512
	7,6356	5,45294	4,5681	4,074	3,7539	3,5276	3,3581	3,2259	3,1195	3,032	2,9585
29	4,183	3,32765	2,934	2,7014	2,5454	2,4324	2,3463	2,2783	2,2229	2,1768	2,1379
	7,5977	5,42045	4,5378	4,0449	3,7254	3,4995	3,3303	3,1982	3,092	3,0045	2,9311
30	4,1709	3,31583	2,9223	2,6896	2,5336	2,4205	2,3343	2,2662	2,2107	2,1646	2,1256
	7,5625	5,39035	4,5097	4,0179	3,699	3,4735	3,3045	3,1726	3,0665	2,9791	2,9057
32	4,1491	3,29454	2,9011	2,6684	2,5123	2,3991	2,3127	2,2444	2,1888	2,1425	2,1033
	7,4993	5,33634	4,4594	3,9695	3,6517	3,4269	3,2583	3,1267	3,0208	2,9335	2,8602
34	4,13	3,2759	2,8826	2,6499	2,4936	2,3803	2,2938	2,2253	2,1696	2,1231	2,0838
	7,4441	5,28928	4,4156	3,9273	3,6106	3,3863	3,2182	3,0868	2,981	2,8938	2,8205
36	4,1132	3,25945	2,8663	2,6335	2,4772	2,3638	2,2771	2,2085	2,1526	2,1061	2,0666
	7,3956	5,24789	4,3771	3,8903	3,5744	3,3507	3,1829	3,0517	2,9461	2,8589	2,7857
38	4,0982	3,24482	2,8517	2,619	2,4625	2,349	2,2623	2,1936	2,1375	2,0909	2,0513
	7,3525	5,21122	4,343	3,8575	3,5424	3,3191	3,1516	3,0207	2,9151	2,8281	2,7549
40	4,0847	3,23173	2,8387	2,606	2,4495	2,3359	2,249	2,1802	2,124	2,0772	2,0376
	7,3141	5,17851	4,3126	3,8283	3,5138	3,291	3,1238	2,993	2,8876	2,8005	2,7274
42	4,0727	3,21994	2,827	2,5943	2,4377	2,324	2,2371	2,1681	2,1119	2,065	2,0252
	7,2796	5,14914	4,2853	3,8021	3,4882	3,2658	3,0988	2,9681	2,8628	2,7758	2,7027

Продовження таблиці Б2

k_2	k_1 (ступінь свободи для більшої дисперсії)										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
44	4,0617	3,20928	2,8165	2,5837	2,427	2,3133	2,2263	2,1572	2,1009	2,0539	2,014
	7,2484	5,12263	4,2606	3,7784	3,4651	3,243	3,0762	2,9457	2,8405	2,7536	2,6804
46	4,0517	3,19958	2,8068	2,574	2,4174	2,3035	2,2164	2,1473	2,0909	2,0438	2,0039
	7,22	5,09858	4,2383	3,757	3,4442	3,2224	3,0558	2,9254	2,8203	2,7334	2,6602
48	4,0427	3,19073	2,7981	2,5652	2,4085	2,2946	2,2074	2,1382	2,0817	2,0346	1,9946
	7,1942	5,07666	4,218	3,7374	3,4251	3,2036	3,0372	2,9069	2,8018	2,715	2,6418
50	4,0343	3,18261	2,79	2,5572	2,4004	2,2864	2,1992	2,1299	2,0734	2,0261	1,9861
	7,1706	5,05661	4,1993	3,7195	3,4077	3,1864	3,0202	2,89	2,785	2,6981	2,625
60	4,0012	3,15041	2,7581	2,5252	2,3683	2,2541	2,1665	2,097	2,0401	1,9926	1,9522
	7,0771	4,97743	4,1259	3,649	3,3389	3,1187	2,953	2,8233	2,7185	2,6318	2,5587
70	3,9778	3,12768	2,7355	2,5027	2,3456	2,2312	2,1435	2,0737	2,0166	1,9689	1,9283
	7,0114	4,92187	4,0744	3,5996	3,2907	3,0712	2,906	2,7765	2,6719	2,5852	2,5122
80	3,9604	3,11077	2,7188	2,4859	2,3287	2,2142	2,1263	2,0564	1,9991	1,9512	1,9105
	6,9627	4,88074	4,0363	3,5631	3,255	3,0361	2,8713	2,742	2,6374	2,5508	2,4777
100	3,9361	3,0873	2,6955	2,4626	2,3053	2,1906	2,1025	2,0323	1,9748	1,9267	1,8857
	6,8953	4,82391	3,9837	3,5127	3,2059	2,9877	2,8233	2,6943	2,5898	2,5033	2,4302
∞	3,8446	2,99873	2,6079	2,3749	2,2171	2,1016	2,0126	1,9415	1,883	1,8339	1,7918
	6,6433	4,61225	3,7881	3,3254	3,0233	2,808	2,6453	2,5172	2,4132	2,3268	2,2536

Продовження таблиці Б2

k_2	k_1 (ступінь свободи для більшої дисперсії)										
	12	13	14	15	16	17	18	19	20	30	∞
1	243,906	244,69	245,36	245,95	246,46	246,92	247,32	247,69	248,01	250,1	254,3
	6106,32	6125,9	6142,7	6157,3	6170,1	6181,4	6191,5	6200,6	6208,7	6260,6	6365
2	19,4125	19,419	19,424	19,429	19,433	19,437	19,44	19,443	19,446	19,462	19,5
	99,4159	99,422	99,428	99,433	99,437	99,44	99,444	99,447	99,449	99,466	99,5
3	8,74464	8,7287	8,7149	8,7029	8,6923	8,6829	8,6745	8,667	8,6602	8,6166	8,527
	27,0518	26,983	26,924	26,872	26,827	26,787	26,751	26,719	26,69	26,505	26,13
4	5,91173	5,8911	5,8733	5,8578	5,8441	5,832	5,8211	5,8114	5,8025	5,7459	5,629
	14,3736	14,307	14,249	14,198	14,154	14,115	14,08	14,048	14,02	13,838	13,47
5	4,6777	4,6552	4,6358	4,6188	4,6038	4,5904	4,5785	4,5678	4,5581	4,4957	4,366
	9,88828	9,8248	9,77	9,7222	9,6802	9,6429	9,6096	9,5797	9,5526	9,3793	9,024
6	3,99994	3,9764	3,9559	3,9381	3,9223	3,9083	3,8957	3,8844	3,8742	3,8082	3,67
	7,71833	7,6575	7,6049	7,559	7,5186	7,4827	7,4507	7,4219	7,3958	7,2285	6,884
7	3,57468	3,5503	3,5292	3,5107	3,4944	3,4799	3,4669	3,4551	3,4445	3,3758	3,231
	6,46909	6,41	6,359	6,3143	6,275	6,2401	6,2089	6,1808	6,1554	5,992	5,653
8	3,28394	3,259	3,2374	3,2184	3,2016	3,1867	3,1733	3,1613	3,1503	3,0794	2,929
	5,66672	5,6089	5,5589	5,5151	5,4766	5,4423	5,4116	5,384	5,3591	5,1981	4,862
9	3,07295	3,0475	3,0255	3,0061	2,989	2,9737	2,96	2,9477	2,9365	2,8637	2,708
	5,11143	5,0545	5,0052	4,9621	4,924	4,8902	4,8599	4,8327	4,808	4,6486	4,314
10	2,91298	2,8872	2,8647	2,845	2,8276	2,812	2,798	2,7854	2,774	2,6996	2,54
	4,70587	4,6496	4,6008	4,5581	4,5204	4,4869	4,4569	4,4299	4,4054	4,2469	3,913
11	2,78757	2,7614	2,7386	2,7186	2,7009	2,6851	2,6709	2,6581	2,6464	2,5705	2,406
	4,3974	4,3416	4,2932	4,2509	4,2134	4,1801	4,1503	4,1234	4,099	3,9411	3,606
12	2,68664	2,6602	2,6371	2,6169	2,5989	2,5828	2,5684	2,5554	2,5436	2,4663	2,298
	4,15526	4,0999	4,0518	4,0096	3,9724	3,9392	3,9095	3,8827	3,8584	3,7008	3,364

Продовження таблиці Б2

k_2	k_1 (ступінь свободи для більшої дисперсії)										
	12	13	14	15	16	17	18	19	20	30	∞
13	2,60366	2,5769	2,5536	2,5331	2,5149	2,4987	2,4841	2,4709	2,4589	2,3803	2,208
	3,96033	3,9052	3,8573	3,8154	3,7783	3,7452	3,7156	3,6888	3,6646	3,507	3,169
14	2,53424	2,5073	2,4837	2,463	2,4446	2,4282	2,4134	2,4	2,3879	2,3082	2,133
	3,80014	3,7452	3,6975	3,6557	3,6187	3,5857	3,5561	3,5294	3,5052	3,3476	3,008
15	2,47531	2,4481	2,4244	2,4034	2,3849	2,3683	2,3533	2,3398	2,3275	2,2468	2,068
	3,66624	3,6115	3,5639	3,5222	3,4852	3,4523	3,4228	3,3961	3,3719	3,2141	2,872
16	2,42466	2,3973	2,3733	2,3522	2,3335	2,3167	2,3016	2,288	2,2756	2,1938	2,012
	3,55269	3,4981	3,4506	3,4089	3,372	3,3391	3,3096	3,2829	3,2587	3,1007	2,757
17	2,38065	2,3531	2,329	2,3077	2,2888	2,2719	2,2567	2,2429	2,2304	2,1477	1,962
	3,4552	3,4007	3,3533	3,3117	3,2748	3,2419	3,2124	3,1857	3,1615	3,0032	2,657
18	2,34207	2,3143	2,29	2,2686	2,2496	2,2325	2,2172	2,2033	2,1906	2,1071	1,919
	3,37061	3,3162	3,2689	3,2273	3,1904	3,1575	3,128	3,1013	3,0771	2,9185	2,57
19	2,30795	2,28	2,2556	2,2341	2,2149	2,1977	2,1823	2,1683	2,1555	2,0712	1,88
	3,29653	3,2422	3,1949	3,1533	3,1165	3,0836	3,0541	3,0274	3,0031	2,8442	2,493
20	2,27758	2,2495	2,225	2,2033	2,184	2,1667	2,1511	2,137	2,1242	2,0391	1,845
	3,23112	3,1769	3,1296	3,088	3,0512	3,0183	2,9887	2,962	2,9377	2,7785	2,425
21	2,25036	2,2222	2,1975	2,1757	2,1563	2,1389	2,1232	2,109	2,096	2,0102	1,814
	3,17295	3,1187	3,0715	3,03	2,9931	2,9602	2,9306	2,9039	2,8796	2,72	2,364
22	2,22583	2,1975	2,1727	2,1508	2,1313	2,1138	2,098	2,0837	2,0707	1,9842	1,785
	3,12089	3,0667	3,0195	2,9779	2,9411	2,9082	2,8786	2,8518	2,8274	2,6675	2,309
23	2,20361	2,1752	2,1502	2,1282	2,1086	2,091	2,0751	2,0608	2,0476	1,9605	1,759
	3,07402	3,0199	2,9727	2,9311	2,8943	2,8613	2,8317	2,8049	2,7805	2,6202	2,26
24	2,18338	2,1548	2,1298	2,1077	2,088	2,0703	2,0543	2,0399	2,0267	1,939	1,735
	3,03161	2,9775	2,9303	2,8887	2,8519	2,8189	2,7892	2,7624	2,738	2,5773	2,215

Продовження таблиці Б2

k_2	k_1 (ступінь свободи для більшої дисперсії)										
	12	13	14	15	16	17	18	19	20	30	∞
25	2,16489	2,1362	2,1111	2,0889	2,0691	2,0513	2,0353	2,0207	2,0075	1,9192	1,713
	2,99306	2,9389	2,8917	2,8502	2,8133	2,7803	2,7506	2,7238	2,6993	2,5383	2,174
26	2,14793	2,1192	2,0939	2,0716	2,0518	2,0339	2,0178	2,0032	1,9898	1,901	1,693
	2,95785	2,9038	2,8566	2,815	2,7781	2,7451	2,7153	2,6885	2,664	2,5026	2,136
27	2,1323	2,1035	2,0781	2,0558	2,0358	2,0179	2,0017	1,987	1,9736	1,8842	1,674
	2,92557	2,8715	2,8243	2,7827	2,7458	2,7127	2,683	2,6561	2,6316	2,4699	2,101
28	2,11787	2,0889	2,0635	2,0411	2,021	2,003	1,9868	1,972	1,9586	1,8687	1,657
	2,89588	2,8418	2,7946	2,753	2,716	2,683	2,6532	2,6263	2,6017	2,4397	2,068
29	2,10449	2,0755	2,05	2,0275	2,0073	1,9893	1,973	1,9581	1,9446	1,8543	1,64
	2,86847	2,8144	2,7672	2,7256	2,6886	2,6555	2,6257	2,5987	2,5742	2,4118	2,038
30	2,09206	2,063	2,0374	2,0148	1,9946	1,9765	1,9601	1,9452	1,9317	1,8409	1,625
	2,8431	2,789	2,7418	2,7002	2,6632	2,6301	2,6003	2,5732	2,5487	2,386	2,011
32	2,06966	2,0404	2,0147	1,992	1,9717	1,9534	1,9369	1,9219	1,9083	1,8166	1,597
	2,79759	2,7435	2,6963	2,6546	2,6176	2,5844	2,5546	2,5275	2,5029	2,3395	1,96
34	2,05004	2,0207	1,9949	1,972	1,9516	1,9332	1,9166	1,9015	1,8877	1,7953	1,572
	2,75797	2,7039	2,6566	2,615	2,5779	2,5447	2,5147	2,4876	2,4629	2,299	1,916
36	2,0327	2,0032	1,9773	1,9543	1,9338	1,9153	1,8986	1,8834	1,8696	1,7764	1,55
	2,72315	2,6691	2,6218	2,5801	2,543	2,5097	2,4797	2,4526	2,4278	2,2633	1,876
38	2,01728	1,9877	1,9616	1,9386	1,9179	1,8994	1,8826	1,8673	1,8534	1,7596	1,53
	2,69232	2,6382	2,5909	2,5492	2,512	2,4787	2,4487	2,4215	2,3967	2,2317	1,841
40	2,00346	1,9738	1,9476	1,9245	1,9037	1,8851	1,8682	1,8529	1,8389	1,7444	1,512
	2,66483	2,6107	2,5634	2,5216	2,4844	2,4511	2,421	2,3937	2,3689	2,2034	1,809
42	1,99101	1,9612	1,935	1,9118	1,891	1,8722	1,8553	1,8399	1,8258	1,7308	1,495
	2,64016	2,586	2,5387	2,4969	2,4596	2,4263	2,3962	2,3688	2,3439	2,178	1,781

Продовження таблиці Б2

k_2	k_1 (ступінь свободи для більшої дисперсії)										
	12	13	14	15	16	17	18	19	20	30	∞
44	1,97974	1,9499	1,9236	1,9002	1,8794	1,8606	1,8436	1,8281	1,8139	1,7184	1,48
	2,6179	2,5638	2,5164	2,4746	2,4373	2,4039	2,3737	2,3463	2,3214	2,155	1,755
46	1,96949	1,9395	1,9132	1,8898	1,8688	1,85	1,8329	1,8173	1,8031	1,707	1,466
	2,59771	2,5436	2,4962	2,4543	2,417	2,3835	2,3533	2,3259	2,3009	2,1341	1,731
48	1,96012	1,9301	1,9037	1,8802	1,8592	1,8402	1,8231	1,8075	1,7932	1,6967	1,453
	2,57932	2,5252	2,4777	2,4358	2,3985	2,365	2,3348	2,3073	2,2823	2,115	1,709
50	1,95153	1,9214	1,8949	1,8714	1,8503	1,8313	1,8141	1,7985	1,7841	1,6872	1,441
	2,5625	2,5083	2,4609	2,419	2,3816	2,3481	2,3178	2,2903	2,2652	2,0976	1,688
60	1,9174	1,887	1,8602	1,8364	1,8151	1,7959	1,7784	1,7625	1,748	1,6491	1,393
	2,49612	2,4419	2,3943	2,3523	2,3148	2,2811	2,2507	2,223	2,1978	2,0285	1,606
70	1,89325	1,8627	1,8357	1,8117	1,7902	1,7708	1,7531	1,7371	1,7223	1,622	1,357
	2,44957	2,3953	2,3477	2,3055	2,2679	2,2341	2,2036	2,1758	2,1504	1,9797	1,546
80	1,87526	1,8445	1,8174	1,7932	1,7716	1,752	1,7342	1,718	1,7032	1,6017	1,329
	2,41514	2,3608	2,3131	2,2709	2,2332	2,1993	2,1686	2,1408	2,1153	1,9435	1,5
100	1,85026	1,8193	1,7919	1,7675	1,7456	1,7259	1,7079	1,6915	1,6764	1,5733	1,287
	2,36758	2,3132	2,2654	2,223	2,1852	2,1511	2,1203	2,0923	2,0666	1,8933	1,434
∞	1,75539	1,7234	1,6951	1,6697	1,6469	1,6262	1,6073	1,59	1,574	1,4629	1,062
	2,19066	2,1358	2,0875	2,0445	2,006	1,9713	1,9397	1,9109	1,8844	1,7029	1,089

Додаток В
Форми звітності згідно з ДСТУ 3989-2000

ДСТУ 3989 – 2000

ДОДАТОК А
(обов'язковий)

ФОРМИ СВІДОЦТВА ПРО КАЛІБРУВАННЯ ЗВТ

А.1 Форма свідоцтва про калібрування ЗВТ, що видається калібрувальною лабораторією

(назва підприємства (організації), якому підпорядковано калібрувальну лабораторію)	
(назва калібрувальної лабораторії)	№
Акредитована	(№ за реєстром калібрувальних лабораторій)
(назва органу з акредитації)	

СВІДОЦТВО
про калібрування засобу вимірювальної техніки

№	Чинне до
(назва засобу вимірювальної техніки)	
Умовне позначення	Зав. №
Виготовлено	
(назва підприємства-виробника)	
Належить	
(назва підприємства)	
Під час визначення метрологічних характеристик отримано такі значення ¹ : 	
Метрологічні характеристики визначено за таких умов ¹ : 	
Під час контролю метрологічних характеристик ² 	
(назва метрологічних характеристик)	
визнано їх відповідність вимогам	
(назва документа, що містить вимоги до метрологічних характеристик)	

Керівник калібрувальної лабораторії		
	(підпис)	(ініціал імені, прізвище)
Співробітник калібрувальної лабораторії, що провадив калібрування		
	(підпис)	(ініціал імені, прізвище)
М. П. або відбиток калібрувального тавра	Дата калібрування « » р.	

¹ Заловнюють у разі визначення метрологічних характеристик ЗВТ за певних умов.

² Заловнюють у разі контролю метрологічних характеристик ЗВТ на відповідність встановленим вимогам.

Примітка. Якщо калібрувальну лабораторію не акредитовано, то відомості щодо її акредитації (ким акредитовано та номер за реєстром) не зазначають.

ДОДАТОК Б
(обов'язковий)

ФОРМИ ДОВІДКИ ПРО НЕПРИДАТНІСТЬ ЗВТ

Б.1 Форма довідки про непридатність ЗВТ, що видається калібрувальною лабораторією

(назва підприємства (організації), якому підпорядковано калібрувальну лабораторію)	
	№
(назва калібрувальної лабораторії)	(№ за реєстром калібрувальних лабораторій)
Акредитована	
(назва органу з акредитації)	

ДОВІДКА
про непридатність засобу вимірювальної техніки
 №

«

 »

 р.

(назва засобу вимірювальної техніки)	
Умовне позначення	Зав. №
Виготовлено	
(назва підприємства-виробника)	
Належить	
(назва підприємства)	

На підставі результатів калібрування засіб вимірювальної техніки визнано непридатним до застосування.
 Підстави для визнання засобу вимірювальної техніки непридатним до застосування

Керівник калібрувальної лабораторії

(підпис)

(ініціал імені, прізвище)Співробітник лабораторії,
що провадив калібрування

(підпис)

(ініціал імені, прізвище)М. П. або відбиток
калібрувального тавра

Примітка. Якщо калібрувальну лабораторію не акредитовано, то відомості щодо її акредитації (ким акредитовано та номер за реєстром) не зазначають.

Б.2 Форма довідки про непридатність ЗВТ, що видається метрологічним центром або територіальним органом

ДЕРЖСТАНДАРТ УКРАЇНИ

(назва метрологічного центру або територіального органу)

**ДОВІДКА
про непридатність засобу вимірювальної техніки**

№ _____

« ____ » _____ р.

(назва засобу вимірювальної техніки)

Умовне позначення _____

Зав. № _____

Виготовлено _____

(назва підприємства-виробника)

Належить _____

(назва підприємства)

На підставі результатів калібрування засіб вимірювальної техніки визнано непридатним до застосування.
Підстави для визнання засобу вимірювальної техніки непридатним до застосування

Вчений зберігач еталона
або державний повірник

(підпис)

(ініціал імені, прізвище)

М. П. або відбиток
калібрувального тавра

УДК 389.14:006.354

17.020

T80

Ключові слова: калібрувальна лабораторія, калібрування, засоби вимірювальної техніки.

Додаток Г
Варіант тестового завдання до іспиту
Черкаський державний технологічний університет
(повне найменування вищого навчального закладу)

Освітній ступінь магістр

Галузь знань 17 «Електроніка, автоматизація та електронні комунікації»

Спеціальність 175 «Інформаційно-вимірювальні технології»

Семестр 1

Навчальна дисципліна «Похибки та невизначеності вимірювань»

ЕКЗАМЕНАЦІЙНИЙ БІЛЕТ №

Завдання 1 – 10 мають по декілька варіантів відповідей, з яких тільки ОДНА ПРАВИЛЬНА.

Правильна відповідь на кожне із завдань оцінюється в 2 бали.

За виконання завдань 1 – 10 можна отримати максимально 20 балів.

1. Як умовно позначається (відповідно до Міжнародного регламенту) стандартна невизначеність

А	Б	В	Г	Д
u_c	немає правильної відповіді	u	u_A	U

2. Що потрібно зробити для зменшення стандартної невизначеності

А	Б
виконати апроксимацію та врахувати припущення, що використовуються у методі вимірювання і вимірювальні процедури	виконати вимірювання з багатократними спостереженнями
В	Г
немає правильної відповіді	Розрахувати коефіцієнт кореляції та скоригувати результат вимірювання
Д	
Внести поправку	

3. За якою формулою визначається стандартна невизначеність якщо прийнятий постулат про рівномірний закон розподілу можливих значень величини

А	Б	Д
$\frac{r(x_i, x_j) \cdot \sqrt{n}}{1 - r^2(x_i, x_j)} > t_p(v_{eff})$	немає правильної відповіді	$u_B(x_i) = \frac{b_{i+} - b_{i-}}{\sqrt{24}}$
В	Г	
$r(x_i, x_j) = \frac{\sum_{l=1}^n (x_{il} - \bar{x}_i) \cdot (x_{jl} - \bar{x}_j)}{\sqrt{\sum_{l=1}^n (x_{il} - \bar{x}_i)^2 \cdot \sum_{l=1}^n (x_{jl} - \bar{x}_j)^2}}$	$u_B(x_i) = \frac{b_{i+} - b_{i-}}{2\sqrt{3}}$	

4. Яке значення приймає коефіцієнт охоплення для довірчої ймовірності 95 %

А	Б	В	Г	Д
немає правильної відповіді	2,54	3,89	1,96	0,47

5. За якою формулою визначається комбінована невизначеність, якщо рівняння вимірювання має вигляд $Y = C_1 \cdot X_1 \pm C_2 \cdot X_2 \pm \dots \pm C_N \cdot X_N$

А	Б	В	Г	Д
немає правильної відповіді	$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N \frac{u^2(x_i)}{x_i^2}}$	$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot u^2(x_i)$	$c_i = \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)$	$u_B(x_i) = \frac{U_p}{k_p}$

6. Яка невизначеність визначає інтервал для результату вимірювання

А	Б	Д
Комбінована невизначеність	немає правильної відповіді	розширена невизначеність
В	Г	
Стандартна невизначеність	Відносна невизначеність	

7. Визначити основну інструментальну складову невизначеності ЗВТ, якщо в технічному паспорті на ЗВТ зазначений клас точності 0,2, а діапазон показів засобу вимірювання знаходиться в межах від 0 до 25 В

А	Б	В	Г	Д
$u_B = 0.0117B$	$u_A = 0.212B$	$U = 0.017B$	$U_B = 0.147B$	$u_B = 0.014B$

8. Визначаємо розширену невизначеність при рівні довіри $P=0,95$, якщо комбінована стандартна невизначеність вимірювання складає 0,057 А

А	Б	В	Г	Д
$U = 0.114B$	$u_A = 0.541 B$	$u_B = 0.017 B$	$U_B = 0.421 B$	$u_B = 0.0312 B$

9. Записати результат вимірювання із стандартною невизначеністю, якщо дано $U_x = 10,715 B$, $\bar{U} = 10.714 B$ при рівні довіри 0,99. Маємо наступні дані: невизначеність за типом А (= 0,021 В); невизначеність за типом В (= 0,037 В); розширена невизначеність 0,109 В

А	Б	Д
$U = 1,361 B; u_c(\bar{U}) = 0.109 B$	$U = 10,714 B; u_c(\bar{U}) = 0.0425 B$	немає правильної відповіді
В	Г	
$U = 10,714 B; u_c(U_x) = 0.109 B$	$U = 10,714 B; u_c(U_x) = 0.109 B, P = 99 \%$	

10. Визначити коефіцієнт кореляції між величинами (1, 3), якщо дано

попарні оцінки кореляційних моментів для вимірюваних величини				(1, 2)	$34 \cdot 10^{-7}$
				(1, 3)	$27 \cdot 10^{-6}$
				(2, 3)	$7,6 \cdot 10^{-8}$
стандартна невизначеність вим.величини				1	0,0057
				2	0,00096
				3	0,0071
А	Б	В	Г	Д	
$r_{13} = 0.667$	$r = 0.87$	$R_{31} = 0.678$	$r_{13} = 20.085$	Немає правильної відповіді	

Задача 11 - має по декілька варіантів відповідей, з яких тільки ОДНА ПРАВИЛЬНА.
Правильна відповідь на кожне із завдань оцінюється в 2,5 бали.
За виконання задачі 11 можна отримати максимально 20 балів.

Проводиться калібрування еталону вольт за допомогою стабілізованого джерела опорної напруги протягом декількох тижнів. У кожний з $a=10$ днів проводиться $n=8$ незалежних повторних спостережень різниці потенціалів U_s .
 Дано: середнє значення вимірюваної напруги $10,00014119$ В; факторіальне розсіювання $1,931 \cdot 10^{-7}$; випадкове розсіювання $3,377 \cdot 10^{-7}$; загальне розсіювання $5,271 \cdot 10^{-7}$

1. Розрахувати оцінку міжгрупової дисперсії

А	Б	В	Г	Д
$2,046 \cdot 10^{-7}$	Немає правильної відповіді	$2,146 \cdot 10^{-9}$	$5,741 \cdot 10^{-9}$	$1,217 \cdot 10^{-9}$

2. Розрахувати оцінку внутрішньо групової дисперсії за формулою

А	Б	В	Г	Д
$4,753 \cdot 10^{-9}$	$2,125 \cdot 10^{-9}$	$4,825 \cdot 10^{-9}$	Немає правильної відповіді	$4,725 \cdot 10^{-7}$

3. Розрахувати оцінку загальної дисперсії

А	Б	В	Г	Д
$6,602 \cdot 10^{-7}$	$3,412 \cdot 10^{-3}$	$1,574 \cdot 10^{-7}$	$0,107 \cdot 10^{-7}$	Немає правильної відповіді

4. Розрахувати дисперсійне відношення

А	Б	В	Г	Д
4,44	Немає правильної відповіді	2,31	7,14	2,01

5. Визначити чисел степенів свободи k_A, k_2

А	Б	В	Г	Д
9; 79	9; 70	10; 70	Немає правильної відповіді	9; 69

6. Визначити критичне значення критерію Фішера $F_{\alpha; k_A; k_2}$ для прийнятого рівня значущості $\alpha = 5 \%$ і числа степенів свободи k_A, k_2

А	Б	В	Г	Д
1,85	Немає правильної відповіді	1,21	2,01	3,19

7. Визначити розширену невизначеність

А	Б	В	Г	Д
$2,711 \cdot 10^{-6}$	$4,148 \cdot 10^{-9}$	$21,05 \cdot 10^{-9}$	Немає правильної відповіді	$13,34 \cdot 10^{-9}$

8. Записати результат вимірювання з розширеною невизначеністю при $p=95 \%$

А	Б	Д
$U = (10.0014119 \pm 13,05 \cdot 10^{-9})$ $P = 95\%$	$U = (10.00014119 \pm 2,711 \cdot 10^{-9})$ $P = 95\%$	Немає правильної відповіді
В	Г	
$U = (10.00014119 \pm 13,34 \cdot 10^{-9})$ $P = 95 \%$	$U = (10.00014119 \pm 10,46 \cdot 10^{-9})$ $P = 95\%$	

ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ

Основні терміни та визначення подані тут, взяті із джерел [2-4, 13, 15] і за потреби необхідно звертатися до першоджерел.

Аналіз впливу (*Impact analysis*) - це метод, який використовується для визначення впливу різних факторів на невизначеність результату вимірювання.

Базовий відбір проб (*Reference sampling*) - дослідження характеристик ділянки, що виконується однією лабораторією з використанням одного пристрою для відбору проби, детальне так, що дає змогу встановити модель розподілу, за допомогою якої можна розрахувати концентрацію елемента з відомою невизначеністю в будь-якій точці відбору проби.

Бюджет невизначеності (*Uncertainty budget*) - звіт про невизначеність вимірювань, про складові цієї невизначеності вимірювань, їх розрахунку та об'єднанні.

Примітка. Бюджет невизначеності може включати модель вимірювань, оцінки і невизначеності вимірювань, пов'язані з величинами, що входять до моделі вимірювань, коваріації, види застосованих функцій щільності ймовірності, число степенів свободи, тип оцінювання невизначеності вимірювань та коефіцієнт охоплення.

Багатофункціональний калібратор (*Multifunctional calibrator*) - прилад, який відтворює на своєму виході основні електричні величини такі, як напруга постійного та змінного струму, постійний та змінний струм і активний опір в діапазонах, що забезпечують калібрування як цифрових, так і аналогових мультиметрів, а також інших приладів вимірювання електричних величин більш вузького призначення. Цей прилад, за своїми характеристиками є, практично, невеличкою калібрувальною лабораторією.

Валідація - це документально оформлена процедура, яка дає високий ступінь впевненості в тому, що конкретна методика буде приводити до результатів, які відповідають попередньо встановленим критеріям відповідності.

Вхідна величина в моделі вимірювань (*Input value in the measurement model*) - величина, яка повинна бути виміряна, або величина, значення якої може бути отримано іншим способом, для розрахунку виміряного значення вимірюваної величини.

Вихідна величина в моделі вимірювання (*Output value in the measurement model*) - величина, виміряне значення якої розраховують, використовуючи значення вхідних величин в моделі вимірювання.

Виміряне значення величини (*Measured value of a quantity*) - значення величини, що представляє результат вимірювання

Вимірювальна система (*Measuring system*) - набір із одного чи декількох засобів вимірювання та інших пристроїв, охоплюючи будь-які реагенти та джерела живлення, зібраний і пристосований для надання інформації про виміряні значення величин у границях встановлених інтервалів для величин певних родів.

Впливова величина (*Influential value*) - величина, яка при прямому вимірюванні не впливає на величину, яка фактично вимірюється, але впливає на співвідношення між показами і результатом вимірювання.

Відбір проби (*Sampling*) - процес вилучення або складання проби.

Відбір проміжних проб (поділ проби) (Sub-sampling (sample division)) - процес відбору однієї або декількох проміжних проб із первинної проби.

Відносна стандартна невизначеність (Relative standard uncertainty) - відношення стандартної невизначеності до оцінки вимірюваної величини.

Відносна комбінована невизначеність (Relative combined uncertainty) - відношення комбінованої невизначеності до оцінки вихідної величини.

Відносна розширена невизначеність (Relative extended uncertainty) - відношення розширеної невизначеності до оцінки вихідної величини.

Відбірник проб (Sampler) - особа (або група осіб), яка виконує процедури відбору проби в точці відбору проби. Примітка: Термін "відбірник проб" не відноситься до інструменту, що використовується для відбору проби, тобто до "пристрою для відбору проби".

Випадкова похибка результату (Random error of result) - складова похибки, яка під час отримання результатів випробувань для однієї й тієї самої характеристики змінюється непередбачуваним чином. Примітка. Випадкову похибку неможливо скоригувати.

Випадкова проба (вибірка) (Random sample) - вибірка n елементів, сформована так, що кожна з можливих комбінацій n елементів має певну ймовірність бути відібраною.

Випадковий відбір проб; простий випадковий відбір проб (Random sampling; simple random sampling) - відбір n елементів із сукупності N елементів, що виконується так, що кожна з можливих комбінацій n елементів має однакову ймовірність бути відібраною. Примітки: 1. Випадковий відбір не може бути замінений звичайним безсистемним або удаваним безцільним відбором; такі процедури зазвичай недостатні для забезпечення рандомізації. 2. Вираз "випадковий відбір" також застосовується до відбору проб із насипних або суцільних матеріалів, але його значення потребує конкретного визначення для кожного застосування.

Відповідність призначенню (поставленому завданню, поставленій меті) (Fitness for purpose) - ступінь, у якій дані, отримані в процесі вимірювання, дають користувачеві можливість приймати технічно й адміністративно правильні рішення для заявленої мети. Примітка. Визначення у застосуванні до аналітичних вимірювань.

Довірчий інтервал (Confidence interval) - це діапазон значень, в межах якого з певною ймовірністю (зазвичай 95%) може знаходитися справжнє значення величини, яку вимірюють.

Дефініційна невизначеність (Definitional uncertainty) - складова невизначеності вимірювань, що є результатом обмеженої деталізації в визначенні вимірюваної величини.

Примітка 1. Дефініційна невизначеність є практичний мінімум невизначеності вимірювання при будь-якому вимірюванні даної вимірюваної величини.

Зміщення (Bias) - різниця між математичним очікуванням результату дослідження і прийнятим опорним значенням. Примітка. На відміну від випадкової похибки, зміщення є мірою сумарної систематичної похибки. Можуть мати місце один або кілька складових систематичної похибки, що роблять внесок у зміщення. Більш висока систематична відмінність від прийнятого опорного значення виражається більш високим значенням зміщення.

Зміщення при відборі проби (Sampling bias) - частина сумарного зміщення результату вимірювання, пов'язана з відбором проби.

Інтервал охоплення (*Coverage interval*) - інтервал, який містить сукупність істинних значень вимірюваної величини із заданою ймовірністю, і який заснований на доступній інформації.

Інкремент (*Increment*) - окрема порція матеріалу, відібрана за допомогою однієї дії пристрою для відбору проби.

Ймовірність охоплення (*Probability of coverage*) - ймовірність того, що сукупність істинних значень вимірюваної величини знаходиться всередині вказаного інтервалу охоплення

Еталонний цільовий об'єкт (*Reference sampling target*) - об'єкт, який для відбору проб є аналогом стандартного зразка або атестованого стандартного зразка (у хімічному аналізі). Примітка. Цільовий об'єкт, для якого концентрацію одного або декількох елементів точно охарактеризовано з погляду мінливості в просторі та часі. Для відбору проб є аналогом стандартного зразка або атестованого стандартного зразка (у хімічному аналізі)

Коефіцієнт охоплення (*Coverage ratio*) - число більше ніж 1, на яке домножують стандартну невизначеність вимірювань для отримання розширеної невизначеності вимірювань.

Калібрування (*Calibration*) - операція, у ході якої за заданих умов на першому етапі встановлюють співвідношення між значеннями величин і невизначеностями вимірювання, які забезпечують зразки, і відповідними показами з властивими їм невизначеностями, а на другому етапі на основі цієї інформації встановлюють співвідношення, що дає змогу отримувати результат вимірювання, виходячи з показу.

Калібрування засобу вимірювальної техніки (*Calibration of a measuring instrument*) - сукупність операцій, що виконуються з метою визначення метрологічних характеристик та придатності засобу вимірювальної техніки до застосування в певних умовах.

Калібрувальний знак (*Calibration mark*) - знак встановленої форми, що наносять на засоби вимірювальної техніки, які визнані придатними для застосування в певних умовах у результаті їх калібрування.

Лабораторна проба (*Laboratory sample*) - проба, підготовлена для відправки в лабораторію і призначена для дослідження або випробувань.

Максимально допустима похибка вимірювання (*Maximum permissible measurement error*) - граничне значення похибки вимірювання відносно відомого опорного значення величини, дозволеного специфікаціями або нормами на задане вимірювання, засіб вимірювання або вимірювальну систему.

Максимально допустима невизначеність (*Maximum allowable uncertainty*) - найбільше значення, яке може мати невизначеність вимірювання похибки показу для результату випробувань під час використання підходу зі спільним ризиком.

Методика відбору проби (*Sampling procedure*) - операційні вимоги та/або інструкції, пов'язані з реалізацією конкретного плану відбору проби, тобто з планованим методом вибору, вилучення та підготовки проб(и), яку відбирають з об'єкта з метою визначення його характеристик.

Метрологічна простежуваність (Metrological traceability) - властивість результату вимірювання, за допомогою якої цей результат можна пов'язати з референцією через задокументований безперервний ланцюг калібрувань, кожне з яких робить внесок у невизначеність вимірювань.

Модель вимірювань (Measurement model) - математичний зв'язок між всіма величинами, про які відомо, що вони причетні до вимірювання.

Примітка 1. Загальною формою моделі вимірювання є рівняння $f(Y, X_1, \dots, X_n) = 0$, де Y - вихідна величина в моделі вимірювання – є вимірюваною величиною, значення якої повинно бути отримано на основі інформації про вхідні величини в моделі вимірювання $X_1, \dots, X_n$.

Примітка 2. В більш складних випадках, коли існує дві та більше вихідних величин моделі, ця модель вимірювання буде складатися із декількох рівнянь.

Метод бутстрепу (Bootstrap method) - це статистичний метод, який використовується для оцінки невизначеності, шляхом створення багатьох вибірок з основних даних і обчислення статистичних параметрів для кожної вибірки.

Метод Монте-Карло (Monte Carlo method) - це статистичний метод, який використовується для оцінки невизначеності, шляхом створення випадкових значень величини, яку вимірюють, і обчислення статистичних параметрів для кожного згенерованого значення.

Місце відбору проби (Sampling location) місце, у межах якого відбувається відбір проби з цільового об'єкта. Так можуть називати місце, у межах якого відбирають подвійні (повторні) проби в певних точках відбору проби.

Настроювання (Settings) - операція, призначена для приведення вимірювального приладу у стан, що дозволяє його використання за призначенням. Настроювання може бути автоматичним, напіваавтоматичним або ручним.

Невизначеність вимірювання (Measurement uncertainty) [9] - невід'ємний параметр, який характеризує розсіювання значень величини, які приписуються вимірюваній величині на основі використаної інформації.

Примітка 1. Невизначеність вимірювань включає складові, зумовлені систематичними ефектами, такі як, складові, що пов'язані із поправками та приписаними значеннями величини еталонів, а також диференційну невизначеність. Іноді не вводять поправки на оцінювані систематичні ефекти, а замість цього останні розглядаються як складові невизначеності вимірювань.

Примітка 2. Параметром може бути, наприклад, стандартне відхилення, що називається стандартною невизначеністю вимірювань, або половина ширини інтервалу із встановленою ймовірністю охоплення.

Примітка 3. Невизначеність вимірювань включає в себе, в загальному випадку, багато складових. Деякі із цих складових можуть бути оцінені за типом А невизначеності вимірювань на основі статистичного розподілу значень величини із серії вимірювань і можуть характеризуватися стандартними відхиленнями. Інші складові, які можуть бути оцінені за типом В невизначеності вимірювань, можуть також характеризуватися стандартними відхиленнями, які оцінюються із функції щільності ймовірності на основі досвіду або іншої інформації.

Невизначеність відбору проби (Sampling uncertainty) - частина сумарної невизначеності вимірювання, пов'язана з відбором проби.

Нормальні умови експлуатації (Normal operating conditions) - умови експлуатації, визначені для оцінювання характеристик вимірювального приладу або вимірювальної системи чи для порівняння результатів вимірювань

Нормовані умови експлуатації (*Normalised operating conditions*) - умови експлуатації, які потрібно виконувати під час вимірювання для того, щоб вимірювальний прилад або вимірювальна система функціонували відповідно до свого призначення

Однорідність, неоднорідність (*Homogeneity, heterogeneity*) - ступінь рівномірності розподілу властивості або компонента в деякій кількості матеріалу.

Примітки. 1. Матеріал може бути однорідним щодо одного аналіту або властивості, але неоднорідним щодо іншого. 2. Ступінь неоднорідності (протилежність однорідності) є визначальним фактором похибки відбору проби.

Оцінювання невизначеності вимірювань по типу А (*Estimation of measurement uncertainty according to type A*) - оцінювання складової невизначеності вимірювань за допомогою статистичного аналізу вимірюваних значень величини, спостережених при певних умовах вимірювання.

Оцінювання невизначеності вимірювань за типом В (*Estimation of measurement uncertainty according to type B*) - оцінювання складової невизначеності вимірювань, визначеної іншим способом, ніж оцінювання невизначеності вимірювань за типом А.

Примітка. Оцінювання ґрунтується на інформації:

- Пов'язаної із значенням величини, що взяті із надійних публікацій;
- Пов'язаної із значенням величини атестованого стандартного зразка;
- Отриманої із сертифікатів калібровки;
- Про дрейф;
- Пов'язаної із класом точності повіреного засобу вимірювання;
- Отриманого із границь, встановлених із особистого досвіду.

Оцінка типу (зразка) (*Type (sample) evaluation*) - процедура оцінки відповідності одного або декількох екземплярів певного типу (зразка) засобів вимірювальної техніки, результатом якої є звіт про оцінку та / або сертифікат про оцінку.

Подвійна (повторна) проба (*Duplicate (replicate) sample*) - одна з двох (або більше*) проб або частин проб, отриманих окремо в один і той самий час за однією і тією самою методикою відбору проб або частин проб (* для повторної проби). Примітка. Кожну повторну пробу відбирають в окремій "точці відбору проби" в межах "місця відбору проби".

Похибка вимірювання (*Measurement error*) - виміряне значення мінус референтне значення величини.

Показ (*Show*) - значення величини, що надається засобом вимірювання або вимірювальною системою.

Похибка показу (*Display error*) - різниця між показом і опорним значенням величини.

Первинна повірка засобів вимірювальної техніки (*Initial verification of measuring instruments*) - повірка, що виконується вперше після виготовлення засобів вимірювальної техніки або після ремонту, а також при імпорті партії.

Первинна проба (*Primary sample*) - сукупність одного або декількох інкрементів або одиниць, спочатку відібраних з об'єкта.

Примітка. У цьому разі термін "первинна" стосується не якості проби, а того факту, що пробу було відібрано на найбільш ранній стадії вимірювання.

Періодична перевірка засобів вимірювальної техніки (*Periodic verification of measuring instruments*) - перевірка, що виконується протягом експлуатації засобів вимірювальної техніки через встановлений проміжок часу (міжповірочний інтервал).

План відбору проби (*Sampling plan*) - заздалегідь встановлена процедура вибору, вилучення, зберігання, транспортування та підготовки порцій, що вилучаються із сукупності як проби.

Прецизійність (*Precision*) - близькість збігу між незалежними результатами випробувань, отриманими за певних прийнятих умов.

Примітки. 1. Прецизійність залежить тільки від розподілу випадкових похибок і не пов'язана з істинним значенням або заданим значенням. 2. Ступінь прецизійності зазвичай виражають через показники розсіювання і обчислюють як стандартне відхилення результатів випробування. Меншій прецизійності відповідає більше стандартне відхилення. 3. "Незалежні результати випробувань" - це результати, отримані так, що відсутній вплив попередніх результатів, отриманих на тому самому або аналогічному об'єкті випробувань. Кількісні міри прецизійності істотно залежать від прийнятих умов. Умови збіжності та відтворюваності є крайніми варіантами прийнятих умов.

Підготовка проби (*Sample preparation*) - сукупність операцій з матеріалом, таких як подрібнення, змішування, ділення тощо, необхідних для перетворення об'єднаної проби матеріалу або проби великого об'єму на лабораторну або тестову пробу.

Примітка. Підготовка проби, наскільки це можливо, не повинна впливати на її репрезентативність стосовно сукупності, з якої вона була відібрана.

Правильність (*Trueness*) - близькість збігу між середнім значенням, отриманим із великої кількості результатів випробувань, і прийнятим опорним значенням.

Попередня обробка проби (*Sample pre-treatment*) - загальна назва всіх процедур, що використовуються для приведення проби до певного стану, який забезпечує можливість подальшого дослідження, аналізу або довготривалого зберігання.

Прецизійність відбору проби (*Sampling precision*) - частина сумарної прецизійності вимірювання, пов'язана з відбором проби.

Проба (*Sample*) - порція матеріалу, відібрана з більшої кількості матеріалу.

Проміжна проба (*Sub-sample*) - проба, що відбирається з первинної проби.

Примітки. 1. Її можна відбирати тим самим методом, що й первинну пробу, але це необов'язково. 2. При відборі проб матеріалів проміжну пробу часто отримують шляхом ділення первинної проби. Отриману так проміжну пробу називають також "розділеною пробою".

Стандартна невизначеність u (*Standard uncertainty*) - невизначеність (непевність), що виражається як стандартне середньоквадратичне відхилення (СКВ).

Сумарна стандартна невизначеність (комбінована) u_c (*Total standard uncertainty (combined)*) - невизначеність (непевність), що отримується шляхом підсумовування всіх складових стандартних невизначеностей, пов'язаних з вимірюваною величиною.

Сукупне вимірювання (*Aggregate measurement*) - це непряме вимірювання, в якому значення кількох одночасно вимірюваних однорідних величин

отримують шляхом розв'язання системи рівнянь, що пов'язують різні сполучення цих величин, які вимірюються прямо чи опосередковано.

Сумісне вимірювання (*Compatible measurement*) - непряме вимірювання, в якому значення декількох одночасно вимірюваних різнорідних фізичних величин отримують шляхом розв'язання рівнянь, які пов'язують їх із іншими фізичними величинами, що вимірюються прямо чи опосередковано.

Систематична похибка результату (*Systematic error of result*) - складова похибки, яка під час отримання результатів випробувань для однієї й тієї самої характеристики залишається постійною або змінюється передбачуваним чином. Примітка. Систематичні похибки та їхні причини можуть бути відомі або невідомі.

Складена проба (також усереднена і сукупна проба) (*Composite sample (also average and aggregate)*) - два або більше інкрементів/проміжних проб, що змішуються відповідними порціями дискретно або безперервно (змішана складова проба), з якої можна отримати середнє значення необхідної характеристики.

Розширена невизначеність U (*Extended uncertainty*) - інтервал навколо результату вимірювання, в межах якого ймовірно розташована більшість розподілу значень, які з достатнім обґрунтуванням можуть бути приписані вимірюваній величині.

Результат вимірювання (*Measurement result*) - сукупність значень величини, що приписують вимірюваній величині, а також будь-яка інша доступна ревалентна інформація.

Розмір проби (*Sample size*) - число елементів або кількість матеріалу, що утворює пробу.

Репрезентативна проба (*Representative sample*) - проба, отримана згідно з планом відбору проби, яка, як можна припускати, адекватно відображає досліджувані властивості генеральної сукупності.

Точність вимірювань (*Precision of measurements*) - близькість виміряного значення до істинного значення вимірюваної величини.

Тестова порція (*Test portion*) - порція матеріалу, розмір якої дає змогу виміряти концентрацію або іншу необхідну властивість, витягнута з тестової проби.

Тестова проба (*Test sample*) - проба, яка приготовлена з лабораторної проби і з якої відбирають тестові порції для випробувань або аналізу.

Точка відбору проби (*Sampling point*) - певне місце, розташоване в межах місця відбору проби, де відбувається відбір проби. Так можуть називати конкретні точки, де відбирають подвійні (повторні) проби в межах місця відбору проби.

Примітка. Точність, з якою встановлюють розташування точок відбору проби в просторі та в часі, залежить від методу дослідження. Розташування точок відбору подвійних проб відображає зазначену точність.

Функція вимірювання (*Measurement function*) - функція величин, значенням якої, якщо воно обчислене за допомогою відомих значень вхідних величин у моделі вимірювання, є виміряне значення вихідної величини в моделі вимірювання.

Цільовий об'єкт (*Sampling target*) - частина матеріалу станом на певний час, яку має представляти проба.

Примітки. 1. Цільовий об'єкт має бути визначений до складання плану відбору проби. 2. Цільовий об'єкт може бути встановлений нормативними документами або правилами (наприклад, розмір партії). 3. Якщо потрібно визначити властивості та характеристики (наприклад, хімічний склад) для деякої ділянки місцевості або періоду часу, то цю ділянку або період можна вважати цільовим об'єктом.

В документі [13] наведено повний перелік термінів та визначень галузі метрології, вимірювань, невизначеності, засобів вимірювальної техніки, еталонів.

СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Васілевський О.М. Основи теорії невизначеності вимірювань: підручник / О.М.Васілевський, В.Ю.Кучерук, Є.Т.Володарський. – Вінниця: ВНТУ, 2015. – 230 с.
<https://press.vntu.edu.ua/index.php/vntu/catalog/download/221/405/446-1?inline=1>
2. Guide to expression of uncertainty in measurement: First edition. – ISO. Switzerland, 1993.
3. JCGM 104:2009 Evaluation of measurement data – An introduction to the «Guide to the expression of uncertainty in measurement» and related documents : JCGM 104:2009. – Sevres : JCGM, 2009. – 20 p.
4. JCGM 106:2012. Evaluation of measurement data - The role of measurement uncertainty in conformity assessment. – Sevres : JCGM, 2009. – 57 p.
5. ЕА- 4/02 М:2013 Вираз невизначеності вимірювання при калібруванні.
6. Analytical Methods Committee (2002) Technical Brief No. 10, Royal Society of Chemistry, London.
7. До проблеми впровадження методики оцінки невизначеностей вимірювань А.Д.Скоробу, Б.М.Силошний /Проблеми безпеки атомних електростанцій і Чорнобиля вип.14 2010.
8. Засади оцінювання невизначеності результатів
<https://sites.google.com/site/yakavoska/articles/zasadi>
9. Salicone, Simona. *Measurement uncertainty: an approach via the mathematical theory of evidence*. Springer science & business media, 2007.
10. Buonaccorsi, John P. *Measurement error: models, methods, and applications*. CRC press, 2010.
11. Uncertainty Analysis for Engineers and Scientists: A Practical Guide 1st Edition by [Faith A. Morrison](#) (Author)
12. "Measurement Uncertainty: A Practical Guide for Engineers and Scientists" by L. S. Blakeley.
13. Eurachem/EUROLAB/CITAC/Nordtest/AMC Guide: Measurement uncertainty arising from sampling: a guide to methods and approaches: M H Ramsey and S L R Ellison (Eds): translation of the first edition, 2007 – Kyiv.: LLC "Yurka Liubchenka", 2015. – 156 p.
14. JCGM 200:2012. International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM) – (JCGM 200:2008 with minor correction) (Published by the OIML as OIML V 2-200:2012 as www.oiml.org/en/publicatons/guides/)Also referred to in present Guide as “VIM3»
15. Настанова Eurachem/EUROLAB/CITAC/Nordtest/AMC "Непевність виміру, пов'язана з відбиранням проби. Настанова з методів та підходів": за ред. М. Ремзі та С. Еллісона: переклад першого видання 2007 р. – К.: ТОВ "Юрка Любченка", 2015. – 156 с.
16. Ellison S L R, Roesslein M, Williams A (eds) (1995) Eurachem Guide: *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*, Eurachem, 1st edition.

17. ISO/TS 21748:2004 Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation. ISO, Geneva.
18. Ramsey M H (1998) Sampling as a source of measurement uncertainty: techniques for quantification and comparison with analytical sources. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 13, 97-104.
19. Lyn J A et al The duplicate method of uncertainty estimation: are 8 targets enough? *Analyst*, 132 (11), 1147-52.
20. Ellison S L R, Roesslein M, Williams A (eds) (2000) Eurachem/CITAC Guide: *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*, Eurachem, 2nd edition, ISBN 0 948926 15 5. Available from the Eurachem secretariat, or from LGC Limited (London).
21. Lyn J A et al. (2003) Measurement uncertainty from physical sample preparation: estimation including systematic error. *Analyst*, 128 (11), 1391-1398.
22. Ramsey M H, Argyraki A (1997) Estimation of measurement uncertainty from field sampling: implications for the classification of contaminated land. *Science of the Total Environment*, 198, 243-257.
23. *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM)*. Geneva (2nd printing 1995).
24. Ellison S L R, Roesslein M, Williams A (eds) (1995) Eurachem Guide: *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*, Eurachem, 1st edition.
25. De Zorzi et al (2002) A practical approach to assessment of sampling uncertainty. *Accreditation and Quality Assurance*, 7, 182-188.
26. Kurfurst U et al. (2004) Estimation of measurement uncertainty by budget approach for heavy metal content in soils under different land use. *Accreditation and Quality Assurance*, 9, 64-75.
27. Minkinen P (2004) Practical applications of sampling theory. *Chemometric and Intelligent Lab. Systems*, 74, 85-94.
28. Pitard F F (1993) *Pierre Gy's Sampling Theory and Sampling Practice*. CRC Press, Boca Raton, 2nd edition.
29. Commission Regulation (EC) No 563/2002 of 2 April 2002 amending Regulation (EC) No 466/2001 Setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs, Official Journal of the European Communities, L 86/5 to L 86/6.
30. European Directive 79/700/EEC. OJ L 207, 15.8.1979, p.26.
31. Ramsey M H, Lyn J A, Wood A (2001) Optimized uncertainty at minimum overall cost to achieve fitness-for-purpose in food analysis. *Analyst*, 126, 1777-1783.
32. Lyn J A et al (2007) Modifying uncertainty from sampling to achieve fitness for purpose: a case study on nitrate in lettuce. *Accreditation and Quality Assurance: Journal for Quality, Comparability and Reliability in Chemical Measurement*, 12, 67-74.
33. *Measurement Uncertainty and Conformance Testing: Risk Analysis*. Joint Committee on General Metrology, Working Group 1/Subcommittee 3 (готовится к печати)[†].

34. Програмне забезпечення AMC <https://www.rsc.org/membership-and-community/connect-with-others/join-scientific-networks/subject-communities/analytical-science-community/amc/software/>
35. Thompson M, Walsh J N A (1989) *Handbook of Inductively Coupled Plasma Spectrometry*. Blackie, Glasgow.
36. Analytical Methods Committee (2002) Technical Brief No. 10, Royal Society of Chemistry, London.
37. Magnusson B et al (2003) *Handbook for Calculation of Measurement Uncertainty*. NORDTEST Report TR 537 (project 1589-02). Can be obtained from www.nordicinnovation.net/nordtest.cfm under link Rapporteur.
- 38 Ramsey M H, Taylor P D, Lee J C (2002) Optimized contamination land investigation at minimum overall cost to achieve fitness-for-purpose. *Journal of Environmental Monitoring*, 4 (5), 809-814.
39. Lee J C, Ramsey M H (2001) Modelling measurement uncertainty as a function of concentration: an example from a contaminated land investigation. *Analyst*, 126 (10), 1784-1791.
40. Ramsey M H, Argyraki A (1997) Estimation of measurement uncertainty from field sampling: implications for the classification of contaminated land. *Science of the Total Environment*, 198, 243-257.

Нормативні документи та інформаційні ресурси

- 41 ДСТУ-Н РМГ 43:2006 Метрологія. Застосування Руководства по выражению неопределенности измерений (РМГ 43-2001, IDT) <http://online.budstandart.com/ua/catalog/document.html?iddoc=77097>
- 42 ДСТУ-Н 7531:2014 Метрологія. Впровадження концепції невизначеності вимірювання під час випробування з урахуванням вимог ДСТУ ISO/IEC 17025 [Текст]. - Чинний від 2015-02-01. - Київ : Мінекономрозвитку України, 2015. - IV, 4 с. - (Настанова).- Бібліогр.: с.4. http://www.leonorm.com.ua/Default.php?Page=search&TableNumber=2&nodename=lnbod_S3337
<http://csm.kiev.ua/nd/nd.php?b=1&z=%D0%9E%D0%BF%D1%82%D0%B8&l=220>
<http://online.budstandart.com/ua/catalog/document.html?iddoc=67950>
- 43 ДСТУ ISO/IEC Guide 98-1:2018 Невизначеність вимірювань. Частина I. Вступ до подання невизначеності у вимірюванні (ISO/IEC Guide 98-1:2009, IDT) <http://online.budstandart.com/ua/catalog/document.html?iddoc=81668>
44. ДСТУ ISO/IEC Guide 98-3:2018 Невизначеність вимірювань. Частина III. http://online.budstandart.com/ua/catalog/doc-page?id_doc=81669
45. ДСТУ ISO/IEC Guide 98-4:2018 Невизначеність вимірювань. Частина IV. http://online.budstandart.com/ua/catalog/doc-page?id_doc=81670
46. ДСТУ ISO/TS 21749:2013 Невизначеність вимірювання в метрологічній практиці. Повторні вимірювання та ієрархічні експерименти (ISO/TS 21749:2005, IDT) <http://online.budstandart.com/ua/catalog/document.html?iddoc=62233>

47. ДСТУ ISO/TS 14253-2:2006 Вимоги до геометричних розмірів виробів. Перевірка вимірюванням робочих зразків та засобів вимірювальної техніки. Частина 2. Рекомендації з оцінювання невизначеності вимірів геометричних розмірів виробів, калібрування засобів вимірювальної техніки та контролю виробів (ISO/TS 14253-2:1999)
<http://online.budstandart.com/ua/catalog/document.html?iddoc=50710>
48. ДСТУ ISO/TR 7066-1:2007 Оцінення невизначеності під час калібрування та застосування приладів вимірювання витрати. Частина 1. Лінійні калібрувальні характеристики (ISO/TR 7066-1:1997, IDT)
<http://online.budstandart.com/ua/catalog/document.html?iddoc=50535>
49. ДСТУ OIML G 19:2018 Роль невизначеності вимірювання під час прийняття рішень про оцінку відповідності в законодавчо регульованій метрології (OIML G 19:2017, IDT)
<http://online.budstandart.com/ua/catalog/document.html?iddoc=81671>
50. ДСТУ EN ISO/IEC 17025:2019 Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій (EN ISO/IEC 17025:2017, IDT; ISO/IEC 17025:2017, IDT)
<http://online.budstandart.com/ua/catalog/document.html?iddoc=88724>
51. ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-6:2005 Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 6. Використання значення точності на практиці (ГОСТ ИСО 5725-6-2003, IDT)
<http://online.budstandart.com/ua/catalog/document.html?iddoc=84938>
52. ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-2:2005 Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 2. Основний метод визначення повторюваності і відтворюваності стандартного методу вимірювання (ГОСТ ИСО 5725-2-2003, IDT)
<http://online.budstandart.com/ua/catalog/document.html?iddoc=84968>
53. ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-4:2005 Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 4. Основні методи визначення правильності стандартного методу вимірювання (ГОСТ ИСО 5725-4-2003, IDT)
<http://online.budstandart.com/ua/catalog/document.html?iddoc=89958>
54. ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-1:2005 Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 1. Основні положення та визначення (ГОСТ ИСО 5725-1-2003, IDT)
<http://online.budstandart.com/ua/catalog/document.html?iddoc=72104>
55. ДСТУ ISO 3534-1:2008 Статистика. Словник термінів і позначки. Частина 1. Загальні статистичні терміни та терміни теорії ймовірностей (ISO 3534-1:2006, IDT)
<http://online.budstandart.com/ua/catalog/document.html?iddoc=29186>
56. ДСТУ ISO 16063-11:2017. Методи вимірювання віброакустичних характеристик. Частина 11. Вимірювання динамічних характеристик вібраційних вимірювальних систем.

57. ДСТУ ISO 16063-22:2018. Методи вимірювання віброакустичних характеристик. Частина 22. Вимірювання динамічних характеристик вібраційних вимірювальних систем з активними датчиками.
58. ДСТУ ISO 16063-41:2018. Методи вимірювання віброакустичних характеристик. Частина 41. Вимірювання динамічної невизначеності вібраційних вимірювальних систем.
59. ДСТУ ISO 16063-42:2018. Методи вимірювання віброакустичних характеристик. Частина 42. Вимірювання динамічної невизначеності вібраційних вимірювальних систем з активними датчиками.
60. ДСТУ EN ISO 13385-1:2018 Технічні вимоги до геометричних параметрів продукції (GPS). Прилади для лінійних та кутових вимірювань. Частина 1. Штангенциркулі. Проектні та метрологічні характеристики (EN ISO 13385-1:2011, IDT; ISO 13385-1:2011, IDT)
61. ДСТУ ISO 3650:2009 Вимоги до геометричних розмірів виробів. Еталони довжини. Кінцеві міри (ISO 3650:1998, IDT)
62. Інструкція з експлуатації горизонтального компаратора ІЗА-2
63. Технічні характеристики застосовних приладів
<https://tekknow.com.ua/>; <https://pribory.com/ua/product/mnogofunktsional-ny-j-kalibrator-s-hart-kommunikatorom-meriam-mft4000-mft4010/>
64. Royal Society of Chemistry <https://www.rsc.org/about-us/>
- 65.. ДСТУ ISO 5667-18:2007 Якість води. Відбирання проб. Частина 18. Настанови щодо відбирання проб підземних вод із забруднених місць (ISO 5667-18:2001, IDT)
66. ДСТУ ISO 10381-2:2004 Якість ґрунту. Відбирання проб. Частина 2. Настанови з методів відбирання проб (ISO 10381-2:2002, IDT)
67. ДСТУ ISO 5667-6:2009 Якість води. Відбирання проб. Частина 6. Настанови щодо відбирання проб з річок і струмків (ISO 5667-6:2005, IDT)
68. ДСТУ ISO 17402:2013 Якість ґрунту. Вибирання та застосування методів оцінювання біодоступності забруднювальних речовин у ґрунтах і ґрунтових матеріалах. Вимоги та настанови (ISO 17402:2008, IDT)
69. ДСТУ ISO 3085:2006 Руди залізнi. Експериментальні методи перевіряння похибки відбирання проб, готування проб і вимірювання (ISO 3085:2006, IDT)
70. ДСТУ ISO 3082:2018 Руди залізнi. Методи відбирання та готування проб (ISO 3082:2017, IDT)
71. ДСТУ ISO 3084:2006 Руди залізнi. Експериментальні методи визначення варіації якості (ISO 3084:1998, IDT)