

П.С. Серенков,
Н.А. Жагора,
В.И. Найденова,
О.В. Фуфаева,
К.А. Павлов

КОМБИНИРОВАННЫЙ ПОДХОД К ОЦЕНКЕ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ РЕЗУЛЬТАТА ИЗМЕРЕНИЙ В РАМКАХ ВНУТРИЛАБОРАТОРНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ МВИ

УДК 53.08:389.1(045)

Предложена двухэтапная программа внутрилабораторного исследования МВИ для целей оценивания и анализа неопределенности результата измерений (испытаний, контроля), которая позволяет идентифицировать с высокой степенью достоверности весь комплекс влияющих факторов на основе системного подхода. На конкретном примере продемонстрирован алгоритм реализации программы, предложен критерий достаточности «глубины» исследований, определены методы управления характеристиками точности МВИ, обеспечивающие в комплексе минимизацию затрат на проведение исследований.

We propose two-stage program of interlaboratory MVI examination in order to assess and analyze measurement result uncertainty (tests, control) that allows to identify, with high credibility level, the whole complex in influence factors on the system approach basis. The corresponding example demonstrates the algorithm for the program realization. We also propose the criteria of sufficiency for examinations «depth» and determine the methods to control accuracy MVI characteristics that, in complex, ensure minimization of investigations carrying out costs.

1. Постановка задачи

Необходимость соответствия новым требованиям и процедурам технического регулирования в рамках Таможенного союза, ЕврАзЭС и Единого экономического пространства в последние годы способствует развитию в Республике Беларусь законодательной и прикладной метрологии, в том числе таких аспектов деятельности измерительных (испытательных) лабораторий, как валидация и верификация методик выполнения измерений, контроля, испытаний (МВИ).

Существует ряд требований в отношении валидации и верификации МВИ. Эти требования изложены как в основополагающем стандарте для испытательных и калибровочных лабораторий ISO/IEC 17025:2005, так и в обязательных документах международной ассоциации по аккредитации (ILAC) ILAC-G18:04/2010, европейской организации по аккредитации (EA) EA-04/10, EA-04/09, EA-04/15.

Как и при проведении любого исследования, при валидации и верификации методик возникает вопрос эффективности – соотношения результативности процесса (надежности, достоверности результатов измерений) и затрат. Особенно это актуально в современных условиях для измерений в области медицины, фармацевтической, пищевой и других видов промышленности, для которых характерно в общем случае использование дорогостоящего как в приобретении, так и в обслуживании измерительного оборудования,

стандартных образцов, расходных материалов, персонала высокой квалификации, особых условий измерений и т.д.

С другой стороны, высокий риск получения некорректного результата измерений (контроля, испытаний) может повлечь за собой значительные негативные последствия, связанные с жизнью и здоровьем людей, финансовыми и имиджевыми потерями в бизнесе и т.д. Поэтому руководителю лаборатории следует строго подходить к процессу формирования и исследования модели измерения, так как помимо факторов, относящихся непосредственно к измерительным процедурам, все большую роль в обеспечении заданного уровня точности и достоверности результатов контроля и испытаний играют такие составляющие, как: – «факторы действия», связанные с контактами оператора с объектом, техническими средствами, средой (наполнение пробирок реагентами, установка образцов на испытательное оборудование, нагрев, охлаждение и другие виды воздействия на образцы в процессе контроля и испытаний, манипулирование техническими средствами и т.д.), которые не всегда возможно включить в модель измерения как поправки и поправочные коэффициенты, их влияние является опосредованным; – «факторы субъективного оценивания», связанные с выполнением определенных действий на различных стадиях процесса контроля и испытаний на основе органолептических восприятий, например, «на просвет», по цвету, звуку, запаху

и т.п. (хотя для этих целей используются модели «стандартных наблюдателей», но, как показывает практика, они вносят свой вклад в изменчивость процесса).

Налицо оптимизационная задача – формирование программы исследований МВИ в рамках валидации или верификации с учетом затрат по критерию минимизации рисков.

Разработана и опробована двухэтапная программа внутрилабораторного исследования МВИ, отвечающая сформулированным критериям.

2. Первый этап программы внутрилабораторного исследования

2.1. Базовая статистическая модель и комбинированный подход к исследованию МВИ

На первом этапе рекомендуется использовать базовую статистическую модель по оценке точности результатов измерений, описанную в серии стандартов СТБ ИСО 5725. Базовая модель является фиксированной в части источников факторов, определяющих результат измерения, и предполагает, что результат измерений y является результатом комплексирования следующих компонентов модели:

$$y = t + B + e = \mu + (\delta + B) + e, \quad (1)$$

где $t = \mu + \delta$ – общее среднее значение результата измерения (математическое ожидание);

μ – принятое эталонное значение;

δ – смещение метода измерений;

$(\delta + B) = \Delta$ – лабораторное смещение;

B – лабораторная составляющая смещения;

e – составляющая смещения, имеющая место при каждом измерении согласно условиям повторяемости;

$[(\delta + B) + e]$ – полное смещение результата измерения y от μ .

Лабораторная составляющая смещения « B » представляет в базовой модели отклонение результата измерений в лаборатории от « t » безотносительно к составляющей смещения « e », имеющей место в каждом результате измерений по фиксированному количеству возможных эффек-

тов, вызванных сменой оператора (B_1), сменой измерительного оборудования (B_2), повторной калибровкой измерительного оборудования (B_3), временем между измерениями (B_4).

В свою очередь, вариация результата измерений в соответствии со следствием центральной предельной теоремы теории вероятности [2] определяется комплексированием соответствующих компонентов модели (1):

$$Var(y) = Var(\mu) + Var(\delta) + Var(B_1, B_2, B_3, B_4) + Var(e). \quad (2)$$

Основным и наиболее ресурсоемким предметом исследования МВИ в рамках валидации или верификации являются точностные характеристики метода. Можно сказать, что остальные характеристики (предел обнаружения, предел количественного определения, линейность, робастность и т.д.) основываются на точностных и во многом являются производными от них. В данной статье мы остановимся на особенностях исследования только точностных характеристик МВИ и, в частности, оценивания неопределенности результатов измерений.

Первый аспект, который следует принять к сведению, – базовую статистическую модель метода измерений (1) нельзя в общем случае рассматривать как однородное математическое выражение. На самом деле, в ней четко прослеживаются две части, отличающиеся по объектам, подходам, методам: « t » и « $(B + e)$ ». Первая – характеризует вклад в результат измерения собственно метода, вторая – вклад лаборатории, реализующей метод.

Примечание. СТБ ИСО 5725-4 (раздел 5) рекомендует, что для отдельной лаборатории рационально исследовать лабораторную составляющую смещения « B » в комплексе со смещением метода измерений « δ », т.е. лабораторное смещение « $\Delta = \delta + B$ ».

С учетом этого, исследование МВИ в рамках валидации или верификации предполагает исследование двух объектов: собственно метода и лаборатории. В свою очередь, для каждого объекта следует оценить смещение и соответствующую неопределенность смещения (таблица 1).

Таблица 1

Структура комбинированного подхода к оценке неопределенности результата измерений при верификации

Объекты исследования МВИ	Вклад объекта исследования в результат измерений	Характеристики верификации МВИ		Рекомендуемый подход к исследованию и оценке
		Смещение	Неопределенность	
Собственно метод (безотносительно к конкретной лаборатории)	« μ »	-	« $u(\mu)$ »	модельный в соответствии с [3]
Лаборатория, реализующая метод	« $\Delta = (\delta + B)$ »	« $\Delta = (\delta + B)$ »	« $u(\Delta)$ »	эмпирический в соответствии с [4]
	« e »	« e »	« $u(e)$ »	
Результат измерений	$y = \mu + (\delta + B) + e$	« $(\delta + B) + e$ »	$u(e) = u(\mu) + u(\Delta) + u(e)$	комбинированный в соответствии с [5]

Наибольшее число методических вопросов возникает у лабораторий в отношении исследования и оценки неопределенности результата измерений $u(y)=F[u(\mu),u(\Delta),u(e)]$ и ее отдельных составляющих в различных условиях: повторяемости, воспроизводимости, промежуточной прецизионности (таблица 1). Особенности исследования и оценки неопределенности результатов реализации МВИ в рамках отдельной лаборатории будут рассмотрены ниже. В данной статье не предполагается анализ подходов, методов и средств исследования и оценки смещения результата измерения и его составляющих.

Второй аспект, на котором следует сконцентрировать внимание, – выбор подхода исследования и оценки неопределенности. Сегодня известны три основных подхода: модельный [3], эмпирический [4] и комбинированный [5].

Наиболее рациональным признан хорошо зарекомендовавший себя в мировой практике **комбинированный** подход к планированию и реализации процесса измерения. Он предполагает, что различные компоненты сводной статистической модели измерений (1) определяются с помощью как модельного, так и эмпирического подходов [5].

Комбинированный подход особенно эффективен для исследования и оценки неопределенности результатов реализации МВИ в области химии, микробиологии, физики (таблица 1). Для этих видов измерений вклады « μ » и « $u(\mu)$ » в статистической модели результата измерений, как правило, представлены не в виде элементарного (в смысле единичного) значения, а разворачиваются в виде самостоятельных многопараметрических моделей. Поэтому для исследования и анализа вклада собственно метода должен быть применен модельный подход в соответствии с GUM [3].

Пример 1. В методиках измерения геометрических параметров деталей эталонное значение $\mu \pm u(\mu)$

реализуется образцовой деталью или мерой (концевой мерой длины, угловой мерой, образцом шероховатости и т.п.) с заданными метрологическими характеристиками и представляется в статистических моделях результата измерений (1) и (2) единичными значениями « μ » и « $u(\mu)$ » соответственно.

Пример 2. В химических методах измерения количества вещества в растворе образцовый раствор заданной концентрации формируется путем многоступенчатого разбавления стандартного образца (например, порошка) в растворителе с использованием комплекса вспомогательного оборудования. Очевидно, что « μ » и « $u(\mu)$ » в статистических моделях результата измерений (1) и (2) должны быть представлены самостоятельными частными моделями, предполагающими наличие «факторов действия», «факторов субъективного оценивания». Аналогичная ситуация имеет место в физических, микробиологических и им подобных измерениях.

С другой стороны, вклады лаборатории « $(\delta+B+e)$ » и « $u(\delta+B+e)$ » в статистических моделях результата измерений (таблица 1) могут быть исследованы и оценены исключительно **эмпирически**, т.е. с помощью планирования и организации измерительного эксперимента, обработки и анализа его результатов в соответствии [4].

Таким образом, для исследования и оценивания неопределенностей в процессе внутривлабораторного исследования МВИ рационально применять комбинированный подход, включающий :

- модельный подход в отношении вкладов « μ » и « $u(\mu)$ »,
- эмпирический подход в отношении вкладов « $(\delta+B+e)$ » и « $u(\delta+B+e)$ ».

На конкретном примере продемонстрируем технологию исследования и оценки неопределенности результатов реализации МВИ в рамках отдельной лаборатории, которая отвечает критериям:

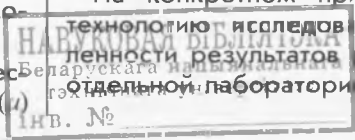


Рис. 1. Комбинированный подход к оцениванию неопределенности результата измерений в соответствии с базовой статистической моделью [4]

риям корректности, с одной стороны, и рациональности (минимизации затрат) – с другой.

Задача: Испытательная лаборатория предполагает аккредитоваться на право проведения испытаний строительных материалов на теплопроводность. Метод измерения теплопроводности стандартизован. В качестве средства измерений был использован прибор НФМ 436. Прибор НФМ 436 имеет встроенный микропроцессор и работающий под управлением внутреннего программного пакета Q-Test.

Руководство лаборатории приняло решение провести внутрिलाбораторное исследование с целью оценки основных характеристик точности метода, в частности, оценки неопределенности результата измерения.

В соответствии с методом, реализуемым прибором НФМ 436, физическая модель теплопроводности представлена выражением

$$\lambda = N \cdot \frac{V \cdot h}{\Delta T}, \quad (3)$$

где λ – теплопроводность, Вт/(м·К);

N – коэффициент калибровки, показывающий отношение сигнала датчика теплового потока к тепловому потоку через образец;

ΔT – разность температур в образце (разность температур верхней (T_n) и нижней ($T_н$) плит, формирующих тепловой поток), К.

V – сигнал датчиков теплового потока, измеряющих напряжение, пропорциональное тепловому потоку, проходящему через образец, В;

h – толщина образца, м.

2.2. Исследование вклада составляющей « μ » в результат измерений с применением модельного подхода

Исходной для исследования состава и структуры стандартной неопределенности $u(\mu)$ выступает физическая модель результата измерений $\mu = f(x_i)$.

Как следует из физической модели метода, теплопроводность λ (аналог « μ ») по сути – результат косвенного измерения параметров x_i ($N, V, h, \Delta T$). Предполагая для оценки неопределенности $u(\mu_\lambda)$

использование метода относительных неопределенностей, рационально исходные модели типа (3) представлять в относительном виде:

$$\Delta \lambda = \lambda \cdot \left(\frac{\Delta N}{N} + \frac{\Delta V}{V} + \frac{\Delta h}{h} - \frac{\Delta T}{T} \right) =$$

$$= \frac{\lambda}{N} \cdot \Delta N + \frac{\lambda}{V} \cdot \Delta V + \frac{\lambda}{h} \cdot \Delta h - \frac{\lambda}{T} \cdot \Delta T, \quad (4)$$

где $\Delta \lambda$ – приращение значения теплопроводности образца λ ; $\Delta N, \Delta V, \Delta h, \Delta T$ – приращения (смещения) факторов, входящих в исходную физическую модель метода (3).

Третий аспект связан с корректной реализацией модельного подхода при исследовании метода в отношении оценки $u(\mu)$, которую в случае приведенного примера обозначим $u(\mu_\lambda)$.

Типичной ошибкой при оценке $u(\mu_\lambda)$ является тот факт, что количество параметров исходной физической модели результата измерений $\mu_\lambda = f(x_i), x_i, i = 1, \dots, N$ отождествляют с количеством факторов – источников неопределенностей в модели $u(\mu_\lambda) = F(u(x_j)), j = 1, \dots, M$. Как правило, количество влияющих неопределенностей M больше, чем N .

Все входные параметры исходной модели результата измерений $\mu_\lambda = f(x_i)$ можно разделить на:

- регистрируемые в процессе эксперимента,
- задаваемые как условия измерительного эксперимента (измеряемые или используемые как константы).

Следует иметь в виду, что каждый задаваемый измеряемый параметр x_i является предположительно источником как минимум двух факторов возможного смещения результата измерений и соответствующих им частных неопределенностей:

- фактор, обусловленный влиянием значения параметра x_i на результат измерения μ_λ ,
- фактор, обусловленный влиянием точности измерения действительного значения параметра x_i на результат μ_λ .

С учетом вышеуказанного, структура выражения исходной модели (4) должна быть скорректирована. Состав параметров скорректированной физической

Корректировка структуры исходной физической модели (4)

Таблица 1

Параметры исходной физической модели метода	Тип параметра	Потенциально влияющие факторы скорректированной физической модели метода	Комплекс частных неопределенностей	Тип неопределенности
ΔN	Справочный	ΔN	$u(\Delta N)$	B
ΔV	Измеряемый, регистрируемый на выходе	ΔV	$u(\Delta V)$	B
Δh	Измеряемый, задаваемый на входе	$\Delta h_{изм}$	$u(\Delta x_{изм})$	B
		$\Delta h_{h_1, h_2}$	$u(\Delta h_{h_1, h_2})$	A
ΔT	Измеряемый, задаваемый на входе	$\Delta T_{изм}$	$u(\Delta T_{изм})$	B
		$\Delta T_{T_1, T_2}$	$u(\Delta T_{T_1, T_2})$	A

модели и соответствующих им влияющих частных неопределенностей представлен в таблице 1.

Скорректированная исходная модель (4) теперь предположительно будет иметь вид:

$$\Delta \lambda = \frac{\lambda}{N} \cdot \Delta N + \frac{\lambda}{V} \cdot \Delta V + \frac{\lambda}{h} \cdot \Delta h_{изм} + \frac{\lambda}{h} \cdot \Delta h_{h_1, h_2} - \frac{\lambda}{T} \cdot \Delta T_{изм} - \frac{\lambda}{T} \cdot \Delta T_{T_1, T_2}, \quad (5)$$

где ΔN – поправка, обусловленная точностью определения коэффициента калибровки;

ΔV – поправка, обусловленная точностью регистрации теплового потока, мкВ;

$\Delta h_{изм}$ – поправка, обусловленная точностью измерения толщины образца, м;

$\Delta h_{h_1, h_2}$ – поправка, обусловленная влиянием фактора «толщина образца», м;

$\Delta T_{изм}$ – поправка, обусловленная точностью измерения разности температур горячей и холодной плит прибора, К;

$\Delta T_{T_1, T_2}$ – поправка, обусловленная влиянием фактора «средняя температура поверхностей образца», К.

Для проверки значимости входных измеряемых параметров x_i модели результата измерений (5) (в нашем случае, $\Delta T_{T_1, T_2}$, $\Delta h_{h_1, h_2}$) следует провести специальное исследование. Оценка значимости входных измеряемых факторов «толщина образца – h » и «средняя температура поверхностей образца – T_{cp} » может быть произведена с помощью дисперсионного анализа (ANOVA), выполненного по результа-

там реализации специального плана эксперимента (рис. 2). Проверяется гипотеза о равенстве математических ожиданий выходного контролируемого параметра λ при влиянии на него различных значений входных факторов. В нашем случае – это толщина образца ($h = 30$ или 50 м) и среднее значение температуры T_{cp} , вычисленное из температуры верхней (T_a) и нижней (T_n) плит ($T_{cp} = 10$ °С или 30 °С). Выдвигается нулевая гипотеза H_0 , которая состоит в том, что влияние значения факторов h и T_{cp} на результат измерения λ отсутствует. Гипотеза принимается, то есть влияние факторов отсутствует, если, например, уровень значимости $P > 0,05$. И гипотеза отвергается, то есть факторы влияют на результат измерения, когда уровень значимости $P < 0,05$.

В результате реализации специального плана эксперимента и последующего дисперсионного анализа (рис. 2) установлено, что на результаты измерений теплопроводности образца из минеральной ваты оказывает влияние средняя температура T_{cp} , а на результаты измерений теплопроводности для образца из пенополистирола оказывает влияние как толщина образца h , так и средняя температура поверхностей образца T_{cp} .

Результаты дисперсионного анализа позволяют либо убрать (фактор незначим), либо оставить (фактор значим) соответствующие факторы $\Delta T_{T_1, T_2}$ и $\Delta h_{h_1, h_2}$ в модели. В данном случае принято решение в скорректированной модели (5) оставить оба параметра. Значимость факторов предпола-

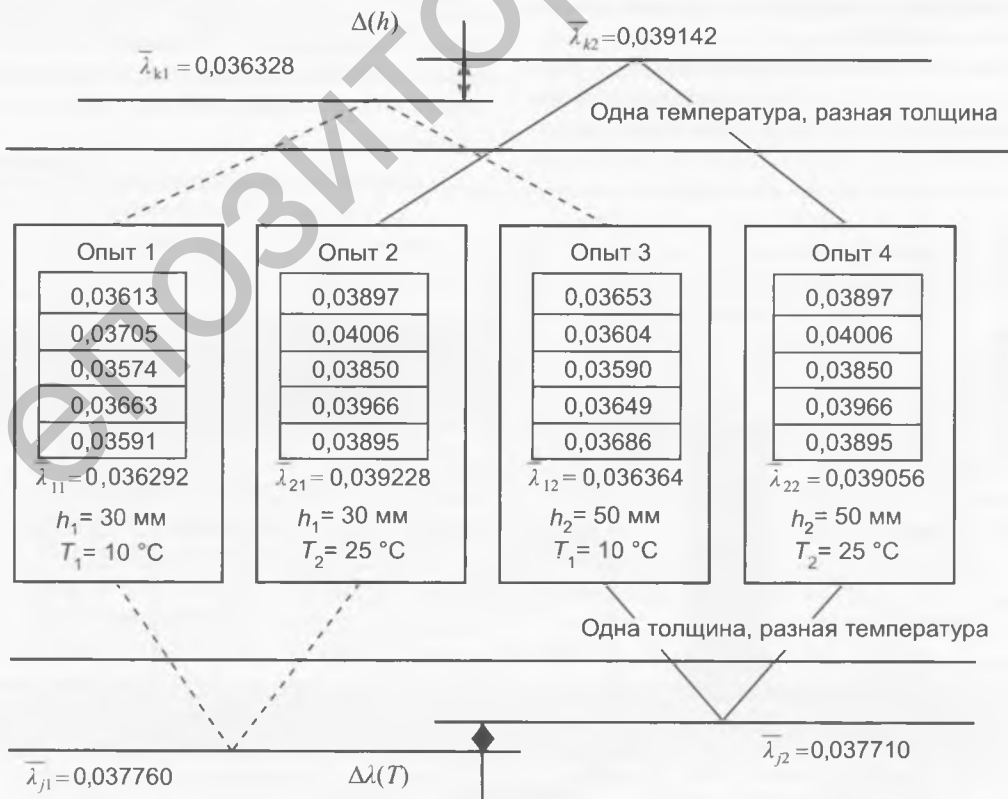


Рис. 2. Схема проведения дисперсионного анализа для оценки значимости входных измеряемых факторов (образцы – минеральная вата)

гает, что они так же, как и другие факторы, являются полноценными источниками частных неопределенностей.

На основании скорректированной модели (5) получаем в соответствии с модельным подходом GUM корректную для первого этапа исследований модель стандартной неопределенности результата измерения теплопроводности [3]

$$u_{\mu_{\lambda}} = \frac{\lambda}{N} \cdot u(\Delta N) \vee \frac{\lambda}{V} \cdot u(\Delta V) \vee \frac{\lambda}{h} \cdot u(\Delta h_{изм}) \vee \frac{\lambda}{h} \cdot u(\Delta h_{h_1, h_2}) \vee \frac{\lambda}{T} \cdot u(\Delta T_{изм}) \vee \frac{\lambda}{T} \cdot u(\Delta T_{T_1, T_2}), \quad (6)$$

Примечание. Символ « \vee » обозначает комбинирование стандартных неопределенностей, например, в соответствии с законом распространения неопределенностей GUM [3].

Особенность неопределенностей задаваемых измеряемых факторов, определяющих условия измерительного эксперимента, заключается в том, что они характеризуют робастность метода, т.е. его устойчивость в отношении к внешним воздействиям.

Результаты оценивания вкладов неопределенностей модели (6) следует представить в виде бюджета неопределенности (таблица 2).

По результатам анализа бюджета неопределенностей можно сделать вывод, что наибольший вклад в неопределенность $u(\mu_{\lambda})$ вносит составляющая $\Delta T_{изм}$.

2.3. Исследование вклада составляющей « $(\delta+B+e)$ » в результат измерений с применением эмпирического подхода

Четвертый аспект связан с рациональной организацией эмпирического подхода – планированием измерительного эксперимента в отношении иссле-

дования неопределенности, вносимой составляющей « $(\delta+B+e)$ », включающей лабораторное смещение « $(\Delta=\delta+B)$ » и остаточную ошибку « e ». Именно данный аспект определяет основную долю затрат на проведение как верификации, так и валидации.

Планирование измерительного эксперимента предполагает в первую очередь выбор плана эксперимента. Для данного вида исследований интерес представляют два вида планов: факторные и иерархические.

Факторные планы (например, полнофакторные, дробнофакторные и т.п.) позволяют в конечном счете:

- получить регрессионную модель зависимости результата измерения от влияющих факторов $\mu = f(x_i)$,

- провести дисперсионный анализ модели и определить вклады неопределенностей факторов $u(x_i)$ в суммарную неопределенность результата измерений $u(\mu)$.

Недостаток данного вида планов – большой объем исследований. Для него характерно так называемое «проклятие размерности планов». Так, например, для плана полнофакторного эксперимента, предполагающего, что однофакторные зависимости монотонны и каждый фактор варьируется на двух уровнях (x_i^{\max}, x_i^{\min}), количество экспериментов, необходимых для получения полноценной функции связи, будет равно 2^m , где m – размерность пространства факторов.

Иерархические планы эксперимента позволяют провести по результатам их реализации только дисперсионный анализ. Достоинство – значительно меньший объем исследований. Учитывая, что для подобно рода измерительных задач востребован, как правило, только дисперсионный анализ, выбор иерархических

Таблица 2

Входная величина	Единица измерения	Значение оценки	Интервал	Тип неопределенности	Распределение вероятностей	Стандартная неопределенность	Коэффициент чувствительности	Вклад в неопределенность, B_m (м·К)
ΔV	мкВ	0	± 3	<i>B</i>	прямоугольное	1,7	$1,6 \cdot 10^{-5}$	$2,7 \cdot 10^{-5}$
$\Delta h_{изм}$	м	0	$\pm 0,0005$	<i>B</i>	прямоугольное	0,0003	0,12	$3,6 \cdot 10^{-5}$
$\Delta h_{h_1, h_2}$	м	0	-	<i>A</i>	нормальное	0,0001	0,12	$1,2 \cdot 10^{-5}$
$\Delta T_{изм}$	°С	0	$\pm 0,5$	<i>B</i>	прямоугольное	0,3	$3,6 \cdot 10^{-3}$	$1,1 \cdot 10^{-3}$
$\Delta T_{T_1, T_2}$	°С	0	-	<i>A</i>	нормальное	0,0063	$3,6 \cdot 10^{-3}$	$2,3 \cdot 10^{-5}$
$u_{\mu_{\lambda}}, B_m/(м·К)$						$1,1 \cdot 10^{-3}$		

планов наиболее рационален. В СТБ ИСО 5725-3 описаны два вида планов иерархического эксперимента: план эксперимента с полной группировкой; план эксперимента со ступенчатой группировкой. Планы со ступенчатой группировкой очевидно более экономичны (практически в два раза меньше экспериментов), однако предполагают более сложный анализ результатов. Кроме того, при прочих равных условиях, оценки стандартных отклонений результатов измерительного эксперимента в соответствии с этими планами получаются большими, что часто является критичным в отношении требований к точности МВИ.

Как правило, неопределенности, вносимые составляющими « δ , B , e », оцениваются одновременно в рамках реализации одного, например, иерархического плана эксперимента по СТБ ИСО 5725-3 так, как представлено на рисунке 3.

Лаборатория

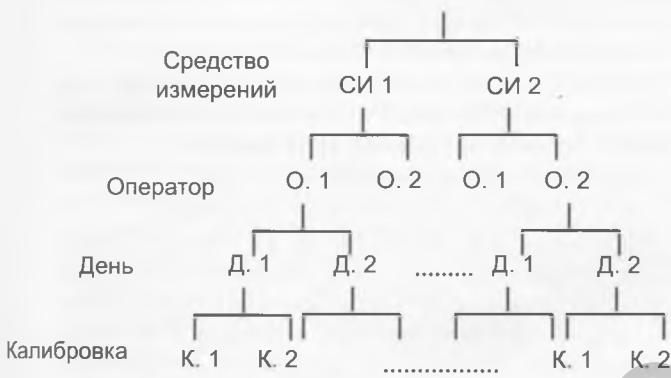


Рис. 3. Иерархический план измерительного эксперимента с полной группировкой

В соответствии с рисунком 3 объем исследований определяется количеством экспери-

Таблица 3

Источники лабораторной изменчивости в таблице дисперсионного анализа

Компоненты прецизионности	Источник изменчивости	M
S_R	Общая $\rightarrow \sigma_R$ внутрилабораторная воспроизводимость	M_Σ
S_L	Вклад фактора «СИ»	$M_{СИ}$
	Вклад фактора «персонал»	M_P
	Вклад фактора «день»	M_D
	Вклад фактора «калибровка»	M_K
	Совместный вклад «СИ- персонал»	$M_{СИ-П}$
	Совместный вклад «СИ-день»	$M_{СИ-Д}$

	Совместный вклад «СИ-день-калибровка- персонал»	$M_{СИ-Д-К-П}$
S_e	Вклад $e \rightarrow \sigma_e$	M_e

ментов N : « $N = 16$ ситуаций (наборов значений параметров) \times число повторений для каждого случая (не менее 2 для параллельных измерений)».

Дисперсионный анализ – ключевой момент исследования и оценки неопределенности результатов и связанных с ней других характеристик метода. Дисперсионный анализ – это, пожалуй, самый эффективный, мощный инструмент исследования структуры неопределенности результата измерений.

Примечание. Объектом дисперсионного анализа являются результаты измерительного эксперимента, реализованного в строгом соответствии с планом эксперимента.

Именно дисперсионный анализ посредством подробной структуризации суммарной неопределенности результата измерений по вкладам частных неопределенностей выявленных факторов предоставляет удобный критерий оценки достаточности исследований (таблица 3).

Интерес представляют оценки M_i вкладов не только отдельных факторов, но и их парные, тройные и четвертные взаимодействия (корреляции). Зачастую уже на этой стадии значимые вклады можно минимизировать путем организационно-технических и других мероприятий.

Пятый аспект предполагает определение критериев достаточности (глубины) исследования метода в части оценивания неопределенности результата измерений.

Таким критерием может выступать соотношение вкладов « $u(\mu_i)$ », « $u(\Delta)$ » и « $u(e)$ » (таблица 1). В том случае, если « $u(\Delta)$ » значительно превышает « $u(e)$ », глубина исследований признается достаточной, доверие к результатам – высоким, исследования останавливают.

Если же, наоборот, « $u(e)$ » превышает « $u(\Delta)$ », возникает необходимость в проведении второго этапа исследований, сопровождаемого, к слову, дополнительными расходами.

В примере измерения теплопроводности по результатам исследования была построена диаграмма, представленная на рисунке 4.

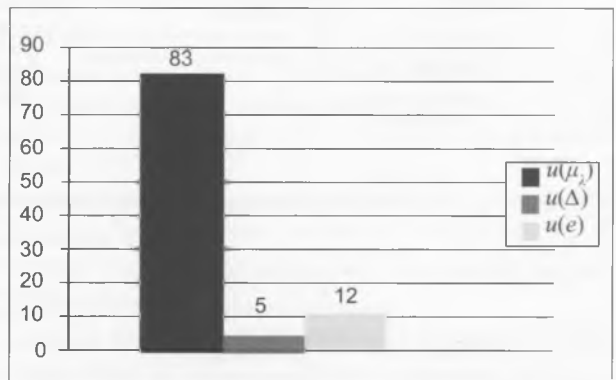


Рис. 4. Диаграмма вкладов составляющих неопределенности в суммарную неопределенность результатов измерений теплопроводности минеральной ваты

Из диаграммы следует, что наибольший вклад в суммарную неопределенность результатов измерений вносит составляющая метода « $u(\mu_i)$ », определенная ранее. В то же время вклад составляющей « $u(e)$ » больше вклада неопределенности лабораторного смещения « $u(B)$ ». Это означает, что в ходе исследования были выявлены не все значимые факторы, влияющие на результат измерений теплопроводности, то есть в данном случае предложенная в [4] статистическая модель результатов измерений является неадекватной.

3. Второй этап программы внутрилабораторного исследования

Взамен базовой статистической модели на втором этапе следует рассмотреть более сложную модель следующего вида [6]:

$$y = m + B + \sum_{i=1}^M C_i x_i + e, \quad (6)$$

где $\sum_{i=1}^M C_i x_i$ – факторы, влияющие на результат измерений, не учитываемые моделью, представленной в [4].

Шестой аспект – выбор стратегии дальнейших исследований метода, в случае, если критерий указывает на недостаточную уверенность в результатах проведенного исследования.

Стратегия дальнейших исследований предполагает идентификацию, исследование и оценку дополнительных неизвестных факторов, представленных в модели (6) слагаемым $\sum_{i=1}^M C_i x_i$. Это можно осуществить, к примеру, с помощью рекомендаций, изложенных в руководстве «Анализ измерительных систем» (MSA), применяемом метрологическими службами организаций, внедривших СМК, которая в свою очередь соответ-

ствует требованиям СТБ ISO/TS 16949 [7]. Руководство MSA выделяет пять основных источников изменчивости (рис. 5).

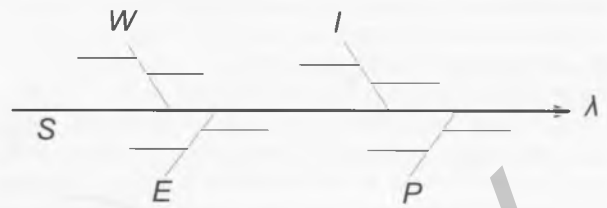


Рис. 5. Диаграмма «причина-следствие» с основными источниками изменчивости: S – эталон; W – деталь; I – измерительный прибор; P – оператор; E – окружающая среда

На основании рекомендаций, изложенных в руководстве MSA, была составлена диаграмма «причина-следствие» с потенциальными источниками изменчивости, влияющими на результаты измерений параметров теплопроводности (рис. 6).

По результатам экспертного анализа всех потенциальных источников изменчивости значимыми были признаны источники, вызываемые:

- податливостью материала образцов;
- негомогенностью материала образцов.

Например, для образцов из минеральной ваты было установлено, что в силу повышенной податливости материала имеет место искажение результатов измерений теплопроводности образцов вследствие деформации образца под действием измерительного усилия (параметр « h » в формуле (3)). А для образцов из пенополистирола значительно влияющим был признан источник неопределенности результата измерений, связанный с негомогенностью материала, так как в нем присутствовала механическая примесь графита.



Рис. 6. Диаграмма «причина-следствие» источников изменчивости результата измерений теплопроводности материалов с помощью прибора HFM 436

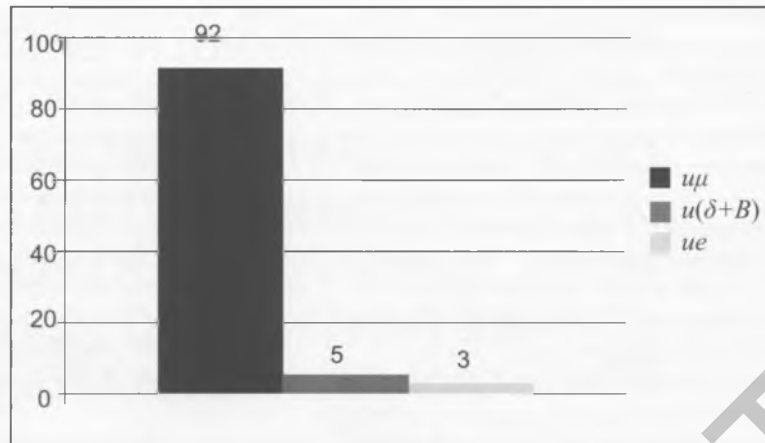


Рис. 7. Диаграмма вкладов составляющих суммарной неопределенности результатов измерений теплопроводности минеральной ваты после применения комплекса организационно-технических мероприятий, минимизировавших влияние податливости материала

В результате был разработан комплекс организационно-технических мероприятий, позволивших минимизировать выявленные факторы, влияющие на неопределенность результатов измерений теплопроводности. Например, для минимизации составляющей неопределенности результата измерений, связанной с деформацией образца из податливого материала под действием измерительного усилия, была определена процедура, предполагающая предварительное измерение размера образца с помощью микрометра и введение значения размера в память прибора.

На рисунке 7 представлена диаграмма, характеризующая структуру (соотношение вкладов неопределенностей) суммарной неопределенности результатов измерений теплопроводности образцов из минеральной ваты после применения комплекса организационно-технических мероприятий, минимизировавших влияние податливости материала.

Очевидно, что вклад остаточной ошибки « $u(e)$ » меньше вклада неопределенности лабораторного смещения « $u(\Delta)$ ». Можно теперь с уверенностью считать, что в ходе второго этапа исследований выявлены все значимые влияющие факторы.

Таким образом, применение двухэтапной программы внутрилабораторного исследования МВИ, основанной на классических общепризнанных методах сбора, обработки и анализа данных, позволяет не только обеспечить заданную степень доверия к результатам валидации (верификации) МВИ за счет выявления всех влияющих факторов на основе системного подхода, но и предложить методы управления характеристиками точности МВИ. Немаловажным является также очевидная возможность минимизации затрат на проведение исследования.

Список использованной литературы

1. ISO/IEC Guide 99. Международный словарь по метрологии. Основные и общие понятия и соответствующие термины (VIM).

2. Серенков П.С., Жагора Н.А., Савкова Е.Н. Научно-методические аспекты современной метрологии // Метрология и приборостроение. – Минск, 2010. – № 2. – С. 13 – 21.

3. Руководство по выражению неопределенности измерения. – СПб.: ГП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И.Менделеева», 1999. -119 с.

4. СТБ ИСО 5725-2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Части 1-6. - Введ. 09.12.2002. №54. – Минск: Госстандарт РБ.

5. Measurement Uncertainty in Testing. Technical Report of European Federation of National Associations of Measurement, Testing and Analytical Laboratories (EUROLAB) №1/2002. June 2002.

6. ISO 21748:2010 Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation

7. Measurement Systems Analysis Reference Manual. – DaimlerChrysler Corporation, Ford Motor company, General Motors Corporation, 2002. –217 с.

Павел Степанович Серенков, доктор технических наук, доцент, заведующий кафедрой «Стандартизация, метрология и информационные системы» БНТУ ;

Николай Адамович Жагора, доктор технических наук, профессор, директор БелГИМ;

Вера Ивановна Найденова, начальник научно-технического отдела БГЦА;

Ольга Васильевна Фуфаева, инженер БелГИМ;

Константин Александрович Павлов, старший преподаватель кафедры “Стандартизация , метрология и информационные системы” БНТУ

Дата поступления 6.08.2013 г.