

bility distribution functions. Often this method is called a statistical test method because of the need for a large number of test results.

The author of the article [2] in his work compared the application of the MCM method to the previously considered methods of estimating uncertainty. Student's model, in the analysis of measurements, has a very high probability of a random error, when using this method on arrays of small volumes. And also, the model has a significant shift from the true value of uncertainty.

The Student's model is recommended to be used when the standard deviation is unknown, and the number of observations in the series is less than 30.

The next model of comparison with MCM was the Craig model. The simulated errors are also scattered, but the scattering range is much smaller in comparison with the Student's model. Also, it can be noted that the average value of simulated uncertainties almost coincides with the true value of uncertainty. And, consequently, the risk of assuming subsequent errors associated with the procedure for calculating uncertainty is reduced. Therefore, when comparing the model of Craig and Student, it is reasonably recommended to use the Craig model.

The Bayesian model, of all the considered, has the smallest dispersion of uncertainty values. A distinctive feature is that the final uncertainty value is less than the true uncertainty value. This is due to the fact that the true value is related to the average value from the array of observations. Therefore, when calculating the uncertainty in this method, it is necessary to take into account this feature and introduce a correction factor. The calculation of MCM in the Bayesian Model is equated to the value of the standard uncertainty and is felt in the calculation.

The analysis is assisted by a graphical interpretation of the scattering results of the simulated extended uncertainty.

At the present stage, three models are available in the literature for calculating expanded uncertainty using standard deviation. When comparing these models by the Monte Carlo method and by studying a possible random error or a shift in the calcu-

lated extended uncertainty, several recommendations were made for using models. The student model is the least accurate. The Craig model is more accurate than the student model, and it is recommended to use it when a priori (preliminary) information is not available. The model is the most accurate and preferred, but only with sufficient preliminary information.

Comparing the models presented above, it can be noted that, unlike the t Student model and the Craig Model, in calculating the uncertainty, the Bayesian model is not related to the current average value of the measurements. Based on the received a priori information about the models, we can talk about the recommendation of using the Bayesian model in estimating the uncertainty.

The Conclusion. A review of the extended uncertainty models showed that they differ in the specific component of the experimental data in the combined uncertainty budget. The GUM z-model and Monte Carlo model are used in measurements with a large number of observations while the z-model is used for the normal distribution of measurement results, the Monte Carlo model is more universal. The Student's and Craig models are applied for a small number of observations of less than 30, and the Bayes model based on the Welch-Suttersweit equation is applied at the combined budget and performance of the Central Limit Theorem. In addition, approaches to the description of measurement results in discrete systems (e. g. ISO 15530) and for nonparametric systems are currently being developed.

References

1. ISO 9000:2015 «Quality management systems. The terms and definitions».
2. Hening Huang. Comparison of Uncertainty calculation models. – 26.07.2016.
3. S.V. Crowder, E.J.T. Burns, P. Thacher Estimating Uncertainty in Laboratory Neutron Measurements Made with a Lead Probe Scaler Detectorю Sandia National Laboratoriesю P.O. Box 5800. Albuquerque, New Mexico 87185.

УДК 006.91

СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ПРОДУКЦИИ В ОАО «КРИНИЦА»

Савкова Е.Н.¹, Клевитская Е.Д.²

¹Белорусский национальный технический университет, Минск, Республика Беларусь,

²Открытое акционерное общество «Криница», Минск, Республика Беларусь

В соответствии с [1] качество пива оценивается более чем 20 показателями качества, а именно физико-химическими, органолептическими, показателями безопасности, микробиологическими показателями.

Основными физико-химическими показателями качества пива являются – объемная доля спирта и массовая доля сухих веществ в начальном сусле, которые определяются по ГОСТ 12787.

Стандарт на данные методы испытаний разработан еще в 80 годах прошлого века и является «морально устаревшим», поэтому испытательная лаборатория ОАО «Криница» внедрила в свою деятельность измерительный модуль Alcozyzer Beer ME (Австрия), состоящий из анализатора содержания спирта Alcozyzer ME и анализатора плотности жидкостей серии DMA 4500M.

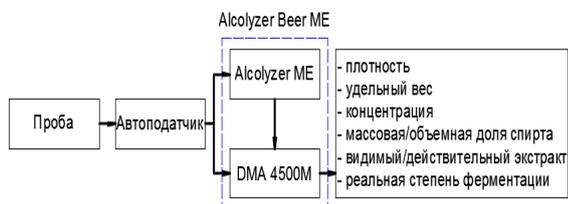


Рисунок – Принципиальная схема измерений

В настоящее время данный измерительный модуль включен в Государственный реестр средств измерений, допущенных к применению в сфере законодательной метрологии на территории Республики Беларусь в части анализатора плотности жидкостей серии DMA и поверяется с использованием стандартных образцов (далее – СО) плотности жидкости не отечественного происхождения. Анализатор содержания спирта Alcozyzer ME прошел метрологическую аттестацию и в данный момент калибруется с использованием эталонного ареометра первого разряда не отечественного происхождения и приготавливаемых в лаборатории водно-спиртовых растворов без их аттестации.

Документ СТБ ИСО/МЭК 17025 предлагает следующие способы обеспечения метрологической прослеживаемости:

- применение СО;
- применение установленных методов и (или) согласованных эталонов.

Основная проблема реализации метрологической прослеживаемости от измерительного модуля Alcozyzer Beer ME до единиц SI является то, что в Республике Беларусь отсутствует национальный эталон единицы плотности, несмотря на то, что он был включен в Государственную научно-техническую программу «Разработка и изготовление эталонов Беларуси, уникальных приборов и установок для научных исследований» («Эталоны и научные приборы») с 2011 года.

На данный момент для анализатора спирта Alcozyzer ME можно предложить два сценария для обеспечения прослеживаемости результатов измерений путем выбора метрологической основы для сравнения:

- 1) Основа для сравнения – стандартный образец;
- 2) Основа для сравнения – референтная методика.

Планируемый к разработке государственный стандартный образец (далее ГСО) предназначен

для осуществления метрологического контроля, а именно поверки анализатора спирта Alcozyzer ME и передачи размера единицы плотности от ГЭТ 18-2014 Российской Федерации к рабочим средствам измерений.

Предполагаемые материалы для изготовления ГСО: спирт этиловый по ГОСТ 18300, вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Выбор материалов обусловлен следующим:

- стандартный образец должен быть достаточно вязким для прохождения по трубопроводу прибора без угрозы его целостности и работоспособности;
- однородность водного раствора этанола выше, чем у эфира и гелеобразных веществ, получаемых синтезом с использованием этилового спирта;
- растворы более удобны в применении (ими можно заполнить колбы системы автоматической подачи проб).

В комплект СО предлагается включить четыре экземпляра ГСО с соответствующими сертифицированными значениями – установленными значениями объемной доли спирта, а в качестве проверки нулевой точки – вода дистиллированная. Использование комплекта СО обуславливается необходимостью создания широкого диапазона значений объемной доли спирта (от 0 до 10 %).

Неопределенность значений СО обуславливается, в общем случае, внутриэкземплярной изменчивостью, определяемой стандартным отклонением значений в пределах одного стандартного образца из комплекта. Неопределенность определения сертифицированных значений стандартных образцов определяется по формуле:

$$u(R) = \sqrt{u_{meas}^2 + u_{ref,k}^2}, \quad (1)$$

где u_{meas} – неопределенность реализуемой системы измерений (для определения влияющих факторов используется технология S.W.I.P.E.); k – идентификатор экземпляра стандартного образца; $u_{ref,k}$ – неопределенность определения точечной оценки экземпляра ГСО, определяется как стандартное отклонение:

$$u_{ref,k} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n-1} (R_{ik} - R_k)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где i – номер наблюдения ($i = 1 \dots n$).

Расширенную неопределенность сертифицированного значения ГСО следует определять по формуле:

$$U_{ref,k} = k \cdot u(R), \quad (3)$$

где k – коэффициент охвата, значение которого выбирается в зависимости от предполагаемого вида распределения измеряемой величины и доверительной вероятности. При нормальном законе распределения измеряемой величины коэффициент охвата принимается равным 2 при доверительной вероятности $P = 0,95$

В соответствии с ГОСТ 8.315 погрешность сертифицированного значения определяется границами допускаемого значения погрешности с доверительной вероятностью $P = 0,95$ и выражается в виде абсолютного значения погрешности сертифицированного значения для каждого отдельного экземпляра. Планируется получить данное значение путем межлабораторных сличений как разность двух полученных значений:

$$\Delta_{ref,k} = R_{ref,k} - R_{stand,i}, \quad (4)$$

где $R_{ref,k}$ – сертифицированное значение параметра ГСО; $R_{stand,i}$ – известное значение объемной доли спирта.

Когда невозможно установить прослеживаемость к единице измерения SI или другой единице измерения, референтная методика измерений должна быть согласована на национальном/международном уровне, и эта методика должна выступать в качестве единственной основы для сравнения.

Референтная методика измерений – методика измерений, признанная пригодной для получения результатов измерений, которые могут быть использованы для оценки правильности измеренных значений величины, полученных по другим методикам измерений величин того же рода, а также для калибровки или для определения характеристик СО [4].

Первичная референтная методика измерений – референтная методика измерений, используемая для получения результата измерения без соотнесения с эталоном единицы величины того же рода [4].

В качестве основного средства измерений при реализации референтной методики выполнения измерений концентрации и плотности был предложен анализатор плотности жидкостей DMA 5000M (Австрия), реализующий вибрационный

метод измерений. Он является наиболее быстрым в реализации, не требует контроля температуры измеряемой пробы, так как анализатор имеет встроенный платиновый термопреобразователь.

При этом декларируемые производителем метрологические характеристики анализатора плотности жидкостей DMA 5000M являются наивысшими для Республики Беларусь.

В соответствии с ГОСТ 8.010 был составлен алгоритм разработки МВИ по определению концентрации и плотности в пищевой алкогольной продукции. Контроль показателей точности результатов измерений в лаборатории при МВИ можно осуществлять, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения воспроизводимости, и правильности с применением контрольных карт Шухарта. Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений должны быть предусмотрены в Руководстве по качеству лаборатории в соответствии с п. 4.2 СТБ ИСО/МЭК 17025.

Литература

1. СТБ 395-2017 «Пиво. Общие технические требования».
2. Закон Республики Беларусь «Об обеспечении единства измерений от 5 сентября 1995 г. № 3848-XII».
3. Международный словарь по метрологии: основные и общие понятия и соответствующие термины / пер. с англ. и фр. Изд. 2-е, испр. – СПб.: НПО «Профессионал», 2010.
4. Метрологическая прослеживаемость результатов измерений в химии: понятия и реализация. Технический отчет IUPAC / пер. с англ. М. Рожнов, В. Гаврилкин; Т. Забродская; Е. Левбарг; Т. Макачук; Д. Мельник; – Киев.: Укрметртестстандарт. – 2014. – 90 с.:

УДК 666.672

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ МОДИФИКАТОРОВ ТИПА RO НА ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ $Al_2O_3-SiO_2-TiO_2$ Сергиевич О.А.¹, Дятлова Е.М.¹, Карниевич А.А.¹ Сернов С.П.²

¹Белорусский государственный технологический университет, Минск, Республика Беларусь

²Белорусский национальный технический университет, Минск, Республика Беларусь

Керамические материалы огнеупорного назначения синтезированы в области кристаллизации муллита и тиалита системы $Al_2O_3-SiO_2-TiO_2$ с использованием глинистого сырья, технического глинозема и диоксида титана. Как известно [1], тиалитсодержащая керамика характеризуется высокой температурой и недостаточной степенью спекания.

Поэтому представляет интерес изучить влияние минерализаторов на процесс спекания и свойства алюмотитансиликатной керамики. В их качестве были выбраны MgO, CaO, ZnO, SrO и

VaO, которые вводились в керамическую массу в количестве 2,5, 5,0, 7,5 мас. % в виде чистых оксидов или карбонатов. Свойства образцов (открытая пористость, водопоглощение, кажущаяся плотность и температурный коэффициент линейного расширения) представлены в таблице 1.

Как видно из таблицы 1, свойства опытных образцов изменяются при введении оксидов типа RO неодинаково и не очень существенно, за исключением некоторых оксидов.

Зависимость водопоглощения образцов от вида и количества добавок представлена на рисунке 1.