Міністерство освіти і науки України
Харківський національний університет імені В. Н. Каразіна
Навчально-науковий інститут «Українська інженерно-педагогічна академія»
Кафедра (автоматизації, метрології та енергоефективних технологій)

КВАЛІФІКАЦІЙНА РОБОТА

магістра

на тему

«Модель перевірки стабільності та оцінки нестабільності зразків у галузі забезпечення єдності вимірювань»
(тема кваліфікаційної роботи)

Виконала: студентка 2 курсу, групи ЗІВс24мг
спеціальності: 175 Інформаційно-вимірювальні технології
(шифр і назва напряму підготовки, спеціальності)

_____/Ірина ВІДАВСЬКА
(підпис) (ім'я та прізвище)
Керівник _____/Наталія АНТОНЕНКО
(підпис) (ім'я та прізвище)
Рецензент _____/Олександр АЛЕКСАНДРОВ
(підпис) (ім'я та прізвище)

«До захисту допущено»

Завідувач кафедри _____/Геннадій КАНЮК
(підпис) (ім'я та прізвище)
Нормоконтроль_____/Євген КЛЮЧКА
(підпис) (ім'я та прізвище)
Секретар ЕК _____/Євген КЛЮЧКА
(підпис) (ім'я та прізвище)

Харків – 2025 рік

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ХАРКІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ІМ. В.Н. КАРАЗІНА

Навчально-науковий інститут «Українська інженерно-педагогічна академія»
Кафедра автоматизації, метрології та енергоефективних технологій
Спеціальність 175 Інформаційно-вимірювальні технології
Освітньо-професійна програма «Якість, стандартизація та сертифікація»

ЗАТВЕРДЖУЮ
Завідувач кафедри

_____
(підпис)

д.т.н., проф. Геннадій КАНЮК
«___» _____ 2025 р.

ЗАВДАННЯ
на кваліфікаційну роботу (дипломну роботу/дипломний проєкт)
другого (магістерського) рівня вищої освіти

здобувачці вищої освіти _____Ірині ВІДАВСЬКІЙ_____
(ім'я, прізвище)

1. Тема «Модель перевірки стабільності та оцінки нестабільності зразків у галузі забезпечення єдності вимірювань»
затверджена наказом по університету № 4801-5/3665 від 06.10.2025 р.
2. Термін здачі закінченої роботи «10» грудня 2025 р.
3. Вихідні дані до роботи/проєкту: Закони України, Постанови Верховної Ради, Постанови Кабінету Міністрів, теоретичні та практичні розробки вітчизняних та зарубіжних авторів за темою роботи, періодичні видання, статистичні дані, галузева нормативна документація, технологічна документація.
4. Зміст роботи/проєкту (перелік питань, що їх належить розробити): Вступ. Аналіз загальних вимог щодо стабільності. Розробка моделі перевірки стабільності та оцінки нестабільності зразків. Дослідження моделі на реальному об'єкті. Аналіз отриманих результатів. Висновки

5.Перелік графічного матеріалу (презентаційний матеріал): Презентація, виконана в програмі Microsoft PowerPoint
6. Консультант:

Розділ	Консультант	Підпис, дата		Оцінка (бали)
		Завдання видав	Завдання прийняв	
1-3	К.т.н., доц. Наталія АНТОНЕНКО			

7. Дата видачі завдання «06» жовтня 2025 р.

Керівник роботи _____ Наталія АНТОНЕНКО
(підпис) (ім'я, прізвище)

Завдання прийняла до виконання _____ Ірина ВІДАВСЬКА
(підпис) (ім'я, прізвище)

КАЛЕНДАРНИЙ ПЛАН-ГРАФІК
виконання кваліфікаційної роботи
(дипломної роботи/дипломного проєкту)

№ з/п	Назва етапів роботи та питань, які мають бути розроблені відповідно до завдання	Термін виконання	Позначки керівника про виконання завдань
1	Аналітичний огляд публікацій за темою роботи	06.10.2025 – 15.10.2025	вик.
2	Аналіз загальних вимог щодо стабільності.	16.10.2025 – 05.11.2025	вик.
3	Розробка моделі перевірки стабільності та оцінки нестабільності зразків.	06.11.2025 – 16.11.2025	вик.
4	Дослідження моделі на реальному об'єкті. Аналіз отриманих результатів.	16.11.2025 – 25.11.2025	вик.
5	Формулювання висновків по роботі. Оформлення пояснювальної записки та презентації	до 10.12.2025	вик.

Здобувачка вищої освіти _____ Ірина ВІДАВСЬКА
(підпис) (ім'я, прізвище)

Нормоконтроль _____ Євген КЛЮЧКА
(підпис) (ім'я, прізвище)

РЕФЕРАТ

Пояснювальна записка дипломної роботи складає: 85 сторінок, 5 рисунків, 19 таблиць, 37 переліки посилань.

Ключові слова: МІЖЛАБОРАТОРНІ ЗВІРЮВАЛЬНІ ВИПРОБУВАННЯ, ПЕРЕВІРКА КВАЛІФІКАЦІЇ, ЗРАЗОК ДЛЯ ПЕРЕВІРКИ КВАЛІФІКАЦІЇ, НЕСТАБІЛЬНІСТЬ ЗРАЗКА ДЛЯ ПЕРЕВІРКИ КВАЛІФІКАЦІЇ.

Об'єктом дослідження є процедура підготовки зразків (зразків для перевірки кваліфікації) під час проведення міжлабораторних порівнювальних випробувань у сфері забезпечення єдності вимірювань, зокрема модель перевірки стабільності зразків для перевірки кваліфікації.

Мета роботи – провести аналіз стабільності зразків для перевірки кваліфікації під час проведення міжлабораторних порівнювальних випробувань у сфері забезпечення єдності вимірювань.

У ході дослідження: вивчено вимоги до перевірки стабільності зразків для перевірки кваліфікації; проведено аналіз досвіду звірки груп засобів перевірки однакового рівня точності; складено логічну модель щодо організації перевірки стабільності зразків для перевірки кваліфікації під час проведення міжлабораторних порівнювальних випробувань у сфері забезпечення єдності вимірювань, включаючи оцінку внеску нестабільності зразків для перевірки кваліфікації та облік поправки на нестабільність; проведено перевірку реалізованості моделі.

Область застосування: розроблену процедуру планується використовувати як інструмент підвищення якості робіт координаторів міжлабораторних порівнювальних випробувань у сфері забезпечення єдності вимірювань.

ABSTRACT

An explaining message consists of: 85 pages, 5 pictures, 19 tables, 37 lists of references.

Keywords: INTERLABORATORY CALIBRATION TESTS, PROFICIENCY TEST, PROFICIENCY TEST SAMPLE, PROFICIENCY TEST SAMPLE INSTABILITY.

The object of the study is the procedure for preparing samples (samples for proficiency testing) during interlaboratory comparative tests in the field of ensuring the uniformity of measurements, in particular, the model for checking the stability of samples for proficiency testing.

The purpose of the work is to analyze the stability of samples for proficiency testing during interlaboratory comparative tests in the field of ensuring the uniformity of measurements.

During the study: the requirements for checking the stability of samples for proficiency testing were studied; the experience of comparing groups of verification tools of the same level of accuracy was analyzed; a logical model was developed for organizing the verification of the stability of samples for proficiency testing during interlaboratory comparative tests in the field of ensuring the uniformity of measurements, including an assessment of the contribution of the instability of samples for proficiency testing and accounting for the instability correction; the feasibility of the model was verified.

Scope: the developed procedure is planned to be used as a tool for improving the quality of work of coordinators of interlaboratory comparative tests in the field of ensuring the uniformity of measurements.

ЗМІСТ

ВСТУП 9
РОЗДІЛ 1 АНАЛІЗ ЗАГАЛЬНИХ ВИМОГ ЩОДО СТАБІЛЬНОСТІ ЗРАЗКІВ ДЛЯ ПЕРЕВІРКИ КВАЛІФІКАЦІЇ ПІД ЧАС ПЕРЕВІРКИ КВАЛІФІКАЦІЇ УЧАСНИКІВ ЗА ДОПОМОГОЮ МІЖЛАБОРАТОРНИХ ЗВІРЯЛЬНИХ ВИПРОБУВАНЬ. ОСОБЛИВОСТІ МІЖЛАБОРАТОРНИХ ЗВІРЮВАЛЬНИХ ВИПРОБУВАНЬ У ГАЛУЗІ ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ ЄДНОСТІ ВИМІРЮВАНЬ 11
1.1 Поняття стабільності у сфері забезпечення єдності вимірів 11
1.2 Місце перевірки стабільності у процедурі проведення міжлабораторних звірювальних випробувань у сфері забезпечення єдності вимірювань 13
1.3 Однорідність та стабільність зразків для перевірки кваліфікації. Сучасні вимоги 18
1.5 Огляд методів контролю та оцінки стабільності еталонів при звіреннях груп засобів перевірки однакового рівня точності 26
1.6 Огляд існуючих цілей та методів оцінки нестабільності засобів вимірювань 27
1.6.1 Визначення межі нестабільності, що допускається, в рамках кількісного обґрунтування перевірочних схем при їх розробці 28
1.6.2 Методика випробувань на нестабільність (метрологічну надійність) засобів вимірів 30
1.6.3 Метод оцінки нестабільності у формі швидкості дрейфу метрологічних характеристик еталона – однозначної міри 33
1.6.4 Метод виявлення характеру складової похибки від тимчасової нестабільності ЗВ 34
1.6.5 Оцінка нестабільності СІ методами ковзної середньої 35

Висновки по розділу 40
РОЗДІЛ 2 РОЗРОБКА МОДЕЛІ ПЕРЕВІРКИ СТАБІЛЬНОСТІ ТА ОЦІНКИ НЕСТАБІЛЬНОСТІ ЗРАЗКІВ ДЛЯ ПЕРЕВІРКИ КВАЛІФІКАЦІЇ ПРИ ПРОВЕДЕННІ МІЖЛАБОРАТОРНИХ ЗВІРЯЛЬНИХ ВИПРОБУВАНЬ У ГАЛУЗІ ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ ЄДНОСТІ ВИМІРЮВАНЬ. ДОСЛІДЖЕННЯ МОДЕЛІ НА РЕАЛЬНОМУ ОБ'ЄКТІ 42
2.1 Порядок оцінювання стабільності ЗПК для проведення МЗВ в галузі ЗЄВ 42
2.2 Розробка методу оцінювання нестабільності приписаних значень ЗПК для допуску до МЗВ в галузі ЗЄВ 46
2.2.1 Облік поправки на нестабільність та її невизначеності як функції лінійної залежності нестабільності від часу (метод 1) 50
2.2.2 Облік поправки на нестабільність та її невизначеності як величини прийнятої за постійну на час проведення програми МЗВ (метод 2)..... 53
2.3 Опис ЗПК та етапів реалізації програми Мзв засобів вимірювань фізико-хімічного складу та властивостей 54
2.3.1 Вибір ЗПК 54
2.3.2 Встановлення приписаних значень похибки та невизначеності вимірювань масової концентрації парів етанолу в відібраній пробі видихуваного повітря та контроль стабільності приписаного значення стандартизованим методом 61
2.3.3 Обробка результатів МЗВ за стандартизованими критеріями оцінки 65
2.4 Перевірка застосування запропонованої моделі оцінювання стабільності ЗПК для проведення міжлабораторних звіряльних випробувань у галузі забезпечення єдності вимірювань на прикладі результатів МЗВ алкометра 68
2.4.1 Обробка результатів МЗВ із застосуванням методу обліку поправки на нестабільність та її невизначеності, як функції лінійної

залежності нестабільності від часу 70
2.4.2 Обробка результатів МЗВ із застосуванням методу обліку поправки на нестабільність та її невизначеності як величини прийнятої за постійну на час проведення програми МЗВ 74
Висновки по розділу 77
РОЗДІЛ 3 АНАЛІЗ ОТРИМАНИХ РЕЗУЛЬАТІВ 78
Висновки по розділу 79
ВИСНОВКИ 80
ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ 82

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ СКОРОЧЕНЬ І ПОЗНАЧЕНЬ

МЗВ - міжлабораторні зрівнювальні (порівняльні) випробування;

КХА – кількісний хімічний аналіз;

КТ – контрольна точка;

ЗЄВ – забезпечення єдності вимірів;

ЗПК – зразок; зразок для перевірки кваліфікації;

ЗРВВ закон розподілу ймовірності випадкової величини;

ЗВ – засіб виміру;

МП – метрологічні показники;

СКВ - середнє квадратичне відхилення;

СТО – стандарт організації;

НД – нормативний документ;

НП – невизначеність;

ДП «Укрметртестстандарт» – Всеукраїнський державний науково-виробничий центр стандартизації, метрології, сертифікації та захисту прав споживачів

ВСТУП

Затребуваність міжлабораторних випробувань на сьогоднішній день складно недооцінити. Вона пов'язана з потребою аналітичних, випробувальних, перевірочних та калібрувальних лабораторій отримувати справедливу та незалежну оцінку якості одержуваних результатів випробувань використовуючи міжлабораторні зрівнювальні випробування (МЗВ) як спосіб підвищення довіри споживачів їхніх послуг до результатів своєї діяльності. Варто зазначити, що існуючий національний досвід МЗВ орієнтований переважно на зразки матеріалів і речовин і меншою мірою на зразки для МЗВ в галузі забезпечення єдності вимірів (ЗЄВ), як яких зазвичай використовують засоби вимірювань. Цей факт підтверджується і чинною нормативно-технічною базою [2, 3].

Особливу увагу привертає той факт, що, до зразків для МЗВ в області ЗЄВ рекомендовано використовувати ті ж процедури перевірки однорідності та стабільності що і до стандартних зразків кількісного хімічного аналізу. Вочевидь, що для засобів вимірів однорідність перевірки не потребує, через те, що за час експлуатації ЗВ його склад є незмінним апріорі [4].

Що стосується стабільності, то те саме поняття для МЗВ в кількісному хімічному аналізі (КХА) і для МЗВ в ЗЄВ, хоч і оцінюється однаково - за період проведення раунду МЗВ, дуже відрізняється за змістом. У першому випадку, це показник сталості складу та властивостей основної речовини у зразку для перевірки кваліфікації, у другому ж – це показник сталості приписаних характеристик (зазвичай метрологічних). Таким чином, стабільність перевіряти слід і за її значущості або не допускати зразок для перевірки кваліфікації до МЗВ або враховувати нестабільність зразку для перевірки кваліфікації (ЗПК) як окремий внесок у невизначеність вимірів.

Інфраструктура МЗВ активно формується і в даний час, і метою поставленої в цій роботі є аналіз стабільності ЗПК при проведенні МЗВ в області ЗЄВ.

Для реалізації поставленої мети сформульовано такі завдання:

- вивчення існуючих вимог щодо контролю стабільності приписаних значень ЗПК ЗВ щодо перевірки кваліфікації шляхом проведення МЗВ та досвіду звірень груп засобів перевірки однакового рівня точності.

- розробка комплексу процедур щодо організації перевірки стабільності ЗПК МЗВ ЗВ Всеукраїнського державного науково-виробничого центру стандартизації, метрології, сертифікації та захисту прав споживачів (ДП «Укрметртестстандарт»);

- оцінка внеску нестабільності ЗПК та облік нестабільності ЗПК у бюджеті невизначеності вимірювань під час проведення МЗВ у галузі ЗЄВ;

- дослідження елементів організації перевірки стабільності ЗПК при МЗВ в області ЗЄВ для аналізатора концентрації парів етанолу в повітрі, що видихається, використаного як ЗПК при МЗВ в області ЗЄВ на базі ДП «Укрметртестстандарт».

У роботі враховується особливість МЗВ в області ЗЄВ, яка заключається у тому, що є невелика кількість одиниць засобів вимірювань, що виступають як зразки для перевірки кваліфікації (у рамках виконання однієї програми перевірки кваліфікації (програми МЗВ) кількість зразків для перевірки кваліфікації від одного до трьох одиниць). За певний період часу провайдер одночасно виконує кілька програм МЗВ за участю зразків для перевірки кваліфікації, які обираються на підставі потреб потенційних учасників МЗВ. Кожна програма МЗВ виконується під контролем відповідальної особи, яка призначається провайдером - координатором.

РОЗДІЛ 1 АНАЛІЗ ЗАГАЛЬНИХ ВИМОГ ЩОДО СТАБІЛЬНОСТІ ЗРАЗКІВ ДЛЯ ПЕРЕВІРКИ КВАЛІФІКАЦІЇ ПІД ЧАС ПЕРЕВІРКИ КВАЛІФІКАЦІЇ УЧАСНИКІВ ЗА ДОПОМОГОЮ МІЖЛАБОРАТОРНИХ ЗВІРЯЛЬНИХ ВИПРОБУВАНЬ. ОСОБЛИВОСТІ МІЖЛАБОРАТОРНИХ ЗВІРЮВАЛЬНИХ ВИПРОБУВАНЬ У ГАЛУЗІ ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ ЄДНОСТІ ВИМІРЮВАНЬ

1.1 Поняття стабільності у сфері забезпечення єдності вимірів

Відповідно до [5], стабільність засобу вимірювань слід розуміти як якісну характеристику засобу вимірювань, що відображає незмінність у часі його метрологічних характеристик, як кількісну оцінку стабільності слід розглядати нестабільність засобу вимірювань.

Найчастіше ці поняття використовуються в теорії надійності, і розглядаються як показники забезпечення якості продукції, що виготовляється в приладобудуванні. Найважливіший засіб забезпечення якості продукції, що виготовляється, - застосування надійного обладнання, включаючи засоби вимірювань, які використовуються на всіх стадіях контролю виробів. І що головне, важлива не так технічна, як метрологічна надійність засобів вимірювань. Як легко здогадатися, відмови через втрату працездатності виявити дуже просто, а ось метрологічні відмови відносяться до категорії «прихованих», і можуть бути виявлені лише при перевірці метрологічної придатності ЗВ (повірки чи калібрування), а до цього часу вже непридатним для використання ЗВ контролюватимуться параметри, що вимірюються. А це, у свою чергу, небезпечно надходженням на ринок продукції незадовільної якості.

Кожне покоління метрологів стикається з проблемою забезпечення метрологічної надійності, ця тематика далеко не нова і вже розглядалася у публікаціях [1, 2, 3]. Дослідження у цьому напрямі ніколи не втрачають актуальності, тому що з виходом нової нормативної документації з'являються нові вимоги, і ці вимоги породжують нові завдання, одним із яких є аналіз стабільності та необхідність обліку нестабільності ЗПК при МЗВ.

Показником метрологічної надійності вважають можливість безвідмовної роботи ЗВ за час інтервалу між повірками або калібруваннями [6 - 9], а за показник стабільності ЗВ - ймовірність збереження МП за певний часовий інтервал.

Складова похибки (невизначеності) від тимчасової нестабільності ЗВ повільно змінюється з часом і тому її можна зарахувати до дрейфових, тобто. прогресуючих похибок/невизначеностей. Вона, в основному, виникає в процесі старіння комплектуючих засоби вимірювання, а також розряду джерел живлення, різних механічних деформацій і т.п.). Введення поправки може нівелювати складові похибки/невизначеності, але лише у заданий часовий інтервал, оскільки характер зміни їх у часі не тільки не відомий, а й складно передбачуваний. По суті своєю зміною дрейфових похибок / невизначеностей у часі [10] є нестаціонарний випадковий процес, який відносять [10] до класу найменш досліджених випадкових процесів. Таким чином, коригування шляхом запровадження поправок потрібно проводити з постійними повторами. Більше – менш повно вивчити залежність зміни похибки у часі можливо лише у вигляді спостережень зміною похибки ЗВ конкретного типу протягом тривалого інтервалу часу експлуатації та зберігання (10-15 років) [11]. Автор вважає, що для практичної оцінки зміни в часі похибки/невизначеності ЗВ було б правильно в технічній документації на ЗВ наводити параметри процесу старіння, але при цьому

наголошує, що пізнання функції похибки/невизначеності від часу за одиничними документами перевірки метрологічної придатності з допомогою будь-якого виду моделі негаразд важливо, як прогнозування подальшої поведінки цієї функції, наприклад, з допомогою експоненційної моделі. Однак і тут виникає ряд труднощів, які полягають у катастрофічно малому обсязі достовірної інформації, необхідної при розрахунках для прогнозування (наприклад, відомості про нестабільність від часу компонентів та деталей ЗВ, про інтенсивність їх використання, особливості умов експлуатації та економічні наслідки від отримання недостовірних результатів [12]).

Відповідно до [12], прийнятним варіантом для оцінки складової похибки / невизначеності від тимчасової нестабільності могли б стати результати повірки та калібрування, але лише за умови відсутності попереднього ремонту та регулювання, що насправді практично не зустрічається.

Беручи до уваги вищенаведену інформацію, можна дійти невтішного висновку, що у умовах недостатності і можливої недостовірності вихідних даних застосування складних і час витратних методів із єдиною метою отримання результатів, які б відбити реальну залежність нестабільності від часу немає сенсу.

1.2 Місце перевірки стабільності у процедурі проведення міжлабораторних звірювальних випробувань у сфері забезпечення єдності вимірювань

Міжлабораторні звірювальні випробування у сфері забезпечення єдності вимірів проводяться з метою перевірки кваліфікації учасника (під час проведення перевірочних і калібрувальних робіт), тобто оцінювання за

заздалегідь встановленими статистичними критеріями компетентності учасника відповідно до вимог [2] під керівництвом провайдера МЗВ.

Провайдер перевірки кваліфікації повинен гарантувати стабільність зразків для перевірки кваліфікації протягом виконання раунду, а також мати процедури ідентифікації та оцінки нестабільності ЗПК протягом всієї програми МЗВ.

Відповідно до встановлених вимог [2], висновок про кваліфікацію учасників МЗВ робиться за допомогою статистичної порівняльної оцінки представлених результатів, отриманих на основі вимірювань з використанням ЗПК.

Порядок проведення МЗВ у загальному вигляді представлений на рис. 1.1.



Рис. 1.1 Етапи проведення МЗВ

Найбільш цікавим та найменш вивченим є етап підготовки зразка для перевірки кваліфікації, адже саме на цьому етапі провайдер проводить експериментальні дослідження, під час проведення яких вивчається стабільність ЗПК, його придатність до проведення МЗВ та визначається подальша політика проведення програми МЗВ для конкретного ЗПК.

Експериментальні дослідження включають:

– встановлення приписаних значень визначених показників зразка для перевірки кваліфікації (наприклад, вимірюваної величини та розширеної невизначеності);

- оцінювання стабільності зразка для перевірки кваліфікації.

Приписане значення визначеного показника зразка для перевірки кваліфікації встановлюють відповідно до методики калібрування з використанням власної еталонної бази, в обґрунтованих випадках залучають референтні лабораторії. При необхідності розробляють методику калібрування, що включає процедуру оцінювання та бюджет невизначеності вимірювань при калібруванні.

Стабільність зразка для перевірки кваліфікації оцінюють з використанням критеріїв, що дозволяють гарантувати, що нестабільність зразка для перевірки кваліфікації не вплине негативно на оцінку діяльності учасника. При аналізі документації на зразок можуть бути виявлені динамічні МХ (такі як дрейф та ін.), вплив яких на стабільність зразка для перевірки кваліфікації слід оцінити. По можливості, для впевненості у стабільності зразка може враховуватися вплив використання однакових зразків для перевірки кваліфікації з різних партій.

Оцінку стабільності зразка для перевірки кваліфікації виконують у нормальних та, при необхідності, відмінних від нормальних умов навколишнього середовища, умовах транспортування та зберігання.

ЗПК вважають стабільними, якщо за період дослідження стабільності не виявлено статистично значущої зміни приписаного значення.

Буває, що визнання стабільності неможливо, у разі стабільність має бути кількісно оцінена і як додатковий внесок у невизначеність вимірів, врахований у бюджеті невизначеності приписаного значення ЗПК, і (чи) враховуватися критерієм, використовуваним оцінки.

Вибір схеми звірень вибирають залежно від стабільності зразка перевірки кваліфікації. Якщо нестабільність зразка за час проведення звірень не перевищує 20 % від похибки (цільової невизначеності) зразка, що допускається, слід виконувати МЗВ за круговою схемою МЗВ, в іншому випадку слід вибрати радіальну або комбіновану схему [13].

За результатами експериментальних досліджень координатор провайдера складає звіт, який включає:

– короткий опис зразка для перевірки кваліфікації;

– результати експериментальних досліджень щодо встановлення приписаних значень визначених показників ЗПК та їх обробку;

– результати, що підтверджують стабільність зразка для перевірки кваліфікації протягом встановленого терміну або інформацію про облік нестабільності ОЗПК в оцінці невизначеності приписаного значення;

– за необхідності, рекомендації щодо підготовки ЗПК до проведення вимірювань (випробувань).

Затверджений звіт є допуском для використання зразка для перевірки кваліфікації в МЗВ.

У разі допуску зразка для перевірки кваліфікації МЗВ координатор розробляє інструкцію для учасника МЗВ. В інструкцію для учасника МЗВ координатор містить таку інформацію:

– найменування та адреса провайдера;

– найменування та шифр зразка для перевірки кваліфікації;

– опис зразка для перевірки кваліфікації (із зазначенням визначених показників, за необхідності – засобів порівняння, вимог до методик вимірювань/калібрування/перевірки/ атестації (для випробувального обладнання);

– опис факторів та потенційних джерел помилок, які можуть вплинути на результати МЗВ, у тому числі умови довкілля під час проведення вимірювань;

– вибір методики вимірювань/калібрування/перевірки/атестації (використовувати учасником МЗВ методику вимірювань/калібрування/перевірки/атестації на свій вибір або встановлену координатором);

– порядок підготовки зразка для перевірки кваліфікації до проведення вимірювань (при необхідності);

– порядок проведення вимірювань;

– вимоги до округлення результатів вимірювань;

– крайні терміни проведення вимірювань та передачі зразка для перевірки кваліфікації кур'єрській службі та надання документованих результатів вимірювань;

– вимоги до протоколу вимірювань та рекомендовану форму протоколу;

– порядок дій у разі неможливості проведення вимірювань у зв'язку із суб'єктивними причинами учасника МСМ; виходу з ладу, пошкодження чи втрати зразка для перевірки кваліфікації у процесі транспортування чи випробувань;

– порядок дій у разі надання учасником МСМ недостовірних, фальсифікованих чи некоректних результатів вимірів;

- ПІБ та контактні дані (телефон, факс, e-mail) координатора, відповідального за організацію проведення МСМ для здійснення зворотного зв'язку, консультування з питань проведення МСІ, оформлення документів.

Координатор розробляє та включає в інструкцію для учасника МЗВ рекомендовану форму протоколу вимірювань, що отримується від кожного учасника.

Після проведення експериментальних досліджень до початку раунду МЗВ зразок для перевірки кваліфікації зберігають в умовах, що відповідають встановленим в експлуатаційній на нього або іншій документації. Зразок для перевірки кваліфікації підлягає маркуванню лише у випадку, якщо заводське маркування відсутнє або зразок для перевірки кваліфікації є штучно створеним для цілей МЗВ об'єктом.

1.3 Однорідність та стабільність зразків для перевірки кваліфікації. Сучасні вимоги

Згідно з документом [2], на відповідність якому акредитуються провайдери МЗВ, провайдеру слід встановити критерії для прийнятної однорідності та стабільності, які мають бути засновані на впливі неоднорідності та нестабільності на характеристики функціонування учасників. Реалізація цієї вимоги дозволить забезпечити одержання кожним учасником порівнянних зразків для перевірки кваліфікації та збереження стабільності зразків протягом усього часу виконання перевірки кваліфікації.

І якщо, як вище вже зазначалося, однорідність засобу вимірювань не потребує перевірки, то стабільність слід перевіряти і за її значущості або не допускати зразок для перевірки кваліфікації до МЗВ або враховувати нестабільність зразка для перевірки кваліфікації, як окремий внесок у невизначеність вимірів.

Таким чином, окрім ретельного планування, виготовлення та транспортування ЗПК, провайдеру слід провести комплекс випробувань, за допомогою результатів яких підтвердилася стабільність ЗПК.

Чинними нормативними документами (НД) допускається, [2, 3] що для ЗПК може бути неможливим з будь-яких причин проведення випробувань, що підтверджують їхню однорідність і стабільність. Тому є і рекомендація до дії на такий випадок (наприклад, при підготовці зразків при обмеженій кількості вихідного матеріалу або найбільшої доступності саме того матеріалу, який не є стабільним). У цьому випадку наявні/виготовлені зразки можуть бути використані як зразки для перевірки кваліфікації за умови, що при розрахунку невизначеності приписаних значень або оцінювання результатів ця обставина враховується відповідним чином. Однак, така інтерпретація викликає безліч питань, таких як, чи допускається розглядати засоби вимірювань, що використовуються як ЗПК, як «обмежена кількість вихідного матеріалу», або «нестабільний матеріал, що знаходиться в найбільшій доступності»

Згідно з тими самими вимогами [2], [3], процедури для оцінки однорідності та стабільності повинні бути документовані і виконуватися, коли застосовно, відповідно до відповідних статистичних розрахунків. По можливості провайдер перевірки кваліфікації повинен використовувати статистично випадкову вибірку представницької кількості зразків для перевірки кваліфікації з усієї партії випробуваного матеріалу, щоб оцінити його однорідність. У деяких випадках найбільш прийнятним є використання випадкової різнорівневої або систематичної вибірки зразків для перевірки кваліфікації з усієї партії.

Провайдер документально повинен довести достатню стабільність ЗПК, щоб гарантувати, що вони не будуть зазнавати жодних значних змін протягом усього часу виконання перевірки кваліфікації, включаючи умови

зберігання та транспортування. У разі неможливості виконання цієї вимоги, стабільність має бути оцінена кількісно і розглядатися як додатковий внесок у невизначеність вимірювань, пов'язану з приписаним значенням зразка для перевірки кваліфікації, та/або враховуватись критерієм, що використовується для оцінки.

Якщо зразки для перевірки кваліфікації, підготовлені для попередніх турів, зберігаються для подальшого використання, значення показників, призначених для визначення в програмі перевірки кваліфікації, повинні підтверджуватись провайдером перевірки кваліфікації до розподілу зразків.

У випадках, коли випробування на стабільність не застосовні, провайдер перевірки кваліфікації повинен продемонструвати достатність для мети перевірки кваліфікації процедур, що використовуються для збирання, виготовлення, пакування та розподілення зразків для перевірки кваліфікації.

Для програм перевірки кваліфікації під час калібрування, коли один і той же ЗПК використовують кілька учасників, провайдер перевірки кваліфікації повинен гарантувати його стабільність протягом усього раунду або мати процедури ідентифікації та оцінки його нестабільності в процесі виконання раунду програми перевірки кваліфікації. Для цього потрібно дослідити тенденції зміни окремих зразків і вимірюваних величин, такі як дрейф. По можливості, для впевненості у стабільності слід враховувати вплив використання однакових артефактів із різних партій.

Усі результати вимірювань величин (або властивостей) мають бути перевірені на стабільність. Однак, якщо показано, що деяке підмножина властивостей може забезпечити хорошу індикацію стабільності для всіх властивостей, що спостерігаються в цьому раунді, програми перевірки кваліфікації.

Відзначаються деякі важливі рекомендації щодо вибору величин, що перевіряються:

– якщо результатом вимірів є частка, характерна особливість якої її невелике значення, ця величина може бути важко керованою та більш чутливою до змін однорідності;

– якщо випробуваний зразок нагрівається під час роботи з ним, то як вимірювана величина слід вибрати величину, чутливу до нерівномірного нагрівання;

- якщо вимірювана величина характеризує властивість, що залежить від відстоювання, випадання осаду та інших явищ, що залежать від часу підготовки зразка, то цю властивість слід перевіряти непрямим способом.

Таким чином, під час аналізу сучасних вимог щодо перевірки стабільності ЗПК хочеться звернути увагу на «однобоку універсальність» підходу до ЗПК. На підставі наявного досвіду, а також аналізу бібліографії до [2], можна звернути увагу на такі недоліки:

1) Орієнтованість на ОПК, які у КХА, тобто на речовини та матеріали. Згадка про ЗВ, як ЗПК, здійснюється «побіжно» і не містить конкретних рішень та рекомендацій, які застосовуються до оцінювання нестабільності ЗВ та врахування її внеску до бюджету невизначеності.

2) Передбачається істотна кількість ЗПК, що є неприйнятним для провайдера, якщо при цьому він не є виробником ЗВ.

3) Завищеність вимог до МХ ЗВ під час перевірки стабільності 10 % загальної похибки, тоді як чинний документ [13] допускає 20 %.

1.4 Процедура перевірки стабільності під час проведення раунду перевірки кваліфікації

Відповідно до [3], положення до процедур перевірки стабільності, встановлені щодо досліджуваних властивостей ЗПК, припускають певну

універсальність і застосовні до будь-якої експериментальної перевірки на стабільність протягом раунду перевірки кваліфікації та стабільності у процесі транспортування.

Якщо провайдер має впевненість у тому, що нестабільність малоймовірна на підставі попередніх експериментальних досліджень, наявного досвіду чи знань, то експериментальні дослідження допускається проводити лише у разі появи значних змін у процесі раунду перевірки кваліфікації та після раунду. Якщо такої впевненості немає, дослідження впливу транспортування на стабільність та стабільність типового раунду перевірки кваліфікації можуть мати форму планованих досліджень, що проводяться до розповсюдження зразків перевірки кваліфікації, або для кожного раунду, або на ранніх стадіях планування та визначення можливості погоджених умов транспортування та зберігання. Провайдери перевірки кваліфікації можуть проводити перевірку на наявність нестабільності шляхом аналізу наведених у звіті результатів вимірювань на наявність тренду з результатами вимірювань. Під час перевірки стабільності можуть бути виконані такі дії:

– усі показники, що використовуються у програмі перевірки кваліфікації, повинні бути перевірені на стабільність (або їхня стабільність має бути підтверджена іншим способом). Це може бути зроблено на основі досвіду роботи та технічних висновків на основі знань матриці (або артефакту) та вимірюваної величини;

– під час перевірки слід використовувати не менше двох зразків, якщо мінливість між зразками є досить великою; більше зразків чи реплікацій слід використовувати за наявності сумнівів щодо повторюваності. Зручним способом перевірки стабільності, згідно з [3], під час проведення раунду перевірки кваліфікації є випробування невеликої кількості зразків для перевірки кваліфікації після закінчення раунду та порівняння їх із зразками

до проведення раунду, щоб гарантувати, що жодних змін зразків за час проведення раунду не відбулося. Перевірка також може включати перевірку впливу на зразки умов транспортування за допомогою збереження зразків для дослідження впливу тривалості умов транспортування. Для дослідження впливу лише умов транспортування порівнюють зразки, поставлені для раунду випробувань, із зразками, які зберігаються в контрольованих умовах.

Вимірювання щодо стабільності (короткочасної і довготривалої) проводять за умов проміжної прецизійності.

Чинниками, які впливають на розбіжності результатів вимірів є: час; градуювання засобів калібрування; умови довкілля; умови транспортування; випадковий характер вимірюваної величини; прецизійність за умов відтворюваності (відтворюваність). Слід зазначити, що процедура перевірки базової стабільності, пропонована [3], використовує вимірювання до і після раунду перевірки кваліфікації, не повною мірою підходить при реалізації МЗВ в області ЗЄВ, оскільки передбачається проведення випробувань з використанням декількох ЗПК. Можна перетворити процедуру таким чином:

1) обирають ЗПК, що передбачається до використання в рамках реалізації програми МЗВ;

2) вибирають єдину лабораторію, що використовує єдиний метод вимірювань з гарною проміжною прецизійністю;

3) виконують виміри до планової дати подання зразків учасникам. Реплікації (повтори) вимірів мають бути виконані випадковим чином;

Примітка - за наявності результатів вимірювань, відомих заздалегідь або інших апріорних даних, які можна було б прийняти за середні арифметичні значення результатів перевірки стабільності до експерименту ($\overline{y_1}$), результати поточного експерименту допускається прийняти

за середні арифметичні результати перевірки стабільності ($\bar{y_2}$) та зробити висновок про стабільність (1.1) - (1.3).

4) у максимально стислі терміни після дати повернення ЗПК від учасників виконують вимірювання, спрямовані на перевірку стабільності в тій же лабораторії, використовуючи той же метод вимірювань і ту саму кількість реплікацій вимірювань, всі повторні вимірювання проводять випадковим чином, після чого обчислюють середні арифметичні результати до ($\bar{y_1}$) і після ($\bar{y_2}$) раунду.

Щоб перевірити стабільність порівнюють загальне середнє арифметичне результатів вимірювань, отриманих до перевірки, із загальним середнім арифметичним результатів, отриманих під час перевірки стабільності. Зразки можна вважати стабільними, якщо виконані умови

$$|\bar{y_1} - \bar{y_2}| \leq 0{,}3 \cdot \sigma_{pt}, \tag{1.1}$$

або

$$|\bar{y_1} - \bar{y_2}| \leq 0{,}1 \cdot \delta_E, \tag{1.2}$$

де $\bar{y_1}$ - загальне середнє арифметичне значення величини до перевірки стабільності, од. величини;

$\bar{y_2}$ - загальне середнє арифметичне дійсного значення величини, одержаної в умовах відтворюваності (при перевірці стабільності), од. величини;

δ_E -межі допустимої похибки вимірювань величини, од. величини;

σ_{pt} - середнє квадратичне відхилення величини, од. величини;

Якщо існує можливість, що проміжна прецизійність методу вимірювань (або невизначеність результатів вимірювань зразка) робить свій внесок у невідповідність критерію, слід виконати одну з наступних дій:

- використовувати дослідження ізохронної стабільності (вимірювання проводять в умовах повторюваності [48]);

- збільшити невизначеність приписаного значення для врахування можливої нестабільності;

- розширити критерій приймання шляхом додавання невизначеності різниці до σ_{pt} відповідно до наступної формули

$$|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| \leq 0{,}3 \cdot \sigma_{pt} + 2 \cdot \sqrt{u^2(\bar{y}_1) + u^2(\bar{y}_2)} \qquad (2.3)$$

де $u(\bar{y}1)$ - стандартна невизначеність загального середнього арифметичного значення величини до перевірки стабільності, од. величини;

$u(\bar{y}2)$ - стандартна невизначеність загального середнього арифметичного значення величини, отриманої за умов відтворюваності (під час перевірки стабільності), од. величини;

2 - коефіцієнт охоплення розширеної невизначеності різниці, що забезпечує рівень довіри близько 95% у припущенні незалежності $\bar{y_1}$ і $\bar{y_2}$.

У разі, якщо нерівності у формулах (1.1) – (1.3) не виконуються, згідно з [3] слід виконати такі дії:

- кількісно оцінити вплив нестабільності та врахувати його щодо оцінок (наприклад, використовуючи *z*-індекси);

- перевірити процедури підготовки та зберігання зразків для виявлення можливості їх покращення;

- не визначати оцінку функціонування учасників.

Якщо визнання стабільності неможливе, то стабільність має бути кількісно оцінена і розглядатися як додатковий внесок у невизначеність вимірювань, пов'язаний із приписаним значенням зразка для перевірки

кваліфікації, та (або) враховуватись критерієм, що використовується для оцінки.

Слід зазначити, що на момент проведення даних досліджень не виявлено документа, який містив би рекомендації щодо кількісної оцінки нестабільності будь-якого ЗВ, що використовується як ЗПК та варіантів обліку нестабільності ЗПК, як кількісного внеску в невизначеність приписаних значень ЗПК при МЗВ.

На підставі проаналізованої інформації можна зробити висновок про необхідність огляду методів та цілей оцінки нестабільності засобів вимірювань, вибрати «умовно підходящий» (найбільш гнучкий і простий у виконанні метод із аналізованих) для цілей адаптації до оцінки кількісного внеску нестабільності ЗПК.

1.5 Огляд методів контролю та оцінки стабільності еталонів при звіреннях груп засобів перевірки однакового рівня точності

Провівши огляд як чинних так і не чинних нормативних документів [13 - 15], які встановлюють вимоги при звірення груп засобів перевірки однакового рівня точності розрахункових формул і методик оцінки нестабільності не виявлено.

Основною вимогою до контрольного засобу або еталону, що застосовується як ЗПК, є його стабільність і легка транспортабельність. У разі відсутності відомостей про нестабільність ЗПК її визначають у ДП «Укрметртестстандарт». Для чого ЗПК перевіряють на нестабільність і під час виконання звірень з вихідним стандартом, і за очікуваний час проведення повного раунду МЗВ.

Відповідно до [13] МЗВ поділяються на: кругові, радіальні, комбіновані.

У разі кругових звірень провайдер направляє одному учаснику ОПК з метою проведення МЗВ, після чого по ланцюжку – наступним учасникам. Після завершення повного кола звірень ЗПК повертають провайдеру.

За радіальних звірень кожен учасник МЗВ повертає ЗПК провайдеру для уточнення метрологічних характеристик міри порівняння, тільки після цього провайдер передає ЗПК наступному учаснику.

Комбіновані звірення припускають комбінацію кругових та радіальних звірень.

Вибір схеми звірень слід вибирати в залежності від стабільності зразка для перевірки кваліфікації. Якщо нестабільність зразка за час проведення звірень не перевищує 20 % від похибки (цільової невизначеності) зразка, що допускається, слід виконувати МЗВ за круговою схемою МЗВ, в іншому випадку слід вибрати радіальну або комбіновану схему. За [15] допускається вибір кругових звірень і за 30 % нестабільності зразка.

1.6 Огляд існуючих цілей та методів оцінки нестабільності засобів вимірювань

Відповідно до існуючої НД [16 - 19], роботи з оцінці нестабільності можуть проводитися як виробником ЗВ (при цьому є можливість використовувати значний обсяг зразків для досліджень) так і ДП «Укрметртестстандарт» (дослідження стабільності еталонів протягом кількох років). І якщо ДП «Укрметртестстандарт» справді контролюють та враховують нестабільність еталонів, то рідкісний виробник ЗВ виконує таку роботу, оскільки процедури повірки та калібрування забезпечують довіру до того, що МХ ЗВ не зміняться за період інтервалу між повірками (калібруванням).

Використання провайдером стандартів, як ЗПК можливе, але недостатньо, т.к. попит на МЗВ в області ЗЄВ зростає з кожним днем, потенційні учасники звертаються до провайдерів з пропозиціями щодо розширення спектру пропонованих до перевірки кваліфікації засобів вимірювань, заходів та випробувального обладнання, оскільки участь лабораторій у програмах перевірки кваліфікації за допомогою проведення МЗВ, є важливим інструментом для підтвердження досліджень. дозволяє підтвердити компетентність у межах своєї галузі акредитації.

Таким чином, перед провайдером постає завдання не просто провести МЗВ, але й мати процедуру кількісної оцінки нестабільності ОПК запровадження нестабільності ЗПК як кількісного вкладу в невизначеність приписаних значень ЗПК. При цьому провайдер не має в своєму розпорядженні ні значної кількості ЗВ, ні великого запасу часу, особливо на перших етапах реалізації програм МЗВ, коли статистика ще не набрана. У рамках поточної наукової роботи знайдено та проаналізовано три варіанти оцінки нестабільності ЗВ.

1.6.1 Визначення межі нестабільності, що допускається, в рамках кількісного обґрунтування перевірочних схем при їх розробці

Згідно [17, 19] в якості характеристик похибки еталона можуть бути зазначені межа нестабільності СВ v_i, що допускається, за міжповірковий інтервал і межа допускаються довірчих меж похибки градуювання ЗВ δ_i при ймовірності P_i [19].

Мінімально допустиме значення межі нестабільності, що допускається $v_{i\,min}$ за формулою

$$v_{imin} = u_{i-1}/\alpha_i, \qquad (1.4)$$

де u_{i-1} - межі припустимих довірчих кордонів похибки одно (відносної або абсолютної), залежно від способу перевірки ЗВ;

α_i - визначається з табл. 1.1 [19] залежно від фіктивного браку в середньому $P_{qr\,i}$ та відносин $a_{i\text{-}1}$.

Таблиця 1.1

Значення α_i залежно від a_i та $P_{qr\,i}$

$a_{i\text{-}1}$	$P_{qr\,i} = (1 \div 2)$ %	$P_{qr\,i} = (0{,}5 - 1)$ %
0,5 і менш	1 : 2	1 : 3
0,7	1 : 2,5	1 : 3,5
1	1 : 3	1 : 4,5
2	1 : 5	1 : 7
3	1 : 6	1 : 10

Дослідження проводять з метою уточнення значень меж нестабільності ЗВ v_i*, що допускається, для вказівки в перевірочній схемі та коригування інтервалу між повірками. При цьому вихідною інформацією для коригування інтервалу між перевірками у процесі експлуатації еталонів є:

- результати випробувань на надійність або підконтрольну експлуатацію еталонів;

- результати періодичних перевірок/калібрування.

Ця інформація може бути використана для коригування МЗВ лише за умови достатності її обсягу та достовірності.

Таким чином, згідно [18, 19] проаналізувавши протоколи раніше виконаних перевірок або калібрування методами математичної статистики можна оцінити і внесок від нестабільності, і характер похибки від нестабільності ЗВ при виконанні наступних умов:

- експеримент має виконуватися в умовах повторюваності;

- для оцінювання має бути використаний один і той самий екземпляр робочого еталона.

Для кращого розуміння, можна переформулювати вимогу таким чином: протягом усього експерименту (до кількох років) до входу ЗВ повинен бути підключений той самий еталон, а в приміщенні повинні підтримуватися ті самі умови. Вочевидь, що і ЗВ і робочого зразка у такому режимі є нераціональним. Крім того, характер старіння ЗВ у таких «тепличних» умовах, напевно, відрізнятиметься від характеру старіння ЗВ в умовах експлуатації.

Отже, можна дійти невтішного висновку, що представлений метод над повною мірою відповідає завданню оцінки нестабільності ЗПК, оскільки необхідна вихідна інформація найчастіше відсутня.

1.6.2 Методика випробувань на нестабільність (метрологічну надійність) засобів вимірів

Відповідно до [20] реалізації цієї методики формують партію ЗВ щодо випробувань. Обсяг N партії ЗВ, що піддається випробуванням, має бути не менше 30. Відібрану партію ЗВ піддають випробуванням у звичайному або прискореному (з відомим коефіцієнтом прискорення) режимі.

Через рівні проміжки часу експлуатації або напрацювання Δt проводять вимірювання контрольованих параметрів.

Проміжок Δt повинен бути таким, щоб збільшення $\xi_j(\Delta t)$ МХ могли бути змінені з прийнятною достовірністю. Це означає, що $\xi_j(\Delta t)$ мають бути значущими і натомість випадкової похибки їх вимірів. Математичний вираз цієї умови: Δt має бути не менше значення $(\Delta t)_{min}$, що відповідає рівності

$$\bar{v}[\Delta t_{\min}] = t(n-1,P)\sqrt{\frac{2}{N}}\frac{S(\delta x)}{\delta_{доп}}\frac{1}{L}\sqrt{1+\frac{3}{n^2}\left(\frac{n+1}{2}+\frac{L^2}{n+1}\right)}, \qquad (1.5)$$

де - $\bar{v}(\Delta t) = \frac{\overline{m}(\Delta t)}{\bar{x}(t_i)}$ нестабільність МХ за один контрольний проміжок у відносній формі виразу;

t (n-1, P)- квантиль розподілу Стьюдента при числі ступенів свободи (n-1) та довірчої ймовірності P;

N - число випробуваних екземплярів ЗВ;

$S(\delta_x)$ - СКВ відносної похибки вимірювання МХ;

$\delta_{доп}$ - межа допускається відносної похибки прогнозування середнього значення МХ;

- інтервал прогнозування, виражений кількістю контрольованих проміжків напрацювання;

n - число незалежних вимірів значень МХ кожного екземпляра у кожний момент часу t_i;

$\overline{m}(\Delta t)$ - середня нестабільність МХ за інтервал:

$\bar{x}(t_i)$ - середнє значення результату вимірів МХ.

За найпростішої, лінійної моделі прогнозування метод найменших квадратів вимагає щонайменше трьох груп багаторазових вимірів. Тому тривалість випробувань повинна бути не менше ніж 2 інтервали часу Δt.

За результатами вимірювань нестабільності $\xi_j(i\Delta t)$, j = 1 ,…,N за інтервали Δt, $2\Delta t$, $3\Delta t$ і так далі, до $n\Delta t$ включно, знаходять вибіркові характеристики розподілу нестабільності ЗВ:

- середньої нестабільності

$$\overline{m}(i\Delta t) = \frac{1}{N}\sum_{j=1}^{N}\xi_j(i\Delta t), i = 1,\ldots,n; \tag{1.6}$$

- СКВ нестабільності

$$\overline{\sigma}(i\Delta t) = \sqrt{\frac{1}{N-1}\sum_{j=1}^{N}\left[\xi_j(i\Delta t) - \overline{m}(i\Delta t)\right]^2}. \tag{1.7}$$

Оцінюють функції залежності від часу середньої нестабільності $m(t)$ та СКО нестабільності $\sigma(t)$ МХ у вигляді

$$m(t) = \sum_{k=0}^{l} m_k t^k, \tag{1.8}$$

$$\sigma(t) = \sigma_0 e^{rt}. \tag{1.9}$$

Коефіцієнти m_k, σ_0, r підбирають методом найменших квадратів для функцій $m(t)$ та $\ln\sigma(t)$. Порядок полінома l вибирають із ряду (1...5) за критерієм мінімуму похибки апроксимації.

Таким чином, даний метод так само не застосовується до вирішення задачі оцінки нестабільності ЗПК, через те, що він передбачає проведення випробувань використовувати партію ЗВ з обсягом партії щонайменше 30, що практично не може бути реалізованим під час проведення процедури МЗВ у сфері ЗЄВ.

1.6.3 Метод оцінки нестабільності у формі швидкості дрейфу метрологічних характеристик еталона – однозначної міри

Так як спочатку поставлене завдання не прив'язується до калібрувальної залежності ЗВ, для аналізу вибрано метод оцінки нестабільності у формі швидкості дрейфу метрологічних характеристик еталона - однозначної міри. Сутність методу полягає у використанні даних по серії калібрування або перевірок. Щоб отримати оцінку середньої швидкості дрейфу заходів відповідно до [21, 22], в першу чергу потрібно розрахувати швидкість дрейфу в l-му інтервалі між калібруванням

$$\nu_i = \frac{y_l - y_{l-1}}{t_l - t_{l-1}}, \tag{1.10}$$

де y_{l-1} – значення, приписане мірою, що калібрується, при її надходженні на $(l-1)$ калібрування (дійсне значення, приписане мірі при $(l-1)$ калібруванні, віднесене до моменту часу $tl-1$).

y_l – значення, приписане при l-калібруванні, віднесене до моменту часу t_l.

Оцінку середньої швидкості дрейфу за L інтервалів між калібруваннями, що пройшли до моменту часу, що розглядається, визначають як

$$\bar{\nu}_i = \frac{1}{L}\sum_{i=1}^{L} \nu_i, \tag{1.11}$$

а оцінку невизначеності, що оцінюється за типом A середньої швидкості дрейфу за L інтервалів між калібруваннями, як

$$u(\bar{\nu}_i) = \sqrt{\frac{1}{L\cdot(L-1)}\sum_{i=1}^{L}(\nu_i - \bar{\nu}_i)^2}. \quad (1.12)$$

Виправлення на дрейф значення еталонної міри приймають рівною

$$\Delta t = \bar{\nu_i}\cdot t, \quad (1.13)$$

де $t=(t_l - t_{l-1})$ час, що минув після останнього калібрування еталонної міри. Стандартну невизначеність цієї поправки визначають як

$$u(\Delta t) = u(\bar{\nu_i})\cdot t. \quad (1.14)$$

Отримані оцінки середньої швидкості дрейфу та стандартної невизначеності середньої швидкості дрейфу надалі використовують для обчислення поправок до показань міри.

Запропонований підхід найбільше відповідає задачі оцінки нестабільності ЗПК, ніж два попередні.

1.6.4 Метод виявлення характеру складової похибки від тимчасової нестабільності ЗВ

Згідно з авторами [23], для практичного застосування придатний аналогічний підхід [23], який полягає в періодичній постановці експерименту з оцінювання складової похибки/невизначеності від тимчасової нестабільності ЗВ за умови, що в інший час, як ЗВ, так і робочий еталон, знаходяться в експлуатації.

Оцінку складової похибки від тимчасової нестабільності ЗВ в моменти часу t_k пропонується оцінювати формулою

$$s(t_k - t_0) = X(t_k) - X(t_0), \qquad (1.15)$$

де $X(t_k)$, $X(t_0)$ - результати вимірювань величини, що відтворюється еталоном, в моменти часу t_k і t_0 відповідно.

Для виявлення складової похибки від тимчасової нестабільності ЗВ пропонується використовувати контрольні карти кумулятивних сум, ефективність яких доведена експериментально за допомогою моделювання трьох серій по 10 результатів вимірювань у припущенні, що складова похибки від тимчасової нестабільності ЗВ змінюється за експоненційним законом [11].

Запропонований метод ефективний при використанні для визначення характеру складової похибки (випадкова або систематична), проте для достовірної оцінки похибки необхідно від 30 до 35 результатів вимірювань, і тому в умовах МСІ на початковому етапі (перша реалізація програм МЗВ ЗВ обраного типу) не підходить.

1.6.5 Оцінка нестабільності СІ методами ковзної середньої

Сутність методу полягає в аналізі протоколів калібрування та проведенні оцінки нестабільності засобів вимірювань з метою запровадження поправок на нестабільність засобів вимірювань. Нестабільність оцінюється за результатами декількох послідовно проведених калібрування в одній і тій же контрольній точці діапазону вимірювань засобу вимірювання калібрується [24, 25]. Автори [24, 25] стверджують, що оцінка нестабільності ЗВ відповідно до методики [21, 22], що прийнятно працює в умовах лінійної моделі нестабільності ЗВ, працює некоректно за умов нелінійної (експоненційної) моделі нестабільності ЗВ. Оцінка нестабільності ЗВ методами ковзної середньої забезпечує кращі

результати при кількості калібрування, що дорівнює трьом, ніж при більшому числі.

У цьому аналізі вибрано для розгляду два методи:

1) метод експоненційної ковзної середньої (EMA)

В основу методу покладено експоненційну модель залежності похибки ЗВ від часу

$$y = \omega_0 \cdot e^{a \cdot t}, \tag{1.16}$$

де ω_0 - Частота метрологічних відмов на момент виготовлення ЗВ при $t = 0$;

a - прискорення процесу метрологічного старіння.

Для обліку випадкових ефектів модель доповнена другим доданком

$$y_i = \omega_0 \cdot e^{a \cdot i\Delta t} + \varepsilon_в, \tag{1.17}$$

де $\varepsilon_в$ - випадкова складова похибки ЗВ;

Δt – інтервал часу між калібруванням,

i – порядковий номер інтервалу між калібруванням [24].

Для знаходження експоненційної ковзної середньої (EMA) пропонується використовувати формулу:

$$\bar{y}_{EMAi} = \alpha \cdot v_i + (1-\alpha) \cdot \bar{y}_{EMAi-1}, \tag{1.18}$$

де α – параметр моделі, який визначається за формулою $\alpha = 2/(n+1)$,

n – кількість інтервалів калібрування, що враховуються при знаходженні ковзної середньої.

Запропоновану формулу пропонується використовувати для оцінки прогнозу зміни систематичної складової похибки в одній точці [25] діапазону вимірювань калібрується ЗВ в наступному інтервалі між калібруванням.

Як номінальне значення нестабільності ЗВ ($vi_{ном}$) використана оцінка нестабільності ЗВ, отримана для кожного інтервалу калібрування кусково-лінійною апроксимацією за умови відсутності випадкової складової похибки.

2) метод виваженої ковзної середньої (WMA)

Визначають середні значення, приписані мірою, усереднені за n інтервалів часу, методом виваженої ковзної середньої

$$\bar{y}_{WMA\,i\,l-(n-1)/2} = \frac{\sum_{i=1}^{n}(n-1+1)\cdot y_{l-1+1}}{\sum_{i=1}^{n} i} \qquad (1.19)$$

У цьому інтервали між калібруваннями передбачаються рівними між собою, тобто. $(t_l - tl_{-1}) = (tl_{-1} - tl_{-2}) = \cdots = (t_l - t_0) = const$, а отримані значення ковзних середніх відносять до середини інтервалу усереднення, тобто. при $n = 3$, на момент часу t_{l-1}.

Середню швидкість дрейфу, усереднену за n інтервалів між калібруваннями, віднесену до середини інтервалу усереднення, методами ковзних середніх визначають

$$\overline{v_{WMA\,l}} = \frac{\bar{y}_{WMA\,i\,l-(n-1)/2} - \bar{y}_{WMA\,i\,l-1(n-1)/2}}{\Delta t} \qquad (1.20)$$

Отримані значення середньої швидкості дрейфу можна використовувати запровадження поправок на нестабільність на інтервалі часу до наступного калібрування, тобто. при $t \in [t; t_{l+1}]$ за формулою

$$y(t) = y_1 + \bar{v}_l \cdot (t - t_l). \quad (1.21)$$

Авторами джерел [24, 25] при отриманні результатів калібрування використано моделювання, із застосуванням моделі для полінома третього порядку з тими ж припущеннями, що й для експоненційної моделі дослідження проводилися за результатами, одержуваним протягом семи років. Формою подання є порівняльні табличні дані за методами та графічні залежності $y = f(t)$. Хоча авторами на прикладі трьох засобів вимірювань показано, що кращими в довгостроковому плануванні є методи зваженої ковзної середньої (WMA) і експоненційної ковзної середньої (EMA), розглядаючи отримані графіки в короткостроковій перспективі (1-2 роки), бачимо, що на такій ділянці графіка цілком може бути прийнята.

Вхідні параметри для знаходження експоненційної (EMA) ковзної середньої [24] недоступні без попередньо відомих вихідних даних або припущень, які мають бути теоретично обґрунтовані, інакше метод не забезпечить очікуваної достовірності, але ускладнить обробку результатів. Метод зваженої ковзної середньої (WMA) показав досить хороший результат прогнозування, згідно [25], проте не можна не залишити поза увагою відомі недоліки цього методу – перша та остання зі спостережень часового ряду не виходять згладженими та ускладнює прогнозування розвитку процесу.

Проаналізувавши запропоновані методи, можна відзначити, що практично всі постулати теорії надійності побудовані навколо припущення, що [11, 24] межі систематичної та випадкової складових похибки ЗВ не

перевищують 0,4 · Δ , а межі нестабільності ЗВ не перевищують 0,2 · Δ за інтервал між повірками Δ абсолютної похибки ЗВ [20, 25].

Таким чином, напрошується висновок, що не маючи солідного багажу результатів попередніх досліджень, а так само відомостей про модель залежності похибки каліброваного ЗВ від часу, а так само неможливості передбачити всі можливі впливи на засіб вимірювань в процесі передачі його між учасниками МЗВ (очевидно, що заздалегідь невідомо, на який момент часу допустиме значення, тому процес зростання дрейфової похибки може розглядатися як [11] нестаціонарний випадковий процес, що складається з пучка реалізацій, що відповідають траєкторіям зміни похибки в кожній точці діапазону вимірювань), застосування будь-якого з методів, що розглядаються, несе ризики невірного вибору методу. Недоліком методу запропонованого в [24] щодо методів EMA і WMA можна виділити завищене значення невизначеності вимірювань методу [21], однак у разі перевірки стабільності та обліку нестабільності ЗПК при МЗВ, це радше гідність, ніж недолік, т.к. надає певний запас точності.

Таким чином, пропонується зупинитися на методі, запропонованому [21] у припущенні лінійної моделі нестабільності ЗВ. Цей вибір обумовлений кількома факторами:

− при проведенні експериментальних досліджень з метою оцінки стабільності ЗПК проводиться серія калібрувань через невеликі та рівні проміжки часу (експеримент проводиться протягом 1/3 терміну дії програми МЗВ, кількість калібрувань після встановлення приписаного значення – не менше трьох, тому що на початковому етапі впровадження програми МЗВ на протязі кількох років виконання вимоги про отримання результатів калібрування протягом декількох років не може бути реалізованим).

− у процесі встановлення приписаних значень ЗПК та контролю за їх стабільністю, отримання калібрувальної залежності по всіх контрольних

точках, встановлених у методиці калібрування, не обов'язково і часто економічно недоцільно. Таким чином, оцінка нестабільності буде проводитися з використанням результатів послідовних калібрувань в одній і тій же контрольній точці діапазону вимірювань ЗПК, що калібрується.

− метод простий для розуміння, розрахунок не є трудомістким. Приймаємо припущення, що за допомогою цього методу спрогнозувати поведінку приписаних характеристик ЗПК протягом реалізації програми МЗВ є можливим.

Висновки по розділу

У першому розділі магістерської кваліфікаційної роботи обгрунтовано, що тенденції останніх років показали, що перевірки кваліфікації для калібрувальних та перевірочних лабораторій застосовуються з метою моніторингу достовірності результатів своєї діяльності нарівні з акредитацією. Тільки за допомогою МЗВ калібрувальні та перевірочні лабораторії можуть отримати зовнішню та незалежну оцінку якості своїх результатів вимірів. А перед провайдером постає завдання не просто провести МЗВ, а й надати якісний і стабільний ЗПК, який би не вплинув на достовірність оцінки компетентності учасників МЗВ.

Використання тільки еталонів (для яких відомості про стабільність є, а нестабільність оцінюється і враховується в обов'язковому порядку) як ЗПК значно обмежує можливості провайдера і коло учасників МЗВ і, до того ж, значно підвищує вартість МЗВ.

У поточному розділі виявлено та зазначено відсутність практичних рекомендацій щодо кількісної оцінки нестабільності будь-якого ЗВ, що використовується як ЗПК при проведенні МЗВ та варіантах обліку його нестабільності ЗПК, якщо визнання стабільності неможливе.

Як висновок з вищесказаного, можна сформулювати основну мету дослідження, в рамках даної магістерської кваліфікаційної роботи - необхідно розробити процедуру кількісної оцінки нестабільності будь-якого ЗВ, використовуваного як ЗПК, включаючи облік нестабільності ЗПК, як кількісного вкладу в невизначеність приписаних значень ОПК, в умовах мінімальної кількості ЗПК, інтервалу 3 або малого запасу часу (не більше запасу часу).

У цьому, слід зважити, що процедура проведення вимірів учасниками з метою МЗВ має володіти «гнучкістю», тобто в інструкції для учасника замість повноцінного калібрування може бути поставлене завдання провести калібрування в одній або кількох контрольних точках діапазону (піддіапазону) вимірювань ЗВ. Вирішення з цього питання приймає координатор програми.

Як перші етапи досягнення поставленої мети проведено огляд методів та цілей оцінки нестабільності засобів вимірювань та обрано варіант оцінки нестабільності ЗВ, як оцінки дрейфу МХ за міжкалібрувальний інтервал.

Можна сформулювати завдання дослідження:

− розробити процедуру кількісної оцінки нестабільності засобу вимірювань, що використовується як ЗПК при МЗВ у ДП «Укрметртестстандарт», за допомогою адаптації обраного методу оцінки нестабільності до реальних умов проведення МЗВ;

− запропонувати варіант обліку нестабільності ЗПК як кількісного внеску в невизначеність приписаних значень ЗПК;

− перевірити реалізацію розробленої процедури на прикладі аналізатора концентрації парів етанолу у повітрі, що видихається, використовуваного як ЗПК при МЗВ у ДП «Укрметртестстандарт».

РОЗДІЛ 2 РОЗРОБКА МОДЕЛІ ПЕРЕВІРКИ СТАБІЛЬНОСТІ ТА ОЦІНКИ НЕСТАБІЛЬНОСТІ ЗРАЗКІВ ДЛЯ ПЕРЕВІРКИ КВАЛІФІКАЦІЇ ПРИ ПРОВЕДЕННІ МІЖЛАБОРАТОРНИХ ЗВІРЯЛЬНИХ ВИПРОБУВАНЬ У ГАЛУЗІ ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ ЄДНОСТІ ВИМІРЮВАНЬ. ДОСЛІДЖЕННЯ МОДЕЛІ НА РЕАЛЬНОМУ ОБ'ЄКТІ

2.1 Порядок оцінювання стабільності ЗПК для проведення МЗВ в галузі ЗЄВ

Як раніше зазначалося, особливістю МЗВ в області ЗЄВ є невелика кількість одиниць засобів вимірювань, що виступають як ЗПК (зазвичай, у рамках виконання однієї програми МЗВ є один ЗПК, максимум – три). Використання більшої кількості є економічно недоцільним.

За запланований період (зазвичай – календарний рік) провайдер одночасно виконує кілька програм МЗВ за участю ЗПК, що вибираються, виходячи з потреб лабораторій - учасників МЗВ. Кожна програма МЗВ виконується під контролем координатора, що призначається провайдером.

Зважаючи на малу кількість зразків для перевірки кваліфікації в рамках однієї програми МЗВ провайдеру постійно доводиться вирішувати завдання найбільш оптимальної організації маршруту передачі зразків учасникам, забезпечення та збереження конфіденційності відомостей про учасників МЗВ, збереження цілісності зразка для перевірки кваліфікації при транспортуванні тощо.

Одним із таких завдань є забезпечення стабільності його приписаних значень. Критерії перевірки стабільності ОПК наведено у попередньому розділі. В даний час на базі ДП «Укрметртестстандарт» відсутня процедура кількісної оцінки нестабільності, яка застосовується спеціально для цілей МЗВ. Отже, при виявленні нестабільності ЗПК цей зразок до МЗВ не

допускається. Або при виявленні нестабільності ЗПК в одній з кількох контрольних точок (КТ) ця контрольна точка виключається із завдання на проведення МЗВ учасниками.

Завдання даного розділу адаптувати обраний раніше метод з метою оцінки нестабільності ЗПК при МЗВ та запропонувати його до використання у ДП «Укрметртестстандарт».

Вибір зразків для перевірки кваліфікації та координаторів, які відповідають за проведення програми МСІ, проводять відповідно до ДСТУ 3974-2000 Системи технічної діагностики [26].

Після вибору ЗПК, у межах забезпечення стабільності, координатору провайдера слід діяти за схемою, наведеною рис. 2.1.

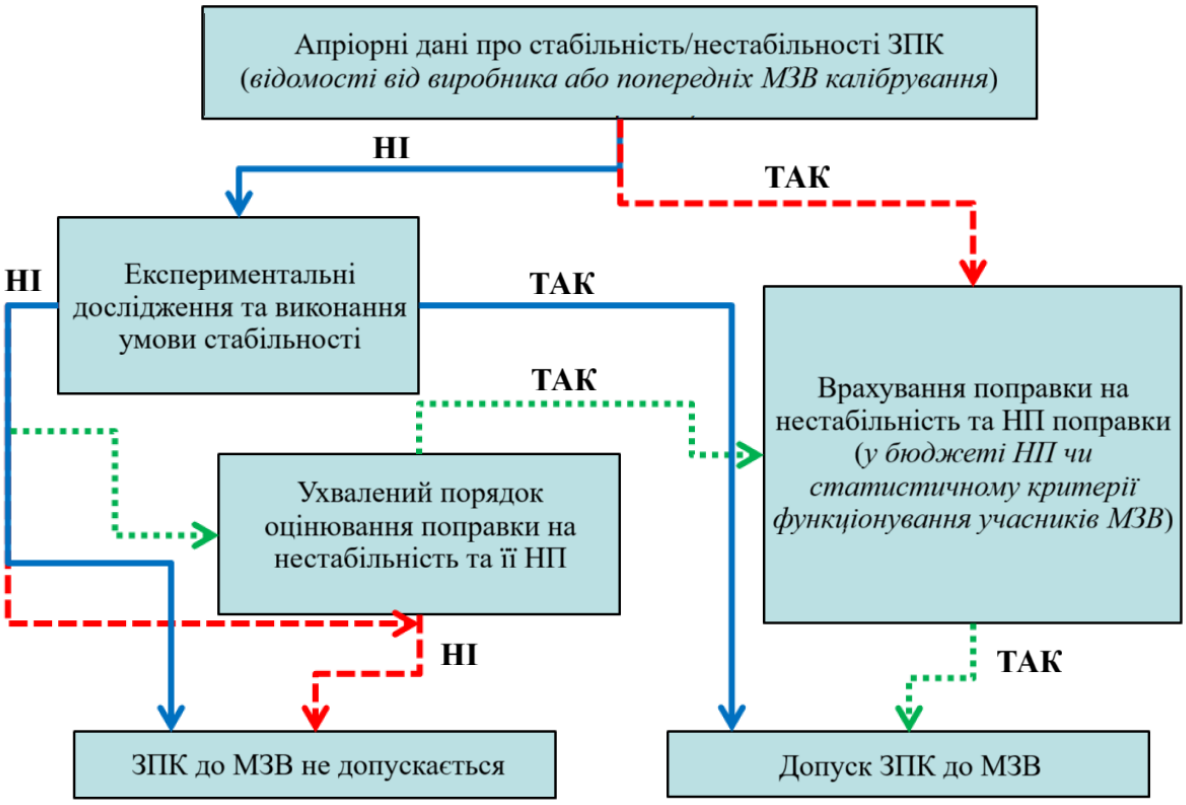


Рис. 2.2 Схема перевірки стабільності та визначення нестабільності ЗПК

Нині ДП «Укрметртестстандарт» використовує лише реалізацію, схеми перевірки показаної на рис 2.2 позначеної синіми стрілками. Варіант, позначений червоною пунктирною стрілкою, був би можливим за умови наявності відомостей та методичних вказівок в експлуатаційній документації та нормативної кількісних характеристик нестабільності ЗВ, що використовується як ЗПК та рекомендацій щодо кількісної оцінки та обліку оцінок нестабільності та її невизначеності. Зеленим кольором виділено варіант, який і планується реалізувати у рамках цього дослідження.

Таким чином, координатору, якому доручено ЗПК в першу чергу (до проведення експериментальних досліджень) слід детально вивчити апріорні дані про ЗПК: чи є інформація про нестабільність, за яких умов ця нестабільність проявляється в експлуатаційній документації на ЗВ, а також підняти інформацію про результати попередніх калібрувань у ДП «Укрметртестстандарт», за наявності такої. Якщо апріорні відомості про нестабільність зразка в документації, що його супроводжує, або за результатами попередніх випробувань виявлено, координатору слід порівняти відоме значення нестабільності з встановленим критерієм. Якщо критерій не перевищено, експериментальні дослідження допускається проводити, а ЗПК допустити до МЗВ.

При перевищенні критерію координатору слід врахувати відому поправку на нестабільність та її внесок у невизначеність (як невизначеність за типом Б у припущенні рівномірного закону розподілу) [21] у загальному бюджеті невизначеності при визначенні приписаних значень ЗПК або у статистичному критерії функціонування учасників МЗВ

− якщо нестабільність має випадковий характер, то вона нормована межами нестабільності за МЗВ $\pm\theta_{нест}$. Відповідну стандартну невизначеність обчислюють за формулою

$$u_{\text{нест}} = \frac{\theta_{\text{нест}}}{\sqrt{3}}. \quad (2.1)$$

− нестабільність ЗПК може бути нормована межами зміни в часі калібрувального коефіцієнта: $\pm\theta_{\text{нест}}(K)$. Відповідну стандартну невизначеність калібрувального коефіцієнта в цьому випадку обчислюють за формулою

$$u_{\text{нест}}(K) = \frac{\theta_{\text{нест}}(K)}{\sqrt{3}}. \quad (2.2)$$

− якщо нестабільність має систематичний характер (зазвичай із відомостей за результатами попередніх калібрування), то при виконанні калібрування в результат вимірювань вноситься поправка, що обчислюється за формулою (2.1), відповідну невизначеність обчислюють за формулою (2.2).

Після цього ОПК допускається проведення МЗВ.

Якщо апріорні відомості про нестабільність зразка в документації, що його супроводжує, або за результатами попередніх калібрувань відсутні, необхідно провести експериментальні дослідження за умов внутрішньолабораторної прецизійності. Експериментальні умови мають бути організовані в такий спосіб, щоб змоделювати умови проведення МЗВ, тобто необхідно варіювати такими факторами, як:

а) оператор;

б) засоби калібрування;

в) умови транспортування та зберігання;

г) параметри довкілля;

д) інтервал часу між вимірами.

Експериментальні дослідження повинні включати щонайменше 3 калібрування, що проводяться через рівні проміжки часу. Експериментальні дослідження проводяться за наявною чи розробленою методикою калібрування у встановлених умовах довкілля з урахуванням варіювання факторами внутрішньолабораторної прецизійності. Результати калібрування ОПК обробляються відповідно до формул (1.1) – (1.3).

Якщо умова стабільності виконується – ЗПК допускається проведення МЗВ.

2.2 Розробка методу оцінювання нестабільності приписаних значень ЗПК для допуску до МЗВ в галузі ЗЄВ

Якщо умова стабільності не виконується, координатор повинен оцінити нестабільність зразка, для чого повинен заповнити таблицю за формою табл. 2.1, для чого розширити обсяг експериментальних даних до чотирьох, а краще до шести калібрувань.

Примітка: нині, перевірки стабільності за формулами (1.1) - (1.2) проводиться у середньому 3 калібрування, проте запропонованих у цій роботі методів цієї кількості недостатньо, т.к. результати першого калібрування пропонується прийняти як приписані значення, а двох результатів, що залишилися, недостатньо для достовірної оцінки.

Приписане значення визначають при калібруванні номер 1. Дані наступних калібрування з другої по четверту (шосту) включно наводять для порівняння з приписаним значенням.

На підставі отриманих значень швидкості дрейфу ν_i розраховують середню швидкість дрейфу за L інтервалів між калібруваннями, що пройшли до моменту часу, що розглядається.

$$\bar{v}_{ik} = \frac{1}{L}\sum_{i=1}^{L} v_{ik}, \tag{2.3}$$

та складову невизначеності, що оцінюється за типом А

$$u(\bar{v}_{ik}) = \sqrt{\frac{1}{L\cdot(L-1)}\sum_{i=1}^{L}(v_{ik} - \bar{v}_{ik})^2}. \tag{2.4}$$

Таблиця 2.1

Визначення швидкості дрейфу приписаних значень зразка для перевірки кваліфікації в контрольній точці k

Порядковий номер калібрування		2	3	4	5
Дата калібрування		T_1	T_2	T_3	T_4
Інтервал між калібруванням ОПК, дні		$t_1=(T_1-T_0)$	$t_2=(T_2-T_1)$	$t_3=(T_3-T_2)$	$t_4=(T_4-T_3)$
Значення ОПК, од. величини	Приписане (порядковий номер калібрування 1, дата калібрування T_0)	y_{0k}	y_{0k}	y_{0k}	y_{0k}
Дійсно		y_{1k}	y_{2k}	y_{3k}	y_{4k}
Зміна приписаного значення за l-й МЗВ		$y_{1k}-y_{0k}$	$y_{2k}-y_{0k}$	$y_{3k}-y_{0k}$	$y_{4k}-y_{0k}$
Швидкість дрейфу, од. величини/день		$v_{1k}=(y_1-y_0)/t_1$	$v_{2k}=(y_2-y_0)/t_2$	$v_{3k}=(y_3-y_0)/t_3$	$v_{4k}=(y_4-y_0)/t_4$

Нижче до розгляду пропонуються варіанти обліку нестабільності ЗПК у вигляді введення поправки на швидкість дрейфу та її внеску в невизначеність вимірювань за прийнятої ймовірності p = 0,95. З цих варіантів і буде складено підсумкову модель перевірки стабільності ЗПК. Для можливості перевірки запропонованих варіантів введемо декілька основних припущень:

1) Нестабільність ЗПК може бути обумовлена деякою кількістю ефектів, на підставі яких виникають як випадкові короткочасні та постійні похибки, так і систематичні (але через те, що на даному етапі їх неможливо передбачити і отже – усунути, то робимо припущення, приймаючи їх також як випадкові).

2) Кореляція ефектів та їх похибок відсутня.

3) Передбачити або запобігти впливу всіх ефектів і появі похибок в рамках даної вимірювальної задачі не є можливим.

4) Якусь частину похибки від нестабільності можна усунути запровадженням поправки на нестабільність.

5) При здебільшого приймаємо розподіли випадкових величин рівномірними. Сумарний розподіл похибки/невизначеності, згідно з центральною граничною теоремою, приймаємо нормальним.

Примітки:

1) Необхідно розуміти, що оцінки дійсних значень каліброваного ЗПК отримують на основі повторних вимірів. Насправді при калібруванні різних ЗВ такі оцінки можуть бути сильно корельовані через використання тих самих засобів калібрування та методу вимірювань, тому необхідні подальші дослідження по даному напрямку і свідомий набір статистичних даних.

2) Статистична оцінка достовірності результатів процедури, що розробляється, не входить у дане дослідження, але підлягає подальшому вивченню та оцінці застосовності за рамками поточного дослідження.

2.2.1 Облік поправки на нестабільність та її невизначеності як функції лінійної залежності нестабільності від часу (метод 1)

Основним припущенням і те, що складова похибки/ невизначеності від тимчасової нестабільності ЗПК змінюється монотонно протягом експерименту. Поправку на дрейф приписаного значення ЗПК (в одиницях величини, що вимірюється) приймають рівною

$$\Delta t_j = \overline{v_i} \cdot t, \qquad (2.5)$$

де $t=(t_{j-\text{уч}}-t_{4(6)})$ інтервал часу, між датою останнього калібрування $t_{4(6)}$ і датою калібрування, зазначеною в протоколі j-того учасника МСІ $t_{j-\text{уч}}$ після останнього калібрування у днях.

Стандартну невизначеність цієї поправки (в одиницях вимірюваної величини) визначають як

$$u(\Delta t_j) = u(\overline{v_i}) \cdot t. \qquad (2.6)$$

Отримані оцінки середньої швидкості дрейфу приписаного значення і стандартної невизначеності середньої швидкості дрейфу приписаного значення надалі використовують визначення поправок до приписаного значення ЗПК.

Можливі варіанти внесення поправки:

1) Поправка вноситься до приписаного значення, а внесок невизначеності - до бюджету невизначеності протоколу калібрування (при цьому для кожного учасника протокол калібрування з приписаним значенням буде змінюватися щодо вихідного. Такий варіант хоч і можливий, але визнаний незручним при використанні з таких причин:

- приписане значення буде постійно різним від учасника до учасника;

- виникне необхідність регулярно перераховувати приписане значення та бюджет невизначеності приписаного значення, що збільшить трудомісткість обробки результатів МЗВ;

- збільшиться обсяг звітної документації за рахунок постійного перепризначення приписаного значення.

Можливо, мало б сенс після проведення експериментальних досліджень прийняти за повний термін реалізації програми МЗВ і на його основі розрахувати значення Δt_j і $u(\Delta t_j)$. Але і цей підхід має свої недоліки, можливі необґрунтовано завищені оцінки отриманої поправки на нестабільність та її невизначеності, а отже, висока ймовірність появи так званої помилки другого роду для учасників МЗВ. Високим є ризик визнати «хорошою» компетентність учасників МЗВ з «поганими» результатами, особливо якщо вони перебувають у числі перших за маршрутом доставки ЗПК.

2) Поправка вноситься до статистичного показника з метою оцінки результатів учасників. Даний варіант запровадження поправки та врахування її невизначеності в даній роботі розглядається на прикладі статистичного показника для оцінки результатів учасників En-індексу (рекомендованого для оцінки компетентності перевірочних та калібрувальних лабораторій) документами [2, 3].

Статистичний показник з оцінки результатів учасників, En-індекс, обчислюється кожному за наданого учасниками МЗВ результату вимірів. Вихідна формула розрахунку виглядає так

$$E_n = \frac{\mathrm{x}-\mathrm{X}}{\sqrt{U_{lab}^2+U_{ref}^2}}, \qquad (2.7)$$

де x - дійсне значення, визначене у лабораторії учасника МЗВ;

X - приписане значення, визначене в експертній лабораторії;

U_{lab} - розширена невизначеність вимірів значення x, одержаного в лабораторії учасника МЗВ;

U_{ref} - розширена невизначеність вимірювань значення X, одержаного в експертній лабораторії.

Пропонується модифікувати формулу, щоб врахувати поправку на нестабільність приписаного значення ЗПК та його невизначеність

$$E_n = \frac{\mathrm{x} - (\mathrm{X} + \Delta t_j)}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2 + (2 \cdot u(\Delta t_j))^2}}, \qquad (2.8)$$

де Δt_j - значення виправлення, визначене для j-того учасника МЗВ, в одиницях вимірюваної величини;

$u(\Delta t_j)$ - стандартна невизначеність значення виправлення, визначеного для j-того учасника МЗВ, в одиницях вимірюваної величини;

2 - коефіцієнт охоплення прийнятої ймовірності p=0,95 у припущенні нормального закону розподілу.

Передбачувані недоліки цього підходу аналогічні попередньому - необґрунтовано завищені значення отриманої поправки на нестабільність та її невизначеність та висока ймовірність появи так званої помилки другого роду для учасників МЗВ, але вже з числа останніх.

2.2.2 Облік поправки на нестабільність та її невизначеності як величини прийнятої за постійну на час проведення програми МЗВ (метод 2)

За основне прийнято припущення про симетричність розподілу нестабільності ЗПК щодо нуля та незмінності складової похибки/невизначеності за час реалізації програми МЗВ.

Пропонується поправку на дрейф приписаного значення ЗПК (в одиницях величини, що вимірюється) приймати рівною

$$\Delta t_c = \bar{v}_i \cdot t_c, \tag{2.9}$$

де $t_c = (t_{4(6)} - t_0)$ інтервал часу, між датою останнього калібрування $t_{4(6)}$ та датою калібрування для визначення приписаних значень ЗПК, у днях.

Стандартну невизначеність цієї поправки (в одиницях вимірюваної величини) визначати як

$$u(\Delta t_c) = u(\bar{v}_i) \cdot t_c. \tag{2.10}$$

У цьому випадку формула розрахунку для En-індексу виглядатиме так

$$E_n = \frac{x - (X + \Delta t_c)}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2 + (2 \cdot u(\Delta t_c))^2}}, \tag{2.11}$$

де Δt_c - значення виправлення, визначена за період проведення експериментальних досліджень, в одиницях вимірюваної величини;

$u(\Delta t_c)$ - стандартна невизначеність значення поправки за період проведення експериментальних досліджень в одиницях вимірюваної величини;

2 - коефіцієнт охоплення прийнятої ймовірності p=0,95 у припущенні нормального закону розподілу.

У цьому випадку кожен учасник МЗВ отримає рівні умови та невеликий запас за точністю щодо приписаного значення, який може нівелювати деякі непередбачувані короткочасні ефекти та при цьому не сильно вплинути на процедуру оцінки компетентності кожного учасника загалом.

2.3 Опис ЗПК та етапів реалізації програми Мзв засобів вимірювань фізико-хімічного складу та властивостей

2.3.1 Вибір ЗПК

Міжлабораторні звірювальні випробування у сфері забезпечення єдності вимірювань проводять перевірки кваліфікації учасника (під час проведення перевірочних і калібрувальних робіт), тобто. оцінювання характеристики функціонування учасника за заздалегідь встановленими критеріями відповідно до вимог [2]. Зразками контролю є: засіб вимірів, штучний об'єкт, стандартний зразок, частина устаткування, стандарт. Визначальними показниками у програмах МЗВ в ЗЄВ є дійсні значення або похибка (зміщення) та відповідні невизначеності результатів вимірів. Приписані значення встановлюються провайдером, як правило, до проведення раунду МЗВ у власних вимірювальних лабораторіях або, при необхідності, у лабораторіях метрологічних інститутів, які мають найкращі вимірювальні можливості.

Чинне законодавство про акредитацію [27] не містить вимог про проведення МЗВ лише акредитованими провайдерами, тому кожен провайдер щорічно крім ЗПК, що належать до галузі акредитації, проводить

так звані «пілотні» проекти, реалізуючи програми МЗВ на інших ЗПК, в яких зацікавлені споживачі.

У 2025 р. одним з таких «пілотних» проектів МЗВ як ЗПК застосовувався аналізатор концентрації парів етанолу в повітрі, що видихається АКПЕ-01-Мета модифікації АКПЕ-01.01М виконання АКПЕ-01.01М-01. Алкометр є ЗВ затвердженого типу, реєстраційний номер у 14543-17.

Вибір для цих досліджень впав на алкометр через те, що незважаючи на те, що алкометр позиціонується як ЗВ, він призначений для експресного вимірювання масової концентрації парів етанолу в відібраній пробі видихуваного повітря (тобто мається на увазі часте транспортування алкометра при використанні), але при пересиланні вилучався із програми МЗВ з метою ремонту.

Результати учасників показали найменший відсоток задовільних результатів під час перевірки їхньої компетентності щодо інших ЗПК, що використовуються у програмах у 2025 році. Виникла підозра, що це пов'язано з нестабільністю значень, які не вдалося виявити за стандартизованої перевірки алкометра на стабільність.

Зовнішній вигляд аналізатора концентрації парів етанолу в повітрі, що видихається АКПЕ-01-Мета модифікації АКПЕ-01.01М виконання АКПЕ-01.01М-01 представлений на рис. 2.2.



Рис. 2.2 Зовнішній вигляд аналізатора концентрації парів етанолу в повітрі, що видихається, АКПЕ-01-Мета модифікації АКПЕ-01.01М виконання АКПЕ-01.01М-01

Алкометр є автоматичним приладом циклічної дії. Принцип дії алкометра - інфрачервоний оптико-абсорбційний, заснований на вимірі поглинання інфрачервоного випромінювання парами етанолу у певній смузі спектра, виділеної інтерференційним фільтром (довжиною хвилі 3,4 мкм). Результати вимірювань та супроводжуючі повідомлення відображаються на індикаторі алкометра та можуть бути роздруковані на вбудованому у вигляді протоколу вимірювань на паперовому носії із зазначенням поточної дати, часу, заводського номера алкометра, дати його перевірки.

В алкометрі реалізований автоматичний режим відбору проби повітря та термостатування, для виключення конденсації парів етанолу та води на стінках газового тракту.

Алкометр має вбудоване програмне забезпечення із «середнім» рівнем захисту програмного забезпечення відповідно до [29].

Діапазони вимірювань і межі похибки (відповідає цільовій невизначеності) алкометра в залежності від температури навколишнього повітря представлені в табл. 2.3.

Таблиця 2.3

Межі допустимої похибки (відповідає цільовій невизначеності) алкометра залежно від температури навколишнього повітря

Температура навколишнього повітря, ºС	Межі допустимої похибки1	
абсолютної (в діапазоні вимірювань від 0,0002 до 0,200 мг/л)	відносною (в діапазоні вимірювань від 0,200 до 1,500 мг/л)	
св. 0,0 до 5,0 включ.	±0,027 мг/л	±13,5 %
св. 5,0 до 10,0 включ.	±0,025 мг/л	±12,5 %
св. 10,0 до 15,0 включ.	±0,023 мг/л	±11,5 %
св. 15,0 до 25,0 включ.	±0,020 мг/л	±10,0 %
св. 25,0 до 30,0 включ.	±0,023 мг/л	±11,5 %
св. 30,0 до 35,0 включ.	±0,025 мг/л	±12,5 %
св. 35,0 до 40,0 включ.	±0,027 мг/л	±13,5 %
Примітки: 1 Відповідає розширеній невизначеності за ймовірності 0,95 з коефіцієнтом охоплення k=2. 2 В алкометрі програмним способом встановлено мінімальний інтервал показань, що виводяться на індикатор аналізатора та паперовий носій у вигляді нульових показань: від 0,000 до 0,020 мг/л		

Незважаючи на те, що алкометр є ЗВ затвердженого типу і забезпечений методикою перевірки, як варіант реалізації вимоги до визначення приписаних значень [2] в якості керівного документа обрана методика калібрування, що забезпечує виконання завдань, поставлених перед калібрувальником замовником. Вибір обумовлений тим фактором, що калібрування є добровільною та універсальною метрологічною процедурою, яка може бути застосована як до ЗВ затвердженого типу, так і до ЗВ незатвердженого типу.

Перед координатором під час реалізації програми МЗВ, до відправки ЗПК учасникам МЗВ, поставлено завдання - визначення приписаних значень величин, визначених у вигляді калібрування ЗПК, перевірка на метрологічну придатність з метою МЗВ (тобто. перевірка стабільності) і допуск ЗПК до МЗВ.

У реальному житті для калібрування використовуються методики перевірки для цього ж або аналогічного ЗВ, але для нетривіальних завдань методику калібрування доводиться розробляти спеціально. Повертаючись до вимог [2] приписане значення, при реалізації програми МЗВ в галузі ЗЄВ, має в обов'язковому порядку мати метрологічну простежуваність і мати інформацію про невизначеність вимірювань.

Сучасні вимоги до змісту та викладу методик калібрування засобів вимірювань встановлені в [30] та відповідають вимогам до забезпечення приписаних значень необхідною інформацією.

Для результатів вимірів інформація про невизначеності грає найважливішу роль. Сформований бюджет невизначеності вимірів дозволяє проаналізувати джерела невизначеності, врахувати чи виключити можливі невизначеності.

Для реалізації програми МЗВ алкометра виникла потреба у розробці методики калібрування, яка відповідала б наступним завданням:

- отримання приписаного значення з невизначеністю вимірювань;

- забезпечення простежуваності приписаного значення;

– підготовки прозорого та обґрунтованого алгоритму оцінки невизначеності вимірювань, запропонованого учасникам МЗВ як рекомендований (оцінка невизначеності вимірювань викликає найбільші труднощі в учасників МЗВ), при цьому учасники мають право використовувати власний алгоритм оцінки невизначеності вимірювань.

Для цілей калібрування алкометра з вимірювальних можливостей ДП «Укрметртестстандарт» було обрано засоби калібрування, представлені у таблиці 2.4.

Таблиця 2.4

Засоби калібрування алкометрів

Найменування засобу калібрування	Найменування засобу калібрування	Метрологічні та технічні характеристики
	діапазон вимірів	похибка
Генератор газових сумішей парів етанолу в повітрі GUTH 10-4D (далі - генератор)	від 40 до 80 мг/м^3	межі абсолютної похибки відтворення масової концентрації етанолу, що допускається, в газових сумішах ±4 мг/м^3
	від 40 до 80 мг/м^3	межі абсолютної похибки відтворення масової концентрації етанолу, що допускається, в газових сумішах ±4 мг/м^3
Термогігрометр ІВА-6А-Д	відносної вологості від 0 до 90%	межі допустимої абсолютної похибки ±2 %
	температури від -20 до +60 °С	межі допустимої абсолютної похибки ±0,3 °С
	атмосферного тиску від 70 до 110 кПа	межі допустимої абсолютної похибки ±2,5 кПа
ДСТУ 4273:2003 — Повітря для дихання	об'ємна частка кисню 20,5%	межі допустимої абсолютної похибки ±1,0 %
ДСТУ 2826-94 — Азот газоподібний	об'ємна частка азоту не менше 99,9994%	-
ДСТУ 4178-2003 — Стандартні зразки складу речовин та матеріалів.	інтервал допустимих (номінальних) атестованих значень від 0,10 до 6,0 мг/см^3	межі відносної похибки (P = 0,95) ± 1,0* % *відповідає відносної розширеної невизначеності при коефіцієнті охоплення k = 2

Таблиця 2.4

Засоби калібрування алкометрів

Найменування засобу калібрування	Метрологічні та технічні характеристики	
	діапазон вимірювань	похибка
Ротаметр РМ-0,63 ГУЗ (або РМ-1 ГУЗ) згідно з ДСТУ EN ISO 20456:2021 «Витратоміри змінного перепаду тиску. Загальні вимоги»	верхня межа вимірювань об'ємної витрати 0,63 $м^3$/год (1,0 $м^3$/год)	межі допустимої відносної похибки вимірювань ± 2,5 % від верхньої межі вимірювань
Кліматична камера будь-якого типу	Діапазон підтримки та відтворення температур від мінус 10 до плюс 40 °С	допустиме відхилення температури від встановленого значення ±2 °С
Вентиль точного регулювання ВТР-1 або ВТР-1-М160	діапазон робочого тиску від 0 до 150 $кгс/см^2$ діаметр умовного проходу 3 мм	
Трубка з полівінілхлориду	6×1,5 мм	
Вода дистильована	відповідно до ДСТУ EN 13060:201	

Примітки:

1 Генератори застосовують у комплекті з державними стандартними зразками складу водних розчинів етанолу ВРЕ-2 (ДСТУ 4178:2003). Як джерело повітря використовується перевірочний нульовий газ - повітря у балонах під тиском.

2 При проведенні калібрування допускається застосування інших засобів вимірювань, стандартних зразків і газових сумішей, що забезпечують визначення метрологічних характеристик алкометра, що калібрується, з необхідною точністю

Для забезпечення простежуваності, еталони та засоби вимірювань, що застосовуються для калібрування алкометра, мають свідоцтва про атестацію (для еталонів) та свідоцтва про повірку (для засобів вимірювань).

В рамках даної роботи було розроблено документ на методику калібрування МК 31-60-2025 «Аналізатори концентрації парів етанолу в повітрі, що видихається. Методика калібрування» (далі – МК).

При розробці документа на методику калібрування було прийнято ймовірність $p = 0,95$ і припущення, що якщо достовірно про закон розподілу ймовірності випадкової величини (ЗРВВ) є невідомим, приймаємо ЗРВВ нормальним.

2.3.2 Встановлення приписаних значень похибки та невизначеності вимірювань масової концентрації парів етанолу в відібраній пробі видихуваного повітря та контроль стабільності приписаного значення стандартизованим методом

Приписані значення відносної похибки вимірів масової концентрації етанолу в орієнтовних контрольних точках (КТ): 0 мг/см^3; (0,129±0,013) мг/см^3; (0,386±0,039) мг/см^3; (1,22±0,12) мг/см^3; (2,83±0,282) мг/см^3; (3,86±0,39) мг/см^3 та відповідні невизначеності встановлені відповідно до методики калібрування МК 31-60-2025 акредитованої лабораторії: відділу теплотехнічних та фізико-хімічних засобів вимірювань ДП «Укрметртестстандарт».

Експеримент із перевірки стабільності ЗПК проводився в умовах відтворюваності протягом 3 місяців (квітень, травень, жовтень 2025 р.). Результати кожного дослідження відображено у протоколах калібрування,.

Результати досліджень ОПК в умовах відтворюваності відображені у таблиці 2.5.

Таблиця 2.5

Результати досліджень ОПК в умовах відтворюваності

Атестоване значення масової концентрації етанолу, °С, мг/см^3	Справжнє значення відносної похибки вимірювань масової концентрації етанолу, %		
	квітень 2025	травень 2025	червень 2025
0	0	0	0
0,12 ±1,0 %	0,87	0,56	-1,39
0,385 ±1,0 %	-1,92	2,08	3,21
1,35 ±1,0 %	-2,46	2,68	-0,25
2,19 ±1,0 %	-1,21	1,05	0,31
3,86 ±1,0 %	-13,90	-11,84	-12,71

Критерії перевірки стабільності розраховувалися за формулою (1.2) та представлені у табл. 2.6.

Таблиця 2.6

Значення критеріїв перевірки стабільності ЗПК у КТ

Атестоване значення масової концентрації етанолу, °С, мг/см^3	Межі допустимої похибки вимірювань масової концентрації етанолу, δ_E,%	Критерій перевірки стабільності, $0{,}1 \cdot \delta_E$, %
0	10,00	1,00
0,12 ±1,0 %	16,70	1,70
0,385 ±1,0 %	10,00	1,00
1,35 ±1,0 %	10,00	1,00
2,19 ±1,0 %	10,00	1,00
3,86 ±1,0 %	10,00	1,00

Результати перевірки стабільності ОПК наведено у табл. 2.7.

Таблиця 2.7

Результати перевірки стабільності ОПК за період квітень-червень 2025 р.

Атестоване значення масової концентрації етанолу, мг/см^3	$\bar{y}_1$, %	$\bar{y}_2$, %	$\lvert\bar{y}_1 - \bar{y}_2\rvert$, %	δ_E, %	$0{,}1 \cdot \delta_E$, %	Перевірка умови (1.1)
0	0	0	0	10,00	1,00	вик.
0,12 ±1,0 %	1,0	0,01	0,99	16,70	1,67	вик.
0,385 ±1,0 %	1,0	1,12	-0,12	10,00	1,00	вик.
1,35 ±1,0 %	1,0	-0,01	1,01	10,00	1,00	вик.
2,19 ±1,0 %	1,0	0,05	0,95	10,00	1,00	вик.
3,86 ±1,0 %	1,0	-12,82	13,82	10,00	1,00	не вик.

За період квітень-червень 2025 р. статистично значуща зміна дослідження стабільності виявлено лише точки 3,86 мг/см^3. Відповідно до чинного порядку перевірки стабільності у ДП «Укрметртестстандарт» ця

контрольна точка не допущена до проведення МЗВ. За рештою контрольних точок статистично значних змін виявлено.

Отримані внаслідок експериментальних досліджень ЗПК дійсні значення відносної похибки та відповідні їм відносні розширені невизначеності наведені у табл. 2.8.

У рамках цієї роботи було проведено додаткові дослідження оцінки стабільності алкометра під час проведення раунду, т.к. алкометр показав низьку надійність при транспортуванні, внаслідок якої зазнав ремонту. Критерії перевірки стабільності використані раніше розраховані.

Таблиця 2.8

Справжнє значення відносної похибки вимірювань масової концентрації етанолу ЗПК

№ КТ	Справжнє значення відносної похибки вимірювань масової концентрації етанолу, %	Розширена відносна невизначеність вимірювань, (P= 0,95, k=2), %
1	0	0,36
2	0,87	17,58
3	-1,92	4,33
4	-2,46	2,34
5	-1,21	1,85

Як $\bar{y}_1$ було взято середнє арифметичне значення за період квітень-червень 2025 р., середнє арифметичне значення $\bar{y}_2$, отримували за квітень-листопад 2025 р. Результати перевірки стабільності ЗПК наведено у табл. 2.9.

Таблиця 2.9

Перевірка стабільності ОПК після ремонту

^{o}C , мг/см3	$\bar{y}_1$, %	$\bar{y}_2$, %	$\lvert\bar{y}_1 - \bar{y}_2\rvert$, %	δ_E, %	$0{,}1 \cdot \delta_E$, %	Перевірка умови
0,00	0,00	0,00	0,00	10,00	1,00	вик.
0,12 ±1,0 %	0,01	0,23	-0,21	16,70	1,70	вик.
0,385 ±1,0 %	1,12	1,23	-0,11	10,00	1,00	вик.
1,35 ±1,0 %	-0,01	-0,27	0,26	10,00	1,00	вик.
2,19 ±1,0 %	0,05	-0,23	0,28	10,00	1,00	вик.

2.3.3 Обробка результатів МЗВ за стандартизованими критеріями оцінки

Учасниками МЗВ були лабораторії, які здійснюють перевірку або калібрування засобів вимірювань масової концентрації парів етанолу у повітрі, що видихається. Кожному учаснику доставляли ЗПК, копію експлуатаційної документації на ЗПК, інструкцію для учасника міжлабораторних звіряльних випробувань. Доставка ЗПК кожному учаснику відповідно до заявок на участь у МЗВ здійснювалася транспортною компанією відповідно до цивільно-правового договору з провайдером. У міру надходження нових заявок маршрут коригувався у процесі раунду.

Учасники проводили випробування ЗПК відповідно до документа МП-242-2087-2000 [31], отримуючи п'ять результатів вимірювань у кожній контрольній точці. Випробувань за власними документами на методику калібрування, що діє на підприємстві, - учасника міжлабораторних звіряльних випробувань не зафіксовано. Простежуваність вимірів при МЗВ

забезпечувалася з допомогою використання учасниками засобів вимірів, які пройшли перевірку у встановленому порядку.

Як критерій оцінювання результатів МЗВ використовувався En-індекс (2.28). Для інтерпретації параметрів функціонування учасників критичним значенням є 1,0.

Значення $|En| \leq 1,0$ вказує на задовільну характеристику функціонування та не вимагає виконання дій;

Значення $|En| > 1,0$ вказує на незадовільну характеристику функціонування та вимагає виконання дій.

Результати учасників та значення En-індексу наведено в табл. 2.11.

Для наочності результати МЗВ аналізатора концентрації парів етанолу в повітрі, що видихається АКПЕ-01-Мета модифікації АКПЕ-01.01М виконання АКПЕ-01.01М-01 узагальнені та представлені в табл. 2.12.

Таблиця 2.11

Результати учасників МЗВ

Номер КТ	Справжнє значення відносної похибки вимірювань масової концентрації етанолу, %	Розширена відносна невизначеність вимірювань, % ($k = 2$, $P = 0,95$)	Значення En	Висновок
1	2	3	4	5
Кодовий номер учасника – МСІ-05-алкометр/2025-01				
4	-1,19	5,94	0,2	задов.
5	-4,16	5,94	-0,5	задов.

Продовження табл. 2.11

1	2	3	4	5
Кодовий номер учасника – МСІ-05-алкометр/2025-02				
4	-6,15	3,14	-0,9	задов.
5	-7,60	1,49	-2,7	незадов.
Кодовий номер учасника – МСІ-05-алкометр/2025-03				
4	4,00	7,76	0,8	задов.
5	4,00	6,33	0,8	задов.
Кодовий номер учасника – МСІ-05-алкометр/2025-04				
4	-1,40	3,03	0,3	задов.
5	-8,70	3,02	-2,1	незадов.
Кодовий номер учасника – МСІ-05-алкометр/2025-05				
4	-1,09	2,66	-0,4	задов.
5	3,54	1,48	-2,0	незадов.
Кодовий номер учасника – МСІ-05-алкометр/2025-06				
4	1,50	3,23	1,0	незадов.
5	-2,60	3,62	-0,3	задов.
Кодовий номер учасника – МСІ-05-алкометр/2025-07				
4	4,01	20,17	0,3	задов.
5	-2,75	12,79	-0,1	задов.
Кодовий номер учасника – МСІ-05-алкометр/2025-08				
4	-0,46	5,87	0,3	задов.
5	-2,53	5,88	-0,2	задов.
Кодовий номер учасника – МСІ-05-алкометр/2025-09				
4	7,50	3,20	2,5	незадов.

Для наочності результати МЗВ аналізатора концентрації парів етанолу в повітрі, що видихається АКПЕ-01-Мета модифікації КПЕ-01.01М виконання КПЕ-01.01М-01 узагальнені та представлені в табл. 2.12.

Таблиця 2.12

Узагальнені результати МЗВ

Інформація про отримані результати випробувань		Значення
Контрольна точка 4: приписане значення		-2,46 %
Результат випробувань	Максимальний	7,50 %
	Мінімальний	-6,15 %
Число результатів вимірів, отриманих від учасників МЗВ	Усього	9
	Задовільних	7
	Незадовільних	2
	Відсоток задовільних результатів	78
Контрольна точка 5: приписане значення		-1,21%
Результат випробувань	Максимальний	-8,70 %
	Мінімальний	-2,53 %
Число результатів вимірів, отриманих від учасників МЗВ	Усього	8
	Задовільних	5
	Незадовільних	3
	Відсоток задовільних результатів	62,55 %

2.4 Перевірка застосування запропонованої моделі оцінювання стабільності ЗПК для проведення міжлабораторних звіряльних випробувань у галузі забезпечення єдності вимірювань на прикладі результатів МЗВ алкометра

Для отримання оцінок швидкості дрейфу (%/день), середньої швидкості дрейфу (%/день) та стандартної невизначеності (за типом А) середньої швидкості дрейфу (%/день) використано дані табл. 2.5. Результати цих оцінок представлені в табл. 2.13.

Таблиця 2.13

Оцінки показників нестабільності

Порядковий номер калібрування		2	3	4
Дата калібрування		07.05.2025	13.06.2025	-
Інтервал між калібруванням ОПК, дні		35	37	-
Контрольна точка № 4				
Значение ЗПК, %	приписане (порядковий номер калібрування 1, дата калібрування $T0$ 02.04.2025)	-2,46	-2,46	-
дійсне		2,68	-0,25	-
Зміна приписаного значення за l-й МКІ, %		5,14	2,21	-
Швидкість дрейфу, %/день		0,147	-0,007	-
Середня швидкість дрейфу значення, %/день			0,070	
Стандартна невизначеність (за типом А) середньої швидкості дрейфу, %/день			0,062	
Контрольна точка № 5				
Значення ЗПК, %	приписане (порядковий номер калібрування 1, дата калібрування T_0 02.04.2025)	-1,21	-1,21	-
дійсне		1,05	0,31	-
Зміна приписаного значення за l-й МКІ, %		2,26	1,52	-
Швидкість дрейфу, %/день		0,065	0,008	-
Середня швидкість дрейфу значення, %/день			0,036	
Стандартна невизначеність (за типом А) середньої швидкості дрейфу, %/день			0,023	

Проаналізувавши отримані результати оцінок поправки та її невизначеності, можна звернути увагу на досить великий «розкид» швидкості дрейфу за різні інтервали між повірками, це зумовлено факторами технічної складності алкометра і реалізованого методу вимірювань масової концентрації етанолу в повітрі, що видихається, який, з точки зору отримання результатів вимірювань, «прямим» методом вимірювань можна назвати тільки умовно.

Очевидно, що для дійсно прямих методів вимірювань, наприклад таких, як вимірювання довжини за допомогою штангенциркуля, тиску, за допомогою манометра і т.д., отримані результати оцінок поправки на дрейф та її невизначеності будуть нижчими і «відтворюванішими».

Також хочеться звернути увагу на недостатність кількості результатів калібрувань (поточного прикладу) для отримання оцінки середнього арифметичного результату калібрування. Таку малу кількість результатів неможливо перевірити наявність викидів, і відповідно судити у тому, наскільки повно даними результатами охоплено процес зміни приписаного значення у часі.

Таким чином, для проведення оцінювання поправки на дрейф та її невизначеності трьох калібрування під час перевірки стабільності явно недостатньо.

2.4.1 Обробка результатів МЗВ із застосуванням методу обліку поправки на нестабільність та її невизначеності, як функції лінійної залежності нестабільності від часу

Для розрахунку використано дані таблиці 13, розрахунок проводився за формулами (2.26), (2.27). Виправлення та її невизначеність наводилися поправки до інтервалу часу проведення (тривалості) програми МЗВ 268 днів. Результати оцінювання представлені у таблиці 2.14 .

Таблиця 2.14

Результати оцінювання нестабільності, наведені до інтервалу часу проведення (тривалості) програми МЗВ 268 днів

Характеристики нестабільності алкометра	КТ 4	КТ 5
Виправлення на дрейф, %	18,77	9,78
Стандартна невизначеність виправлення на дрейф, %	16,81	6,15

Можна узагальнити отримані результати:

- значення отриманої поправки на нестабільність та її невизначеності необґрунтовано завищені;

- запровадження такої поправки автоматично всі результати, подані учасниками, визнає задовільними, що зробить перевірку компетентності неефективною.

Для випробування варіанта з приведенням поправки до інтервалу часу між датою останнього калібрування експерименту з перевірки стабільності та датою проведення вимірювань учасником необхідні точні відомості про дати проведення калібрування учасниками МЗВ, ці дані взяті з протоколів учасників і зведені в табл. 2.15.

Таблиця 2.15

Відомості про учасників МЗВ

Місто учасника	Кодовий номер учасника	Дата проведення випробувань	Інтервал часу*
м. Київ	МСІ-05-алкометр/2025-01	16.07.2025	33
м. Харків	МСІ-05-алкометр/2025-02	23.07.2025	40
м. Одеса	МСІ-05-алкометр/2025-03	19.08.2025	67
м. Дніпро	МСІ-05-алкометр/2025-04	05.09.2025	84
м. Львів	МСІ-05-алкометр/2025-05	20.09.2025	99
м. Запоріжжя,	МСІ-05-алкометр/2025-06	03.10.2025	112
м. Вінниця	МСІ-05-алкометр/2025-07	16.10.2025	125
м. Чернівці	МСІ-05-алкометр/2025-08	13.11.2025	183
м. Миколаїв	МСІ-05-алкометр/2025-09	26.11.2025	196
*між датою останнього калібрування експерименту з перевірки стабільності та датою учасника			

Обчислення поправок та невизначеностей до них проводилося за формулами (2.26), (2.27). Результати розрахунку поправки для першого та останнього учасника наведено у табл. 2.16.

Таблиця 2.16

Результати розрахунку поправки на нестабільність ЗПК для першого та останнього учасника МЗВ

Кодовий номер учасника	Характеристики нестабільності алкометра	КТ 4	КТ 5
MCI-05-алкометр/2025-01	Середня швидкість дрейфу значення %/день	2,310	1,188
	Стандартна невизначеність (за типом А) середньої швидкості дрейфу, %/день	2,046	0,759
…			
MCI-05-алкометр/2025-09	Середня швидкість дрейфу значення %/день	13,72	7,06
	Стандартна невизначеність (за типом А) середньої швидкості дрейфу, %/день	12,15	4,51

Проаналізувавши отримані результати, можна дійти невтішного висновку, що це варіант так само неприйнятний для складних технічно ЗПК, типу алкометра, т.к. оцінки визначених показників нестабільності теж виходять завищеними.

Висновок: метод обліку поправки на нестабільність та її невизначеності як функції лінійної залежності нестабільності від часу не ефективний для оцінки нестабільності алкометра і не застосовний до даної вимірювальної задачі.

2.4.2 Обробка результатів МЗВ із застосуванням методу обліку поправки на нестабільність та її невизначеності як величини прийнятої за постійну на час проведення програми МЗВ

Для розрахунку використані дані табл. 2.13, розрахунок проводився за формулами (2.30), (2.31) та приводився до тривалості експериментальних досліджень 77 днів.

Поправка вносилася до статистичного показника для оцінки результатів учасників за формулою (2.32). Результати учасників МЗВ з урахуванням введеної значення En – індексу поправки на нестабільність та її невизначеності представлені у табл. 2.17.

Таблиця 2.17

Результати учасників МЗВ з урахуванням введеної в значення En - індексу поправки на нестабільність та її невизначеності

Номер КТ	Справжнє значення відносної похибки вимірювань масової концентрації етанолу, %	Розширена відносна невизначеність вимірювань, % (k = 2, P = 0,95)	Значення En	Висновок
1	2	3	4	5
Кодовий номер учасника – МСІ-05-алкометр/2025-01				
4	-1,19	5,94	-0,53	задов.
5	-4,16	5,94	-0,85	задов.

Продовження табл. 2.17

1	2	3	4	5
Кодовий номер учасника – МСІ-05-алкометр/2025-02				
4	-6,15	3,14	-1,77	**незадов.**
5	-7,60	1,49	-3,0	незадов.
Кодовий номер учасника – МСІ-05-алкометр/2025-03				
4	4,00	7,76	0,16	задов.
5	4,00	6,33	0,38	задов.
Кодовий номер учасника – МСІ-05-алкометр/2025-04				
4	-1,40	3,03	-0,82	задов.
5	-8,70	3,02	-2,53	незадов.
Кодовий номер учасника – МСІ-05-алкометр/2025-05				
4	-1,09	2,66	-0,79	задов.
5	3,54	1,48	0,72	**задов.**
Кодовий номер учасника – МСІ-05-алкометр/2025-06				
4	1,50	3,23	-2,22	**задов.**
5	-2,60	3,62	0,89	задов.
Кодовий номер учасника – МСІ-05-алкометр/2025-07				
4	4,01	20,17	0,07	задов.
5	-2,75	12,79	-0,32	задов.
Кодовий номер учасника – МСІ-05-алкометр/2025-08				
4	-0,46	5,87	-0,43	задов.
5	-2,53	5,88	-0,61	задов.
Кодовий номер учасника – МСІ-05-алкометр/2025-09				
4	7,50	3,20	0,99	**задов.**
Примітка – жирним шрифтом виділено результати перевірки, відмінні від результатів представлених у табл. 2.11				

У табл. 2.18 представлені результати МЗВ, отримані стандартизованим методом і з введеною поправкою для їхнього зіставлення за запропонованим методом 2.

Таблиця 2.18

Порівняння узагальнених результатів МЗВ без введення поправки на нестабільність та її невизначеності та з поправкою

Інформація про отримані результати випробувань		Введення поправки на нестабільність	
Ні		Так	
Приписане значення ЗПК в контрольній точці 4		-2,46 %	
Число результатів вимірів, отриманих від учасників МЗВ	Всього	9	9
	Задовільних	7	8
	Незадовільних	2	1
	Відсоток задовільних результатів	78 %	89 %
Приписане значення ЗПК в контрольній точці 5		-1,21%	
Число результатів вимірів, отриманих від учасників МЗВ	Всього	8	8
	Задовільних	5	6
	Незадовільних	3	2
	Відсоток задовільних результатів	63 %	75 %

Для наочності порівняння узагальнених результатів МЗВ без введення поправки на нестабільність та її невизначеності та з поправкою відображено за допомогою гістограми, представленої на рис. 2.3.

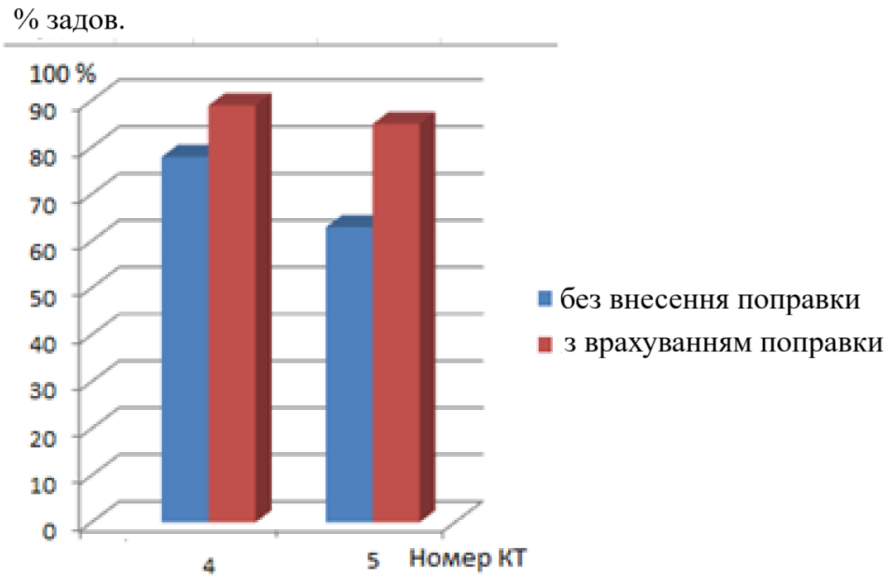


Рис. 2.3 – Гістограма співвідношення результатів стандартизованого та запропонованого методів

Висновки по розділу

У другому розділі магістерської кваліфікаційної роботи запропоновано метод МЗВ з поправкою на нестабільність та її невизначеності. Запропонований метод було використано для оцінювання стабільності ЗПК при проведенні міжлабораторних звіряльних випробувань у галузі забезпечення єдності вимірювань на прикладі результатів МЗВ алкометра. Було проведено порівняльний аналіз результатів отриманих стандартизованим методом і методом з введеною поправкою, який показав ефективність запропонованого методу.

Показано підвищення задовільних результатів МЗВ при застосуванні запропонованого методу для КТ 4 та 5 на 11 % та 12 % відповідно.

РОЗДІЛ 3 АНАЛІЗ ОТРИМАНИХ РЕЗУЛЬАТІВ

На підставі проведеного в першому розділі аналізу існуючих методів оцінки нестабільності ЗВ запропоновано два варіанти оцінки нестабільності ЗПК: методу, що передбачає облік поправки на нестабільність та її невизначеності, як функції лінійної залежності нестабільності від часу та методу обліку поправки на нестабільність та її невизначеності, як величини прийнятої за постійну на час проведення МЗВ.

Для перевірки можливості застосування цих методів використані реальні результати вимірювань, отримані при виконанні програми МЗВ аналізатора концентрації парів етанолу в повітрі, що видихається в 2025 р. Проведено порівняльний аналіз запропонованих методів оцінки та обліку нестабільності ЗПК на одних і тих же результатах:

- показано повну незастосовність першого методу для алкометра зокрема (і складних ЗВ загалом) за рахунок дуже завищених оцінок характеристик нестабільності приписаних значень.

– показано можливість застосування другого методу для алкометра зокрема (і складних ЗВ загалом). Відзначено підвищення задовільних результатів МЗВ при застосуванні другого методу для КТ 4 та 5 на 11 % та 12 % відповідно.

Таким чином, модель перевірки стабільності та кількісної оцінки нестабільності ЗВ, що використовується як ЗПК при МЗВ у ДП «Укрметртестстандарт», запропонована та випробувана на реальному прикладі.

Як результат складено логічну модель перевірки стабільності ЗПК у процесі проведення МЗВ в області ЗЄВ, яку представлено на рис. 3.1.

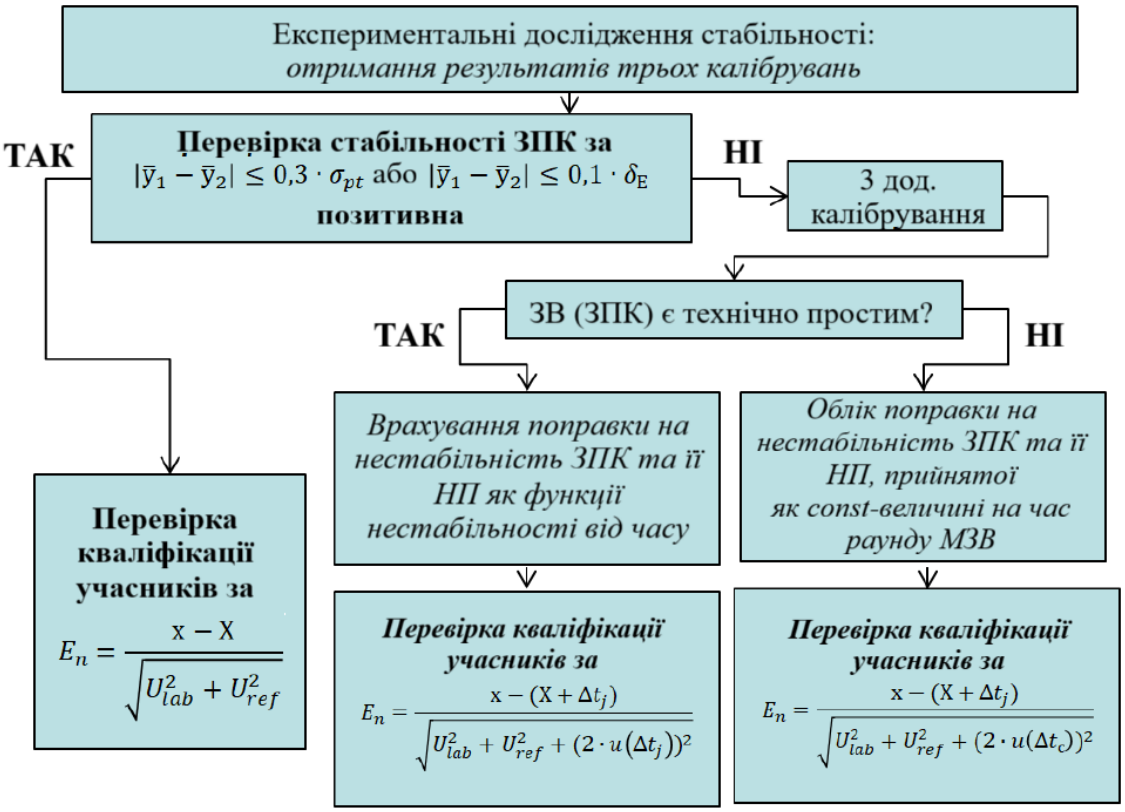


Рис. 3.1 Логічна модель перевірки стабільності ЗПК у процесі проведення МЗВ в галузі ЗЄВ

Висновки по розділу

У третьому розділі магістерської кваліфікаційної роботи встановлено, що досліджувані значення нестабільності ЗПК, можливо визначати з прийнятною для цілей МЗВ ефективністю при прийнятній тривалості експерименту (2 - 3 місяці). Обов'язковими умовами є проведення додаткової серії калібрування та перевірка отриманих результатів вимірювань на викиди.

Розроблена процедура дозволить забезпечити єдність та сталість розуміння цілей, завдань, процесів та процедур щодо забезпечення якості під час проведення перевірки стабільності ЗПК у процесі проведення МЗВ в галузі ЗЄВ.

ВИСНОВКИ

Магістерську кваліфікаційну роботу було присвячено розробці та дослідженню моделі перевірки стабільності та оцінки нестабільності зразків у галузі забезпечення єдності вимірювань.

Аналіз чинної нормативної документації показав, що існуючі алгоритми оцінки стабільності ЗПК для МЗВ орієнтовані на зразки речовин і матеріалів, і в області ЗЄВ часто не реалізуються на практиці.

На підставі проведеного огляду методів та цілей оцінки стабільності засобів вимірювань було обрано метод оцінки нестабільності ЗКП в області ЗЄВ, як оцінки дрейфу МХ ЗВ у часі.

Запропоновано технічні рішення обліку поправки на нестабільність ЗПК та її невизначеності в оцінці результатів учасників МЗВ.

4) Розроблено процедури організації перевірки стабільності ЗПК МЗВ в галузі ЗЄВ, засновані на кількісній оцінці нестабільності засобу вимірювань, що використовується як ЗПК при МЗВ, її обліку в бюджеті невизначеності вимірювань.

5) Практична реалізація розроблених процедур на прикладі результатів МЗВ аналізатора концентрації парів етанолу в повітрі, що видихається, підтвердила обґрунтованість даних технічних і методичних рішень, що забезпечують підвищення достовірності результатів МЗВ і, як наслідок, поліпшення якості роботи провайдера МЗВ. Відзначено підвищення задовільних результатів МЗВ при застосуванні другого методу для КТ 4 та 5 на 11 % та 12 % відповідно.

В даний час ведуться роботи з розроблення локального нормативного документа з проведення перевірки стабільності ЗПК для МЗВ в області ЗЄВ на основі розробленої в даній роботі моделі, що дозволить забезпечити єдність та сталість розуміння цілей, завдань, процесів та процедур щодо забезпечення

якості під час перевірки стабільності ЗПК при проведенні перевірки кваліфікації за допомогою МЗВ в галузі ЗЄВ; розподіл обов'язків, відповідальність виконавців та взаємодію при виконанні окремих функцій.

ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ

1 ILAC – P9:06/2014 ILAC Policy for Participation in Proficiency Testing Activities.

2. ДСТУ EN ISO/IEC 17043:2017 : Оцінка відповідності. Загальні вимоги до перевірки професійного рівня (EN ISO/IEC 17043:2010; ISO/IEC 17043:2010, IDT).

3. ДСТУ ISO 13528:2020 Повна назва: Статистичні методи. Використання під час перевірки кваліфікації за допомогою міжлабораторних порівнянь (ISO 13528:2015, IDT).

4. Чуєнко О.І. Як провести міжлабораторні порівняння методів випробувань // Проблеми технічного регулювання. — 2021. — №2. — С. 45–50.

5. ДП «УкрНДНЦ» ДСТУ EN ISO/IEC 17043:2017 — Оцінка відповідності. Загальні вимоги до перевірки професійного рівня — Київ: УкрНДНЦ, 2017. — 28 с. (Ідентичний переклад ISO/IEC 17043:2010)

6. ДП «УкрНДНЦ» ДСТУ ISO 13528:2020 — Статистичні методи. Використання при перевірці професійного рівня за допомогою міжлабораторних порівнянь — Київ: УкрНДНЦ, 2020. — 64 с.

7. ДСТУ ISO/IEC Guide 99:2009: Метрологія. Міжнародний словник з метрології. Основні та загальні поняття та пов’язані з ними терміни (VIM) (ISO/IEC Guide 99:2007, IDT).

8. Чуєнко О.І. Методика оцінювання метрологічної надійності засобів вимірювальної техніки // Вісник Вінницького національного технічного університету. — 2017. — № 1. — С. 108–113.

9. Кравченко О.В., Кравченко В.В. Алгоритм оцінювання індивідуальної метрологічної надійності засобів вимірювальної техніки // Вимірювальна техніка та метрологія. — 2017. — № 4(74). — С. 121–126.

10. Гордієнко В.І., Ковальчук В.В. Методологія оцінки невизначеності вимірювань як складова метрологічної надійності // Вісник Харківського національного університету імені В.Н. Каразіна. Серія: Технічні науки. — 2022. — № 37. — С. 45–52.

11. JCGM 100:2008 Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM). — Joint Committee for Guides in Metrology, 2008. — 120 p. https://www.bipm.org/en/publications/guides/gum

12. BIPM, OIML, IEC, ISO. International Vocabulary of Metrology — Basic and General Concepts and Associated Terms (VIM). — 3rd edition. — JCGM 200:2012. — 108 p.

13. ДСТУ ISO 13528:2020 — «Статистичні методи. Використання при перевірці професійного рівня за допомогою міжлабораторних порівнянь»

14. МІ 1832-88 Методичні вказівки. Державна система забезпечення єдності вимірів. Звірення груп засобів перевірки однакового рівня точності. Основні правила. - К.: Видавництво стандартів, 1989. (Не діє).

15. ДСТУ EN ISO/IEC 17043:2017 Оцінка відповідності. Загальні вимоги до перевірки професійного рівня (ISO/IEC 17043:2010, IDT)

16. Chen, W., Wang, Y., & Zhang, L. Reliability evaluation of measurement systems using uncertainty and failure analysis // Measurement. — 2020. — Vol. 159. — Article 107789. DOI:10.1016/j.measurement.2020.107789

17. Kacker, R. N., & Sommer, K. D. Metrological reliability: Definition and evaluation // Metrologia. — 2007. — Vol. 44, No. 5. — P. 513–520. DOI: 10.1088/0026-1394/44/5/006

18. ДСТУ 8.381:2008 — «Державна система забезпечення єдності вимірювань. Еталони. Способи вираження точності»

19. ДСТУ 3410-96 Метрологія. Основні терміни та визначення.

20. ДСТУ EN ISO/IEC 17025:2019 Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій.

22. ДСТУ EN ISO/IEC 17043:2017 Оцінка відповідності. Загальні вимоги до перевірки професійного рівня.

23. Наказ Мінекономрозвитку України № 193 від 02.03.2016 Про затвердження Порядку здійснення державного метрологічного нагляду.

24. ISO/TR 22971:2005 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Practical guidance for the use of ISO 5725 parts 1 and 2

25. ДСТУ ISO 13528:2020: Статистичні методи. Використання при перевірці професійного рівня за допомогою міжлабораторних порівнянь

26. ДСТУ 3974-2000 Системи технічної діагностики

27. Закон України «Про акредитацію органів з оцінки відповідності» № 2407-III від 17 травня 2001 року.

28. Опис типу засобу вимірювальної техніки. Аналізатор парів етанолу в повітрі, що видихається «Dräger Alcotest 6820» // Додаток до Свідоцтва про затвердження типу № UA-MI/1-1234-2014. — Київ: ДП «Укрметртестстандарт», 2014. — 12 с.

29. ДСТУ EN ISO/IEC 17025:2019: Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій.

30. ДСТУ EN ISO/IEC 17065:2015: Оцінка відповідності. Вимоги до органів, що сертифікують продукцію, процеси та послуги.

31. МП-242-2087-2020 «ДСІ. Аналізатори концентрації парів етанолу в повітрі, що видихається АКПЕ-01-«МЕТА». Методика перевірки» - К.: ДП «Укрметртестстандарт», 2020.- 14 с.

32. WELMEC Guide 7.2 — Software guide for measuring instruments

33. Гнусов Ю. В., Тулупов В. В., Пересічанський В. М. Метрологія та вимірювання: навчальний посібник / Харківський національний університет внутрішніх справ. — Харків, 2019. — 125.

34. Метрологія [Електронний ресурс] : навч. посіб. для студ. спеціальності 152 «Метрологія та інформаційно-вимірювальні технології» /

КПІ ім. Ігоря Сікорського; уклад.: Н.М. Защепкіна. – Київ : КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2022. – 397 с. Режим доступу: https://ela.kpi.ua/server/api/core/bitstreams/5b295807-a231-48c4-b969-db7d792c6bf4/content

35. Метрологія та основи вимірювань: навч.-метод. посібник з вивчення лекційного матеріалу / уклад.: А.К. Бабіченко, І.Л. Красніков, Ю.А. Бабіченко, І.Г. Лисаченко; за ред. А.К. Бабіченка. – Харків: НТУ "ХПІ", 2023.-- 141 с. ISBN 978-617-8130-25-1.

36. ISO 13528:2015: Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison

37. OIML D 31:2008 — General requirements for software-controlled measuring instruments.