

Министерство образования и науки Российской Федерации

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Оренбургский государственный университет»

А.В. Куприянов, Л.Н. Третьяк

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Методические указания

Рекомендовано к изданию редакционно-издательским советом федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Оренбургский государственный университет» для обучающихся по образовательной программе высшего образования по направлению подготовки 27.03.01 Стандартизация и метрология

Оренбург
2018

УДК 006.86
ББК 30.10
К92

Рецензент – кандидат экономических наук, доцент Косых Д.А.

К 92

Куприянов А.В.

Разработка методики выполнения измерений : методические указания / А.В. Куприянов, Л.Н. Третьяк ; Оренбургский гос. ун-т. – Оренбург : ОГУ, 2018. – 56 с.

Методические указания к выполнению курсовой работы по разработке проекта документа на методику выполнения измерений, в том числе требования к содержанию, оформлению этапам выполнения курсовой работы, а также к содержанию документа на методику выполнения измерений.

Методические указания предназначены для организации самостоятельной работы обучающихся по программе высшего образования по направлению подготовки 27.03.01 Стандартизация и метрология, при изучении дисциплины «Метрология».

УДК 006.86
ББК 30.10

© Куприянов А.В.,
Третьяк Л.Н., 2018
© ОГУ, 2018

Содержание

1	Исходные данные и этапы выполнения курсовой работы.....	5
1.1	Выдача заданий и требования к исходным данным.....	5
1.2	Основные этапы выполнения курсовой работы.....	5
2	Этапы разработки методик выполнения измерений.....	8
2.1	Теоретические исследования.....	11
2.2	Экспериментальные исследования.....	18
2.3	Оформление и экспертиза документа на методику выполнения измерений	22
3	Методические рекомендации по выполнению курсовой работы.....	27
3.1	Содержание и оформление курсовой работы.....	27
4	Содержание документа на методику выполнения измерений.....	32
4.1	Титульный лист.....	33
4.2	Вводная часть.....	33
4.3	Метод измерений.....	34
4.4	Показатели точности МВИ.....	35
4.5	Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам.....	35
4.6	Условия выполнения измерений.....	36
4.7	Требования к обеспечению безопасности выполняемых работ.....	37
4.8	Требования к обеспечению экологической безопасности.....	37
4.9	Требования к квалификации операторов.....	38
4.10	Операции при подготовке к выполнению измерений.....	38
4.11	Операции при выполнении измерений.....	39
4.12	Операции обработки и вычислений результатов измерений.....	41
4.13	Алгоритм оценивания неопределенности измерения.....	42
4.14	Контроль лабораторного смещения.....	42
4.15	Контроль стабильности результатов измерений лаборатории.....	42
4.16	Требования к оформлению результатов измерений.....	43

4.17 Приложения	44
Список использованной литературы.....	45
Приложение А.....	47
Приложение Б	48
Приложение В.....	49

1 Исходные данные и этапы выполнения курсовой работы

1.1 Выдача заданий и требования к исходным данным

Задание на курсовую работу и исходные данные для ее выполнения выдаются студенту преподавателем (педагогическим работником) кафедры.

Допускается самостоятельный выбор студентом темы курсовой работы при условии выполнения студентом научно-исследовательской работы или наличия необходимого количества данных, полученных им в процессе прохождения практики.

Исходными данными для выполнения курсовой работы являются:

- статьи из научно-технической литературы с кратким описанием основных стадий выполнения анализа;
- патенты, описывающие способы измерения какой-либо характеристики;
- стандарты на методы контроля,
- массив данных (результатов наблюдений), необходимый для расчета показателей точности разрабатываемой МВИ (для курсовой работы с расчетным способом оценки показателей точности МВИ).

1.2 Основные этапы выполнения курсовой работы

Курсовая работа по разработке методики выполнения измерений выполняется в несколько этапов, краткое описание которых приведено ниже.

Составление обзора литературы. На данном этапе проводится изучение, анализ и систематизация информации по выданной (выбранной) тематике представленной в различных источниках научно-технической и патентной литературы:

- об анализируемой характеристике объекта измерений;

– о методах, применяемых для измерения характеристики, в том числе о рассматриваемом методе.

Проведение экспериментальных исследований. Данный этап выполняется только студентами, которые выбрали исследовательский тип курсовой работы, под руководством преподавателя-руководителя курсовой работы. Целью его является накопление экспериментальных данных, полученных в ходе измерений конкретной характеристики объекта в соответствии с разрабатываемой методикой.

При проведении экспериментальных исследований студент должен последовательно выполнить следующие этапы:

- составить план эксперимента;
- подготовить рабочие пробы для проведения экспериментальных исследований, которые должны отвечать следующим критериям:
 - объекты должны быть стабильны в течение времени, необходимого для проведения эксперимента;
 - их количество должно быть достаточным для выполнения программы эксперимента в полном объеме;
 - предполагаемая величина измеряемой характеристики объекта должна входить в область применения МВИ;
 - осуществить измерения характеристики объекта в условиях внутри лабораторной воспроизводимости.

Оценка показателей точности МВИ. Предусматривает расчетное оценивание показателей точности разрабатываемой методики:

- стандартного отклонения повторяемости – согласно процедуре, описанной в разделе 7 ГОСТ Р ИСО 5725-2 [1];
- стандартного отклонения внутри лабораторной воспроизводимости – согласно процедуре, описанной в разделе 8 ГОСТ Р ИСО 5725-3 [2];
- лабораторного смещения – согласно процедуре, описанной в разделе 5 ГОСТ Р ИСО 5725-4 [3].

Разработка проекта документа на МВИ. Структура документа на методику выполнения измерений и содержание каждого его элемента определяется исходя из информации, приведенной в разделе 4 данных методических указаний.

Оформление курсовой работы. Требования к содержанию и оформлению курсовой работы приведены в разделе 3 методических указаний.

Проверка и защита курсовой работы. Проверку курсовой работы осуществляет ее руководитель.

2 Этапы разработки методик выполнения измерений

Настоящее время в связи с совершенствованием технологии производства и гармонизацией национальных и международных требований к объектам оценки соответствия существенно расширился перечень регламентируемых характеристик для различных групп промышленной и продовольственной продукции. В связи с этим особое внимание уделяется методам и приборам, используемым для контроля качества и безопасности продукции, метрологические, технологические и экономические характеристики которых должны соответствовать современным требованиям и гарантировать достоверность получаемых результатов. Все это обуславливает необходимость совершенствования имеющихся методик выполнения измерения различных характеристик продукции и в большинстве случаев разработку новых.

Методики выполнения измерений (МВИ), как метрологический объект, появились в Советском Союзе в 1972 г. Первый стандартизованный документ на методики выполнения измерений: ГОСТ 8.010-72 «ГСИ. Общие требования к стандартизации и аттестации методик выполнения измерений». Объективными причинами появления МВИ в метрологической деятельности явились сформулированные в то время на законодательном уровне (ФЗ «Об обеспечении единства измерений» принятый в 1973 году) принципы обеспечения единства измерений, заключающиеся в том, что:

- 1) результаты измерений должны выражаться в узаконенных единицах;
- 2) должна быть известна погрешность измерений.

Для реализации этих принципов были разработаны основные положения Государственной системы обеспечения единства измерений (ГСИ), которые были оформлены в виде комплекса государственных стандартов под общим обозначением ГОСТ 8.XXX. Именно в тот период в практику стандартизации измерений вошло понятие «методика выполнения измерений (МВИ)». На этом этапе были сделаны и первые шаги по разработке и внедрению процедуры

подтверждения пригодности МВИ для измерения конкретной характеристики в конкретном объекте, так называемой «аттестация МВИ».

В МВИ содержатся основные компоненты системы обеспечения единства измерений: измеряемая величина, единицы величин, метод измерений, метрологические характеристики средств измерений, форма и вид представления результатов измерений и др., поэтому на их разработку и внедрение существенно влияет развитие эталонной базы и системы передачи размеров единиц от эталонов всем средствам измерений в конкретной стране.

За 40 лет со времени появления первых МВИ было разработано большое количество нормативных документов разного уровня:

- международных, региональных и национальных стандартов;
- документов на МВИ;
- методических указаний, инструкций и др., имеющих статус ведомственных документов или документов предприятий, которые устанавливают процедуру определения одной или нескольких характеристик (испытание) продукции (объектов окружающей среды).

Из приведенных выше определений следует, что под МВИ понимают технологический процесс измерения, поэтому не следует смешивать МВИ как процесс и документ на МВИ. Эффективность МВИ, как технологического процесса измерения, зависит от тщательности его разработки. Процедура разработки МВИ в общем виде представлена на рисунке 1.



Рисунок 1 – Общий порядок разработки МВИ

Разработка МВИ включает три основных этапа: теоретические исследования, экспериментальные исследования, оформление и экспертиза документа на МВИ (рисунок 2).

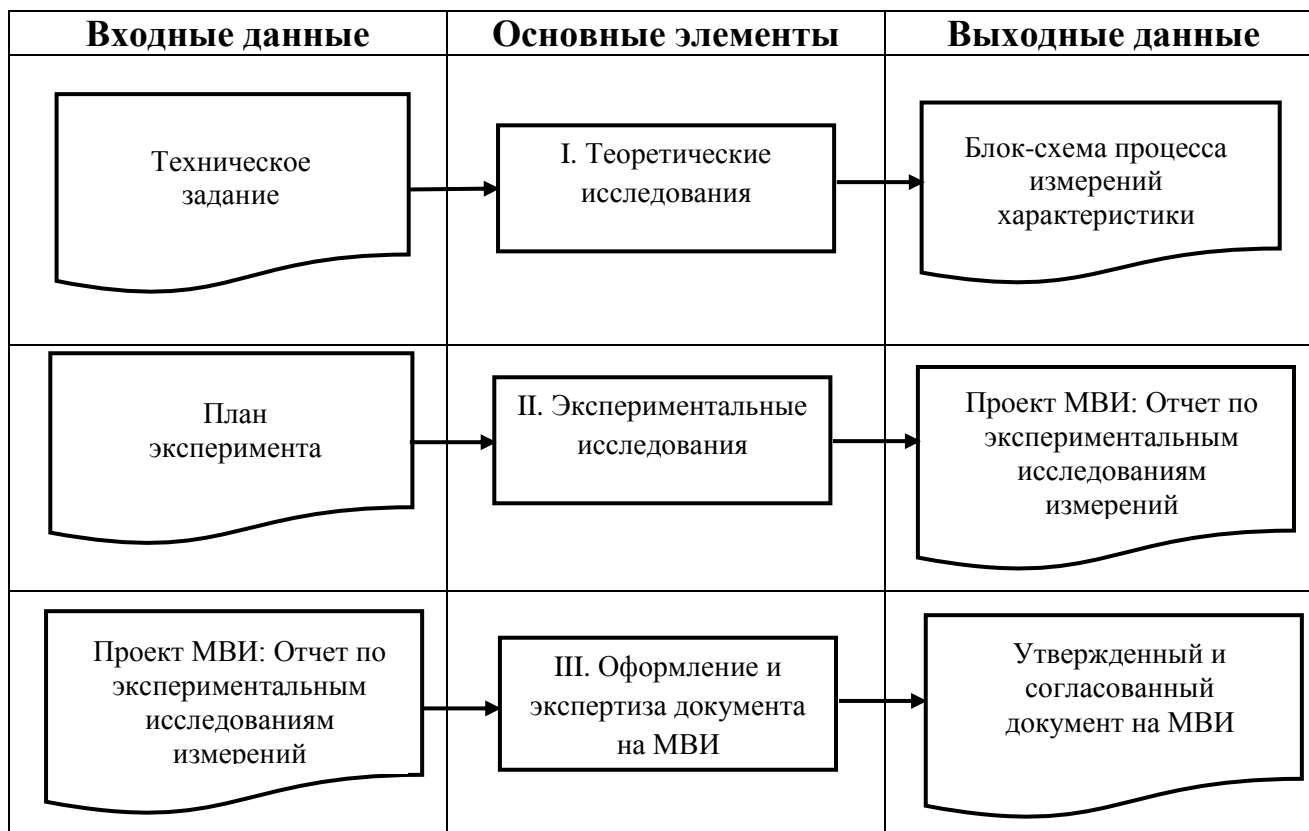


Рисунок 2 – Характеристика основных этапов разработки МВИ

2.1 Теоретические исследования

Исходные данные для разработки МВИ, как правило, содержатся в *техническом задании* (ТЗ) или любом другом документе, разработанном взамен его. В ТЗ на разработку МВИ приводится следующая информация:

- назначение методики выполнения измерений, т. е. область ее применения, включая перечень объектов и пределы измерений;
- показатели точности измерений;
- характеристики объекта анализа (например, температура жидкости, давление и др.);
- условия измерений (температура, относительная влажность, давление окружающего воздуха, характеристики источника питания средств измерений

(СИ), наличие внешних электромагнитных полей, вибрация в местах установки СИ и др.);

- вид индикации и форма регистрации результатов измерений;
- требования к автоматизации измерительных процедур;
- требования к обеспечению безопасности выполнения работ;
- другие требования в соответствии со спецификой МВИ.
- дополнение к информации, приведенной в ТЗ, могут потребоваться

следующие сведения:

- о наличии СИ, в том числе утвержденных типов;
- о наличии других технических средств, в том числе средств вычислительной техники, которые могут быть использованы при измерениях;
- о наличии эталонов, стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов, аттестованных смесей для настройки, поверки (калибровки) СИ, которые могут быть использованы в методике выполнения измерений МВИ и для ее метрологического обеспечения;
- о квалификации операторов, выполняющих измерения;
- другие данные в соответствии со спецификой МВИ.

На основании исходных данных разработчики (аналитики-исследователи и/или аналитики-практики) МВИ формулируют *измерительную задачу*.

Точная формулировка измерительной задачи – необходимое условие того, что разработанная МВИ будет использована непосредственно по назначению. С этой целью на предварительном этапе систематизируют имеющуюся в различных источниках литературы информацию об анализируемом объекте, включая:

- состав объекта (пробы), природу матрицы (органическая или неорганическая), наличие мешающих примесей;
- устойчивость объекта (пробы) во времени;
- особенности отбора проб;

– физический и (или) химический смысл измеряемой характеристики, ее нормируемые значения и возможный диапазон для анализируемого объекта.

При недостаточности или отсутствии некоторых сведений на данном этапе могут проводиться предварительные экспериментальные исследования по определению потенциального состава анализируемой пробы. Первый теоретический этап разработки МВИ (рисунок 2) включает следующие стадии:

- предварительный отбор возможных методов решения измерительной задачи;
- выбор метода и средств измерений;
- установление последовательности и содержания операций при подготовке и выполнении измерений, обработке промежуточных результатов и вычислении окончательных результатов измерений.

Предварительный отбор возможных методов решения измерительной задачи. Выбор метода измерений во многом зависит от измеряемой характеристики. При этом предпочтительными являются **прямые измерения**, при которых искомое значение величины находят непосредственно из экспериментальных данных. Однако в силу тех или иных причин в количественном анализе приходится применять и **косвенные измерения**. При косвенных измерениях искомое значение величины находят на основании известной зависимости между этой величиной и величинами, подвергаемыми прямым измерениям. По сути, косвенные измерения – это прямые измерения плюс вычислительные процедуры по известной зависимости. В процессе косвенных измерений обычно имеются отклонения от строгой зависимости измеряемой величины от величин, подвергаемых прямым измерениям. Это обстоятельство приводит к *появлению методических составляющих погрешности измерений*, из которых типичными можно считать следующие:

- неадекватность (неполное соответствие) модели, параметры которой принимаются в качестве измеряемых величин, контролируруемому объекту;
- отклонения от принятых значений аргументов функции, связывающей измеряемую величину с величинами, подвергаемыми прямым измерениям;

- погрешность, вызванная отклонениями при передаче значения измеряемой величины от точки отбора информации до входа средства измерений;

- погрешность из-за эффектов квантования;

- отличие алгоритма вычислений от функции, строго связывающей результаты прямых измерений с измеряемой величиной;

- погрешности, возникающие при отборе и подготовке проб;

- погрешности, вызываемые отрицательным влиянием факторов пробы (мешающие компоненты пробы, дисперсность, пористость и т. п.).

При отборе возможных методов решения измерительной задачи необходимо принимать во внимание и анализировать метрологические характеристики используемых в процессе измерения аналитических методов:

- измерения свойств продукции или объектов окружающей среды (биологических, оптических, термических, химических, хроматографических, электрофизических и электрохимических);

- отбора средней (представительной) пробы;

- подготовки проб (высушивания, растворения, термического разложения, экстракции, концентрирования и др.);

- определения концентрации веществ: прямых (методы градуировочного графика, добавок, стандартов) или косвенных (методы титрования).

Выбор метода и средств измерений. При выборе аналитических методов учитывают данные об анализируемом объекте, полученные на предварительном этапе формулирования измерительной задачи. Выбор метода и средств измерений, а также стандартных образцов, аттестованных смесей, вспомогательных и технических средств представляет собой многовариантную задачу. Ее рациональное решение соответствует минимальным затратам на измерения, включая затраты на метрологическое обслуживание средств измерений, при условии выполнения заданных требований к МВИ, в том числе требований к точности измерений.

Предварительно выбирают метод и средства измерений, которые отвечают заданным требованиям (кроме точности измерений, которая только предполагается удовлетворительной) и могут быть применены заданных условиях, например, в конкретной лаборатории с учетом имеющихся условий измерений, материальных, технических и человеческих ресурсов.

После предварительного выбора метода и средств измерений проводят оценивание точности измерений. В первую очередь, учитывают влияние на точность измерений метрологических характеристик выбранных средств измерений, номенклатура которых (т.е. характеристик) регламентирована в ГОСТ 8.009-84 [4].

Метрологические характеристики средств измерений определяют следующие *инструментальные составляющие погрешности* измерений:

- основные погрешности и дополнительные статические погрешности средств измерений, вызываемые медленно меняющимися внешними влияющими величинами;
- погрешности, вызываемые ограниченной разрешающей способностью средств измерений;
- динамические погрешности средств измерений (ошибки, вызываемые инерционными свойствами средств измерений);
- погрешности, вызываемые взаимодействием средства измерений с объектом измерений или подключаемыми на его вход или выход средствами измерений;
- погрешности передачи измерительной информации.

Кроме рассмотренных выше (методических и инструментальных составляющих погрешности) необходимо иметь в виду возможность:

- возникновения погрешностей измерений, определяемых психофизиологическими свойствами оператора, выполняющего измерения (так называемые *субъективные составляющие погрешности*), а именно:
 - погрешности считывания значений измеряемой величины со шкал и диаграмм;

– погрешности обработки результатов измерений (диаграмм) без применения технических средств (при усреднении, суммировании измеренных значений и т. п.);

– погрешности, вызванные воздействием оператора на объект и средства измерений (искажения температурного поля, механические воздействия и т. п.).

Если оцененные показатели точности измерений с применением выбранных метода и средств измерений не превышают допустимых пределов, точность измерений является удовлетворительной, а если погрешности измерений незначительно меньше предельных значений, точность измерений считают близкой к оптимальной.

Если оцененные показатели точности измерений существенно меньше допустимых пределов (например, погрешности составляют менее 0,5 предельно допустимых значений), то выбранные метод и средства измерений могут оказаться нерациональными по экономическим соображениям. В этом случае целесообразно выбрать менее точные метод и средства измерений, если затраты на измерения, включая затраты на метрологическое обслуживание этих средств измерений, существенно меньше, чем в предварительном варианте. Далее проводят новое оценивание точности измерений, и если оцененные показатели близки к оптимальным, то выбор метода и средств измерений можно считать законченным.

Если оцененные показатели погрешности измерений превышают пределы допустимых значений, то необходимо выбрать более точные метод и средства измерений и повторно произвести оценивание точности измерений. Повышение точности измерений возможно как за счет применения более точных средств измерений, так и за счет применения соответствующих процедур (методов) отбора и подготовки проб, обработки результатов измерений. Для выбора и реализации таких процедур необходимо выявить и оценить показатели всех доминирующих составляющих точности измерений. Здесь необходимо помнить, что именно эти процедуры (методы) наиболее существенно влияют на точность результата измерений. Процесс выбора метода и средств измерений

заканчивают, когда оцененные показатели точности измерений близки к оптимальным.

Установление последовательности и содержания операций при подготовке и выполнении измерений, обработке промежуточных результатов и вычислении окончательных результатов измерений. Так как измерение – это оценивание величины опытным путем, т. е. в результате выполнения эксперимента, следовательно, расчетное определение величины по формуле и известным исходным данным, статистическую оценку характеристик продукции на основании социологического исследования и другие подобные процедуры нельзя называть измерением. Чтобы осуществить измерение, необходимо воспользоваться специальными техническими средствами – носителями размеров единиц или шкал, т. е. средствами измерений. Поэтому органолептические и экспертные способы оценивания под это определение не попадают, так как в результате их осуществления не используются технические средства с нормированными метрологическими характеристиками.

Все измерения проводятся путем выполнения последовательности операций, среди которых наравне с операциями применения средств измерений имеются и другие, не менее важные, с точки зрения точности результата.

Процесс измерений обязательно включает следующие операции:

- выбор объекта (отбор пробы);
- доставка объекта (пробы) в лабораторию;
- подготовка объекта (пробы);
- измерение;
- обработка и вычисление результата измерений.

Качество выполнения каждой из этих операций влияет на точность измерения, и ошибка при выполнении любой из них может быть решающей. Таким образом, в процессе выполнения первого этапа разработки МВИ составляется *алгоритм выполнения измерения* конкретной характеристики продукции, исходными данными для которого являются результаты выбора оптимальных методов: аналитических, используемых при отборе и подготовке

проб, измерениях, и математических – при обработке результатов измерений, методов, а также измерительного оборудования (средств измерений, программных средств, эталонов, стандартных образцов, вспомогательной аппаратуры). Указанный алгоритм может оформляться в виде блок-схемы с использованием элементов, представленных в ГОСТ 19.701-90 [5], на которой отображаются все этапы процесса измерений с указанием входных и выходных данных.

2.2 Экспериментальные исследования

На втором этапе разработки МВИ проводятся лабораторные эксперименты, целью которых является апробация установленного ранее алгоритма выполнения измерений и оценка показателей точности разрабатываемой МВИ.

Экспериментальная апробация установленного алгоритма выполнения измерений проводится в условиях конкретной лаборатории на модельных или реальных образцах. При использовании в процессе измерений новых методов и технических средств, проводится дополнительное обучение персонала. В процессе экспериментальной апробации персонал приобретает навыки по выполнению всех операций при подготовке и выполнении измерений, обработке промежуточных результатов и вычислении окончательных результатов измерений, необходимые для успешного проведения экспериментов по оценке показателей точности.

Организация и проведение эксперимента по оценке показателей точности. Выбор показателей точности, оцениваемых в ходе эксперимента для разрабатываемой МВИ, осуществляется в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1 [6] (для измерения физических и химических характеристик продукции).

При планировании эксперимента по оценке показателей точности определяют его вид: межлабораторный или внутрिलाбораторный, и составляют план эксперимента, в котором определяют:

- место проведения эксперимента;
- ответственных исполнителей;
- перечень необходимого измерительного оборудования;
- количество групп наблюдений, которые должны быть получены в условиях воспроизводимости;
- количество результатов в каждой группе, которые должны быть получены в условиях повторяемости.

Оценочные эксперименты должны быть проведены:

- для всех измеряемых характеристик в рамках области применения МВИ;
- как минимум для одного наименования из каждой группы продукции, входящих в область применения МВИ.

Эксперименты по оценке показателей точности необходимо проводить с применением оборудования и средств измерений, аттестованных или внесенных в реестр Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) или имеющих сертификат калибровки (поверки), выданный уполномоченным органом.

В ходе эксперимента могут использоваться стандартные и референсные образцы или материалы, пробы с добавкой или обогащенные образцы, приготовленные на основе холостых матриц (для измерения физических и химических характеристик), и целевые и нецелевые микроорганизмы (для альтернативных микробиологических методов). Параметры образцов, используемых в экспериментах по оценке показателей точности, должны обеспечивать контроль заявленного диапазона измерений разрабатываемой МВИ.

Порядок и алгоритм оценивания данных, полученных в ходе эксперимента по оценке показателей точности, выбирается в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-2, ГОСТ Р ИСО 5725-5[7].

Правильность оценивают для всей области применения МВИ, для всех диапазонов содержания сопутствующих компонентов и значений физических свойств объекта, а также условий выполнения измерений, указываемых в документе на МВИ.

На практике используются следующие способы оценки правильности:

- с применением набора образцов с известными характеристиками и их показателями точности, составленного с учетом указанных в МВИ предельных значений измеряемой характеристики и влияющих факторов;
- с применением другой МВИ с известными (оцененными) показателями точности измерений.

Правильность выражают в процентах найденного значения от введенного количества (второй способ) или как разность между средним и истинным значением (первый и третий способы) с учетом соответствующих доверительных интервалов.

Заключение о правильности можно сделать после того, как установлена прецизионность МВИ.

Прецизионность может быть оценена одним из следующих способов:

- на основе межлабораторного эксперимента, состоящего в проведении испытаний одних и тех же объектов (проб) или образцов, отвечающих области применения МВИ, при случайных вариациях влияющих факторов методики в регламентированных пределах (результаты анализа получают в разное время различными операторами, с использованием различных партий реактивов, различных экземпляров средств измерений, мерной посуды и образцов для градуировки и т. п.). Для МВИ, предполагаемых к использованию в различных организациях, данный способ является предпочтительным;
- на основе внутрилабораторного эксперимента, состоящего в проведении испытаний одних и тех же объектов (проб) или образцов,

отвечающих области применения МВИ, при фиксированных значениях учитываемых влияющих факторов МВИ в регламентированных пределах. Типичными влияющими факторами являются различные дни, различные операторы, различное оборудование и т. п. Не считается необходимым изучать влияние каждого фактора отдельно. При изучении влияния различных факторов предпочтительно использовать планирование эксперимента.

При оценке прецизионности (повторяемости, внутрिलाбораторной воспроизводимости и воспроизводимости) следует представлять: стандартное отклонение, относительное стандартное отклонение и доверительный интервал.

Показатели точности оценивают не менее чем для девяти измерений, охватывающих весь диапазон применения МВИ (например, три концентрации и три измерения для каждой). Анализ должен включать все стадии МВИ.

Результаты эксперимента по оценке показателей точности оформляются в виде *отчета*, содержащего характеристику объектов исследования и применяемых методов, план эксперимента и установленные показатели точности разрабатываемой МВИ.

Таким образом, на втором экспериментальном этапе разработки МВИ уточняется алгоритм выполнения измерения конкретной характеристики продукции. Уточненный алгоритм выполнения измерений представляется в виде проекта МВИ, содержащего:

- показатели точности МВИ;
- требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, условия выполнения измерений;
- операции при подготовке к выполнению измерений;
- операции при выполнении измерений;
- операции обработки и вычислений результатов измерений.

2.3 Оформление и экспертиза документа на методику выполнения измерений

Из определения, приведенного ранее, следует, что методика выполнения измерений (МВИ) – это технологический процесс измерения. Жесткие правила проведения всех операций данного процесса излагаются в метрологическом документе, называемом *документ на методику выполнения измерений*, который можно назвать «прописью» процедур измерения, требующей соблюдения самым неукоснительным образом. В связи с этим, к изложению документа на МВИ предъявляются особые требования, заключающиеся в полном и точном изложении всех операций, выполняемых при подготовке и выполнении измерений, обработке их промежуточных и вычислении окончательных результатов, исключая возможность двоякого понимания положений документа. Полнота изложения информации предполагает наличие всех сведений, необходимых для правильного проведения измерения. Именно неполнота информации в документе на МВИ чаще всего приводит к возникновению ошибок в работе оператора и, как следствие, является причиной увеличения значения погрешности.

Точность и правильность информации, изложенной в документе, определяются краткостью и ясностью изложения. Краткость достигается, прежде всего, отбором необходимой и достаточной информации, исключением повторений и излишних подробностей: каждое слово в тексте документа должно нести смысловую нагрузку. Четкость изложения обеспечивает однозначность понимания документа, адекватность его восприятия операторами. Ясность в изложении документа на МВИ достигается путем правильного использования терминов и понятий. Построение и содержание документа на МВИ должно соответствовать требованиям, приведенным в

ГОСТ 8.010-2013 [8], и подробно рассмотренным в разделе 4 методических указаний.

Одновременно с оформлением документа на МВИ осуществляют разработку алгоритма оценивания неопределенности и процедур оценки стабильности получаемых результатов измерений (верификации МВИ). Разработку *алгоритма оценивания неопределенности* и ее расчет следует выполнять в соответствии с Руководствами по выражению неопределенности измерений [9]. При оценивании неопределенности измерения следует учитывать показатели точности, полученные в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-2, ГОСТ Р ИСО 5725-5.

Как показала практика, применение стандартных и аттестованных МВИ не дает гарантии достоверности получаемых результатов измерений без систематической процедуры верификации применяемых методик.

Верификация МВИ – это процедура подтверждения посредством представления объективных свидетельств того, что установленные в документе на МВИ требования выполняются. Процедуры верификации МВИ должны проводиться в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 [10].

Проверки МВИ необходимо осуществлять с определенной периодичностью, чтобы убедиться, что процесс измерения остается под контролем. Виды проводимых проверок зависят от значимости и частоты измерений, размера партии, степени автоматизации и сложности измерений, а также от результатов, полученных при разработке МВИ. Наиболее эффективным способом верификации МВИ является использование *контрольных карт*, которые позволяют оценивать динамику как прецизионности, так и правильности выполняемых измерений. В лабораторной практике для оценки стабильности получаемых результатов измерений применяются разные типы контрольных карт. Наиболее приемлемы – контрольные карты с применением контрольных (стандартных) образцов, которыми могут быть сертифицированные референсные образцы, типичные образцы продукции, характеризующиеся достаточной стабильностью и

однородностью, чтобы давать идентичные результаты. Количество таких образцов должно быть достаточным для повторных анализов. Заключительным этапом разработки МВИ является экспертиза документа на МВИ и отчета по экспериментальным исследованиям уполномоченными органами.

Документы на МВИ, изложенные в виде государственных стандартов, иных документов, разрешенных к применению на территории Российской Федерации или предусмотренных системой менеджмента качества организации, и применяемые в сфере законодательной метрологии, подлежат *метрологическому подтверждению пригодности*. Данная процедура проводится юридическими лицами, входящими в государственную метрологическую службу (Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)) на основе договора. Метрологическое подтверждение пригодности МВИ осуществляется с целью определения ее соответствия метрологическим требованиям, установленным в соответствующих нормативных документах. При проведении метрологического подтверждения пригодности определяется соответствие области применения МВИ требованиям, предъявляемым к измерениям, проводимым с применением этих методик.

В зависимости от области применения и вида документа метрологическое подтверждение пригодности МВИ проводится одним из методов (или в их сочетании), для каждого из которых правила проведения работ установлены в ГОСТ 8.010-2013:

- аттестацией;
- метрологической экспертизой;
- сравнением с другими, более точными методами;
- межлабораторными сличениями.

Аттестация МВИ включает:

- рассмотрение и метрологическую экспертизу представленной документации;
- разработку, согласование и утверждение программы аттестации;

- проведение экспериментальных исследований;
- оформление и рассмотрение результатов аттестации.

Метрологическая экспертиза МВИ включает:

- рассмотрение представленной документации;
- экспертизу;
- оформление и рассмотрение результатов экспертизы.

Сравнение с другими, более точными МВИ включает:

- подготовительную работу;
- проведение сравнительных исследований;
- обработку результатов сравнительных исследований;
- оформление результатов сравнительных исследований;

- представление результатов сравнительных исследований на

метрологическую экспертизу юридическим лицам, входящим в государственную метрологическую службу, если МВИ предназначены для применения в сфере законодательной метрологии.

Межлабораторные сличения МВИ включают:

- подготовительную работу;
- проведение межлабораторных сличений;
- обработку результатов межлабораторных сличений;
- оформление результатов межлабораторных сличений;

- представление результатов межлабораторных сличений на

метрологическую экспертизу юридическим лицам, входящим в государственную метрологическую службу, если МВИ предназначены для применения в сфере законодательной метрологии.

Результаты метрологического подтверждения пригодности МВИ удостоверяются официальным свидетельством или заключением о метрологическом подтверждении их пригодности.

Завершая рассмотрение правил и этапов разработки методик выполнения измерений, необходимо подчеркнуть, что данный вид деятельности – сложный

и трудоемкий процесс, требующий общих усилий нескольких специалистов, а иногда и нескольких организаций. Поэтому курсовая работа в данной области включает только те этапы, выполнение которых возможно индивидуально. Подробные указания содержанию, оформлению и порядку работ по разработке документа на МВИ определенной характеристики конкретного продукта приведены в следующем разделе методических указаний.

3 Методические рекомендации по выполнению курсовой работы

3.1 Содержание и оформление курсовой работы

Цель курсовой работы – разработка проекта документа на методику выполнения измерений определенной характеристики конкретного объекта и установление показателей точности расчетным или экспериментальным способом.

Курсовая работа содержит следующие структурные элементы:

- титульный лист;
- задание к курсовой работе;
- техническое задание;
- содержание;
- введение;
- аналитический обзор;
- практическую часть;
- разработку проекта документа на МВИ;
- заключение;
- список использованных источников;
- приложения.

Оформление курсовой работы осуществляется в соответствии с требованиями СТО 02069024.101–2015 [\[11\]](#).

«Содержание» включает в себя названия всех структурных элементов работы с указанием номеров страниц, на которых размещается начало изложения соответствующего элемента.

Структурный элемент «Введение» предназначен для обоснования актуальности темы работы, формулирования ее цели и решаемых задач.

Обоснование актуальности темы включает краткое изложение рассматриваемой проблемы, возможный(е) способ(ы) ее решения и выбор своего решения. Формулировка *цели* работы, как правило, состоит из названия темы курсовой работы и указания практического применения результатов работы.

Задачи работы обычно представляют последовательность действий, необходимых для получения конечного результата. Дополнительно при написании введения могут быть рассмотрены следующие вопросы:

- определение понятий «методика выполнения измерений» и «документ на методику выполнения измерений», цель их разработки и требования к исходным данным;
- описание процедуры официального признания МВИ;
- характеристика исходных данных для конкретной курсовой работы.

«*Аналитический обзор*» должен быть основан на результатах изучения и критического анализа отечественной и зарубежной научно-технической и патентной литературы, нормативных и технических нормативных правовых актов в рассматриваемой области и представляется в виде следующих подразделов:

характеристика изучаемого показателя качества (безопасности). Данный подраздел включает сведения о биологической, химической или физической сущности и природе измеряемой характеристики, регламентировании ее в соответствующих нормативных и технических документах, единицах ее измерения, технологическом значении и точках ее контроля (при их наличии) в производстве;

методы измерения изучаемого показателя качества (безопасности), который должен включать:

- перечень и краткое описание существующих методов измерения изучаемой характеристики;
- сведения об их применении для контроля промышленной продукции;

– метрологические, технологические (экспрессность, возможность автоматизации) и экономические (стоимость) характеристики рассматриваемых методов измерения;

– вывод о наиболее предпочтительной методике;

характеристика выбранного метода измерения. Данный подраздел должен содержать краткое описание теоретических основ метода, перечень основных этапов анализа и необходимого измерительного оборудования, анализ литературных данных по применению метода для контроля качества (безопасности) продукции, метрологических и технологических характеристик, его достоинств и недостатков сравнении с рассмотренными в предыдущем подразделе методами.

«*Практическая часть*» курсовой работы состоит из следующих подразделов: объектов и методов исследований, результатов исследований и их обсуждения, выводов по полученным результатам.

В подразделе *объекты и методы исследований*, в зависимости от типа курсовой работы, приводятся:

а) для исследовательской (оценка показателей точности МВИ осуществляется экспериментальным способом): характеристика исследуемого в рамках данной работы объекта (продукта, объекта окружающей среды), предмет исследований (измеряемый показатель) и используемый для его определения метод, а также схема исследований. Характеристика *объекта исследования* должна отражать такие сведения, как его наименование, происхождение (место и дату отбора пробы), обозначение нормативного документа, устанавливающего требования к данному объекту исследования. Далее приводится *схема исследований*, отражающая последовательность действий оператора с указанием необходимых условий и принятых допущений при проведении испытаний. В заключительной части данного подраздела приводятся сведения о *методах исследования*, включающие:

– информацию об используемых средствах измерений и испытательном оборудовании (наименование, тип, марка, дата последней поверки);

– перечень и описание основных этапов оценивания показателей точности методики (стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости, лабораторное смещение);

– формулы для обработки экспериментальных данных.

б) для расчетной (оценка показателей точности МВИ осуществляется расчетным способом): объект исследований (методика выполнения измерений), предмет исследований (исходные данные для расчета метрологических характеристик методики) и схема исследований.

В подразделе *результаты исследований и их обсуждение* должны содержаться экспериментальные (или исходные) данные и результаты их математической обработки (промежуточные и окончательные расчеты показателей точности методики). Все результаты представляются в табличном или графическом виде и не должны дублировать друг друга.

В тексте данного подраздела должны быть ссылки на графический и табличный материал с соответствующими пояснениями, а также обсуждение и анализ полученных результатов, который, помимо прочего, должен содержать информацию, отражающую степень соответствия требованиям нормативных документов и опубликованным данным по изучаемой проблеме.

В подразделе *выводы* формулируются общие выводы по проведенным экспериментальным и (или) теоретическим исследованиям. Указывается их практическая и научная значимость и области возможного применения.

Основная часть работы «*Разработка проекта документа на МВИ*» должна содержать описание этапов разработки и краткую характеристику каждого структурного элемента документа на МВИ. При описании этапов разработки уместно использовать графическое представление алгоритма, а также следует привести ссылки на научно-техническую, патентную литературу, нормативные и технические нормативные правовые акты, в соответствии с которыми проводились разработка и оформление документа. Краткая характеристика структурных элементов разработанного документа должна отражать общее представление о нем. Разработанный и оформленный в

соответствии с установленными требованиями [12] документ на МВИ приводится в приложении, на которое должна быть ссылка в данном разделе курсовой работы.

Структурный элемент «*Заключение*» должен отражать обобщенные выводы, полученные при выполнении каждого раздела курсовой работы. В заключительном выводе необходимо подчеркнуть достоинства разработанного документа на МВИ и оценить научное (если уместно) и практическое значение.

В курсовой работе предусмотрены обязательные «*Приложения*» :

- исходные данные для разработки проекта документа на МВИ;
- техническое задание на МВИ;
- проект документа на МВИ.

4 Содержание документа на методику выполнения измерений

Требования к содержанию документа на методику выполнения измерений приведены в ГОСТ 8.010. Как правило, документ на МВИ включает следующие структурные элементы:

- титульный лист;
- вводную часть;
- метод измерений;
- показатели точности МВИ;
- требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, растворам;
- условия выполнения измерений;
- требования к обеспечению безопасности выполняемых работ;
- требования к обеспечению экологической безопасности;
- требования к квалификации операторов;
- операции при подготовке к выполнению измерений;
- операции при выполнении измерений;
- операции обработки и вычислений результатов измерений;
- алгоритм оценивания неопределенности измерения;
- контроль приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости;
- контроль лабораторного смещения;
- контроль стабильности результатов измерений в лаборатории;
- требования к оформлению результатов измерений;
- приложение.

Рассмотрим требования к содержанию каждого из вышеприведенных структурных элементов и примеры их оформления.

4.1 Титульный лист

На титульном листе приводятся следующие сведения: наименование документа, сведения о его разработчиках и гриф утверждения руководителем организации-разработчика. Пример оформления титульного листа документа на МВИ приведен в приложении А.

Наименование документа должно соответствовать требованиям государственной системы технического нормирования и стандартизации и отражать объект контроля, метод измерения и специфику измерения характеристики продукции.

4.2 Вводная часть

Вводная часть устанавливает назначение и область распространения документа на МВИ и в ней приводится характеристика определяемого параметра, перечень анализируемых объектов, на которые распространяется методика, а также область ее применения (интервал измерений характеристики). Рабочий интервал МВИ рекомендуется устанавливать с учетом данных по нормированию измеряемой характеристики в законодательных и технических нормативных правовых актах.

Пример 1.

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений (далее – методика) массовой концентрации метанола в пробах природных и очищенных сточных вод в диапазоне от 0,10 до 1,50 мг/дм³ фотометрическим методом. При анализе проб воды с массовой концентрацией метанола, превышающей 1,50 мг/дм³, необходимо разбавление пробы дистиллированной водой. Методика предназначена для использования в лабораториях, осуществляющих анализ природных и очищенных сточных вод.

Пример 2.

Настоящий документ устанавливает оптимизированный метод количественного определения общего бактериального загрязнения с использованием сухой лиофилизированной среды «Compact Dry» при проведении санитарно-бактериологических исследований молочных продуктов.

Документ предназначен для применения в лабораториях организаций, независимо от форм собственности, осуществляющих производственный контроль молока-сырья и продуктов его переработки в процессе промышленного производства и выпуска продукции; в лабораториях учреждений государственной санитарно-эпидемиологической службы РФ, осуществляющих государственный ведомственный контроль, гигиеническую оценку и выдачу санитарно-эпидемиологических заключений, а также в лабораториях других организаций, аккредитованных в установленном порядке на право проведения контроля качества молочной продукции и молока-сырья.

4.3 Метод измерений

Приводится сущность метода – описание принципа, положенного основу метода, с указанием аналитического сигнала, который регистрируется, и его взаимосвязи с определяемой характеристикой. Если для измерения характеристики применяют несколько методов, то описание каждого из них выделяют в отдельный подраздел.

Пример.

Для определения содержания калия в консервах используется метод прямой потенциометрии, основанный на измерении величины ЭДС, возникающей в электродной системе «ионоселективный мембранный электрод – хлорсеребряный электрод сравнения» и зависящей от концентрации определяемого элемента. Сущность метода заключается в разбавлении анализируемой пробы буферным раствором, измерении в ней ЭДС с помощью

мембранного ионоселективного электрода и определения концентрации калия с использованием градуировочной зависимости. В качестве буферного раствора используют раствор хлористого натрия концентрации $1 \cdot 10^{-1}$ моль/дм³.

4.4 Показатели точности МВИ

Указывают числовые значения показателей точности, установленные для данной методики одним из способов в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-2, ГОСТ Р ИСО 5725-5 и ГОСТ 8.010, или дают ссылку на документ, в котором они приводятся.

Пример.

При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 1

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения характеристик погрешности ее составляющих при измерении массовой концентрации метанола

Диапазон измеряемых концентраций метанола X , мг/дм ³	Стандартное отклонение повторяемости σ_r , мг/дм ³	Стандартное отклонение воспроизводимости σ_R , мг/дм ³	Показатель правильности $\pm\Delta$, мг/дм ³	Показатель точности $\pm\Delta$, мг/дм ³
От 0,10 до 1,50 включ.	$0,010+0,035 \cdot X$	$0,010+0,053 \cdot X$	$0,030+0,085 \cdot X$	$0,03+0,13 \cdot X$

Предел обнаружения метанола составляет 0,06 мг/дм³.

4.5 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам

Приводится перечень средств измерений и других технических средств, материалов и растворов, применяемых при выполнении измерений. В перечне наряду с наименованием указывают обозначения нормативных документов,

обозначения типов (моделей) средств измерений, их метрологические характеристики (класс точности, пределы допускаемых погрешностей, пределы измерений и др.). Описывается порядок приготовления всех видов и типов растворов (основные, рабочие, буферные и т. д.), используемых при реализации методики, а также условия и сроки их хранения.

Пример.

Фотометр или спектрофотометр любого типа (КФК-2, КФК-3, СФ-46, СФ-56 и др.) с диапазоном длин волн 315-990 нм, диапазоном измерений оптической плотности 0-2;

Иономеры различных марок с диапазоном измерения ЭДС от минус 3000 мВ до плюс 3000 мВ, дискретностью – 0,1;

Весы лабораторные Adventure AV 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 210 г по ГОСТ 24104–2001;

Термометр с диапазоном измерения от 0 до 100°С, с ценой деления 1°С по ГОСТ 28498-90;

Пипетки вместимостью 2, 5 и 10 см³ исполнений 1, 1а, 2 и 2а 2-го класса точности по ГОСТ 29228-91;

Цилиндр мерный лабораторный 3-100-1 с допускаемой погрешностью не более ±0,5 см³ по ГОСТ 1770-74.

4.6 Условия выполнения измерений

Указывается перечень влияющих величин, их номинальных значений и (или) границ диапазонов возможных значений, а также другие характеристики влияющих величин, требования к объекту измерений.

Пример.

При выполнении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха 20°С ± 5 °С;*
- атмосферное давление 84,0-106,7 кПа (630-800 мм рт. ст.);*

- влажность воздуха не более 80% при температуре 20°C;
- напряжение питающей сети 230 ± 23 В;
- частота переменного тока $50 \pm 0,5$ Гц.

4.7 Требования к обеспечению безопасности выполняемых работ

Приводятся требования по безопасности труда и производственной санитарии, которые необходимо соблюдать при выполнении измерений.

При наличии нормативных документов, регламентирующих требования безопасности, производственной санитарии и охраны окружающей среды, в разделе приводят ссылку на эти документы.

Пример.

При выполнении измерений массовой концентрации метанола в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в соответствующих нормативных документах.

По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся ко 2-му, 3-му классам опасности по ГОСТ 12.1.007

Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

Оператор должен быть проинструктирован о специфических мерах безопасности при работе с метанолом.

4.8 Требования к обеспечению экологической безопасности

Приводится характеристика вредных для окружающей среды факторов, которые могут возникнуть при реализации методики и ссылки на

соответствующие нормативные документы в области охраны окружающей среды.

Пример.

Вредно действующие вещества подлежат сбору и утилизации в соответствии с действующими законодательными актами РФ в данной области. Отработанные химические реактивы и отходы перед сливом в канализацию необходимо нейтрализовать хромовой смесью.

4.9 Требования к квалификации операторов

Указываются требования к уровню квалификации (профессии, образованию, практическому опыту и др.) лиц, допускаемых к выполнению измерений.

Пример.

К выполнению измерений могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднее специальное образование, изучившие требования безопасности и настоящую методiku и прошедшие подготовку для работы в качестве оператора фотометра.

4.10 Операции при подготовке к выполнению измерений

Содержится описание подготовительных работ, которые проводятся непосредственно перед проведением измерений. К таким операциям могут относиться следующие:

- подготовка средств измерений;
- подготовка пробы;
- приготовление растворов;
- установление градуировочной зависимости.

Если описание подготовительных операций приведено в других документах (или других пунктах разрабатываемого документа), в разделе приводят ссылки на эти документы (или соответствующие пункты разрабатываемого документа).

Пример 1.

Отбор проб проводят по ГОСТ 26313 и ГОСТ 8756.0. Подготовка проб по ГОСТ 8756.0.

Пример 2.

Установление градуировочной зависимости.

Для приготовления образцов для градуировки в мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают с помощью градуированной пипетки вместимостью 10 см³ 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ раствора метанола с массовой концентрацией 0,0500 мг/см³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Содержание метанола в полученных образцах равно соответственно 0,000; 0,050; 0,100; 0,150; 0,200; 0,250; 0,300 мг. Отбирают по 5 см³ каждого раствора в градуированные пробирки и далее проводят определение метанола, как указано в п. ____ (указывается соответствующий пункт методики) (исключая процедуру отгонки).

Градуировочную зависимость оптической плотности от содержания метанола в образце рассчитывают методом наименьших квадратов. Градуировочную зависимость устанавливают при замене прибора или использовании хромотроповой кислоты из новой партии, но не реже одного раз в год.

4.11 Операции при выполнении измерений

Приводится перечень, объем, последовательность, периодичность число измерений, описание операций, требования к регистрируемым результатам

измерений (число значащих цифр и т. д.). Описывается порядок и сущность всех операций в процессе измерений.

Также приводят требования к массе и числу навесок пробы, а при необходимости указания о проведении «контрольного опыта» и описание операций по устранению влияния мешающих компонентов пробы.

Пример.

Лодочку с навеской анализируемого материала вносят в нагреватель электропечи. Величину навески варьируют в зависимости от содержания ртути в пробе. Масса навески составляет 0-20 мг. Устанавливают корпус электропечи в камеру.

Рукоятку блока клапанов УВН-1 перемещают в положение «Н» – накопление.

Нажимают кнопку «Пуск ЭП». В период нагрева электропечи горит сигнальный светодиод «Режим». По окончании нагрева светодиод гаснет и подается звуковой сигнал.

Рукоятку блока клапанов перемещают в положение «И» – измерение. Нажимают кнопку «Пуск» анализатора.

Через 6 с (после начала подачи звукового сигнала) нажимают кнопку «Отжиг НС» на лицевой панели УВН-1, при этом загорается соответствующий светодиод и горит все время, пока идет отжиг накопительного сорбента.

Снимают показания с цифрового табло анализатора. Производят удаление остатков пробы из нагревателя. Повторяют измерение фона до получения постоянной величины с учетом погрешности измерений.

Повторяют измерение содержания ртути в пробе.

4.12 Операции обработки и вычислений результатов измерений

Приводится описание способов обработки и получения результатов измерений, требования к представлению промежуточных и конечных результатов (число значащих цифр и т. д.). Если способы обработки результатов измерений установлены в других документах, в разделе приводят ссылки на эти документы.

В разделе при необходимости приводят данные, требуемые для получения результатов измерений (константы, таблицы, графики, уравнения и т. п.).

В разделе указывают требования о необходимости регистрации обработки результатов промежуточных измерений и при необходимости указывают форму такой регистрации.

Пример.

По градуировочной зависимости (п. _____ (указывается пункт методики, в котором описана процедура установления градуировочной зависимости)) находят содержание метанола в отгоне q , мг.

Массовую концентрацию метанола в анализируемой пробе воды X , мг/дм³, рассчитывают по формуле:

$$X = q \cdot (1000(1,2/V))$$

где q – содержание метанола в отгоне, найденное по градуировочной зависимости;

1,2 – коэффициент, учитывающий степень отгонки метанола из пробы воды;

V – объем взятой для отгонки воды, см³.

Если измерение проводилось после разбавления отгона, то в полученный результат вводят соответствующую поправку.

4.13 Алгоритм оценивания неопределенности измерения

Содержится процедура оценивания неопределенности результатов измерения или ссылка на документ, где она приведена.

4.14 Контроль лабораторного смещения

Приводится описание процедуры оценки лабораторного смещения и интерпретации полученных данных или ссылка на соответствующие документы (например, п. 5 ГОСТ Р 5725-4). Обязательно указываются требования к образцу, используемому в качестве эталонного материала.

Пример.

В качестве эталонного материала при оценке лабораторного смещения используются образцы продукции с известным содержанием витамина В₁ установленным другим стандартным методом, имеющим характеристики точности не меньше, чем у методики, описанной в настоящем документе. Если при расчетах лабораторное смещение признано значимым, то в результат измерения, рассчитанный в соответствии с п. ___ (указывается пункт методики, в котором описана процедура обработки и вычисления результатов измерений), вносится поправка, равная значению смещения: «+Δ» в случае положительного значения смещения и «-Δ» в случае отрицательного значения смещения. Оценка неопределенности проводится для результата измерения, полученного с учетом поправки.

4.15 Контроль стабильности результатов измерений лаборатории

Приводится описание процедуры контроля стабильности повседневных результатов измерений в лаборатории и стабильности результатов измерений,

полученных в условиях воспроизводимости, а также используемые для этих целей методы.

Возможна ссылка на соответствующие пункты ГОСТ Р 5725-6.

Пример.

Для контроля стабильности повседневных измерений концентрации железа в препарате осуществляют проверку стандартного отклонения в промежуточных условиях прецизионности с одним, двумя или тремя изменяющимися факторами (оператор, оборудование или время проведения измерений), полученными в пределах определенной лаборатории за достаточно длинный промежуток времени.

Для проверки стабильности результатов, получаемых в лаборатории, используются контрольные карты Шухарта и контрольные карты кумулятивных сумм. Порядок расчета указанных выше контрольных карт и интерпретации, отраженных в них данных, осуществляется в соответствии с п. 6.2. ГОСТ Р 5725-6.

4.16 Требования к оформлению результатов измерений

Указывается форма представления (приложение Б) результатов измерения характеристики по данной методике.

Пример.

Результат анализа по данной методике представляют по следующей формуле:

$$X = \pm 2 \cdot u_c,$$

где X – результат анализа, мг/100 г;

2 – коэффициент охвата для выбранного уровня доверия $p=0,95$;

u_c – суммарная неопределенность, мг/100 г.

Значения содержания фенола в пробе и суммарная неопределенность должны содержать одинаковое количество знаков после запятой. Результаты измерений оформляются по форме, установленной действующей в лаборатории системой регистрации данных, и должны включать следующую информацию:

- наименование (шифр) пробы;*
- дату проведения измерений;*
- результаты измерений, включая все необходимые данные и промежуточные расчеты;*
- результаты параллельных измерений;*
- средний результат измерений;*
- расхождение между параллельными определениями;*
- вывод о приемлемости;*
- результат анализа;*
- фамилию оператора.*

4.17 Приложения

Приводятся дополнительные данные и процедуры, использование выполнение которых необходимо для реализации методики. Приложения могут быть обязательные, рекомендуемые или справочные. Приложения могут содержать:

- алгоритм расчета градуировочной зависимости с использованием метода наименьших квадратов;*
- константы, таблицы, графики, уравнения и т. п. необходимые для обработки (вычисления) результатов измерений;*
- методику расчета неопределенности (приложение В);*
- форму протокола или журнала для регистрации результатов измерений.*

Список использованной литературы

1 ГОСТ Р ИСО 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений. Введ. : Госстандарт России, 23.04.2002. – 50 с.

2 ГОСТ Р ИСО 5725-3 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений. Введ. : Госстандарт России, 23.04.2002, – 38 с.

3 ГОСТ Р ИСО 5725-4 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений. Введ. : Госстандарт России, 23.04.2002, – 30 с.

4 ГОСТ 8.009-84 Государственная система обеспечения единства измерений. Нормируемые метрологические характеристики средств измерений. Введ. : Госстандарт СССР, 13.07.1984, – 27 с.

5 ГОСТ 19.701-90 Единая система программной документации. Схемы алгоритмов, программ, данных и систем. Обозначения условные и правила выполнения. Введ. : Государственный комитет СССР по управлению качеством продукции и стандартам, 26.12.1990, – 23 с.

6 ГОСТ Р ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения. Введ. : Госстандарт России, 23.04.2002, – 32 с.

7 ГОСТ Р ИСО 5725-5 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений. Введ. : Госстандарт России, 23.04.2002, – 58 с.

8 ГОСТ 8.010-2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения. Введ. : Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии, 22.11.2013, – 15 с.

9 Руководство по выражению неопределенности измерения /Пер. с англ. под науч. ред. проф. Слаева В. А. – СПб. : ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, 1999. – 134 с.

10 ГОСТ Р ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике. Введ. : Госстандарт России, 23.04.2002 – 50 с.

11 СТО 02069024.101–2015 РАБОТЫ СТУДЕНЧЕСКИЕ. Общие требования и правила оформления. Режим доступа: http://www.osu.ru/docs/official/standart/standart_101-2015_.pdf

12 ГОСТ Р 8.563-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

Приложение А
(обязательное)

Пример оформления титульного листа
«Методики выполнения измерений»

УТВЕРЖДАЮ	УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор	/ Генеральный директор
ООО "Центр "Маркетинг-экология"	"ЗАО НПФ "Сервэк"
Прокофьев М.Ю.	Степанов Н.Д.
2006 г.	" " " 2006 г.

Методика действительна только с оригинальной печатью разработчиков

МЕТОДИКА
ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ
МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ПАРОВ НЕФТЕПРОДУКТОВ,
ТЕХНИЧЕСКИХ СМЕСЕЙ И РАСТВОРИТЕЛЕЙ В ИСТОЧНИКАХ
ЗАГРЯЗНЕНИЯ АТМОСФЕРЫ И В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ
С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИНДИКАТОРНЫХ ТРУБОК
МВИ-2-05

Аттестована ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"

Свидетельство № 242/16 от 22.02.2006 г.

Экспертное заключение НИИ "Атмосфера"

России № 250/2/33-09 от 25.01.2006 г.

Санкт-Петербург

2006 г.

Приложение Б (обязательное)

Пример формы представления результатов измерения

Форма протокола результатов измерений.

ПРОТОКОЛ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ №

Измерения

(наименование объекта)

выполнены по заказу

(наименование и адрес заказчика)

в соответствии с МВИ № 2007.00.01/0 на анализаторе "Клевер-2"

При проведении измерений получены результаты, приведенные в таблице:

N пробы заказчика	Наименование пробы	Определяемый показатель	Результат измерения	Предел допускаемой погрешности
1	2	3	4	5

Приведенные результаты измерений справедливы для проб, приведенных в таблице. Распространять их на группу подобных проб не допускается.

Полная или частичная перепечатка протокола без разрешения руководителя Испытательной лаборатории не допускается.

Зав. испытательной лаборатории

Ф.И.О.

М.П. Оператор

Ф.И.О.

Приложение В (обязательное)

Пример методики расчета неопределенности

Оценивание неопределенности измерений массовой доли влаги (пример расчета неопределенности измерений)

Исходные данные:

1. Объект измерений – углекислый барий
2. Измеряемая величина – массовая доля влаги
3. Единицы измерений – процент (%)
4. Методика выполнения измерения – ГОСТ 2149-75 «Барий углекислый технический. Технические условия»
5. Метод измерений – метод высушивания пробы до постоянной массы

Этап 1. Составление функции измерений

Функция измерений для измеряемой величины составляется на основании принципа измерений, заложенного в методе измерений, и описанного для реализации в методике выполнения измерений.

Массовую долю влаги бария углекислого X в процентах вычисляют на основании ГОСТ 2149 (п.3.5) в соответствии с функцией измерений:

$$X = \frac{X_1 + X_2}{2} \cdot F, \% \quad (1)$$

$$X_i = \frac{m_{1i} - m_{2i}}{m_i} 100 = \frac{m_{1i} - m_{2i}}{m_{1i} - m_{cmi}} 100, \% \quad (2)$$

где X_i – массовая доля влаги i -ой пробы углекислого бария, %;

m_1 – масса стаканчика для взвешивания с навеской до высушивания, г;

m_2 – масса стаканчика для взвешивания с навеской после высушивания, г;

m – масса навески углекислого бария, г;

m_{cm} – масса стаканчика для взвешивания, г;

i – номер параллельной пробы, $i = 1, 2$;

F – поправочный множитель, учитывающий допускаемое расхождение между параллельными определениями.

Этап 2. Анализ входных величин

1) масса стаканчика для взвешивания с навеской до высушивания, m_1

Масса стаканчика для взвешивания с навеской до высушивания определяется путем взвешивания на весах лабораторных AV264C. При измерении влажности двух проб бария углекислого были получены следующие значения входной величины:

- для первой пробы $m_{1(1)} = 41,0055$ г,
- для второй пробы $m_{1(2)} = 41,3842$ г.

Неопределенность, связанную с величиной m_1 , оцениваем, используя данные производителя на весы. В паспорте на весы лабораторные AV264C для диапазона измерений до 50 г указаны пределы погрешности взвешивания $\pm 0,001$ г. Поскольку значение дано без доверительной вероятности, принимаем прямоугольное распределение значений погрешности взвешивания в этих границах. Стандартная неопределенность массы стаканчика для взвешивания с навеской до высушивания m_1 оценивается по типу В и составляет:

$$u(m_1) = \frac{\Delta}{\sqrt{3}} = \frac{0,001}{\sqrt{3}} = 0,00058 \text{ г.} \quad (3)$$

2) масса стаканчика для взвешивания, m_{cm}

Масса стаканчика для взвешивания определяется путем взвешивания на весах лабораторных AV264C. При измерении влажности двух проб бария углекислого были получены следующие значения входной величины:

- для первой пробы $m_{cm(1)} = 21,0034$ г,
- для второй пробы $m_{cm(2)} = 21,3822$ г.

Неопределенность массы стаканчика для взвешивания после высушивания обусловлена двумя факторами:

- погрешностью взвешивания стаканчика на весах;
- возможными отклонениями массы стаканчика после высушивания

вследствие нечеткого определения в методике выполнения измерений момента, в который масса стаканчика после высушивания будет являться постоянной величиной.

Стандартная неопределенность $u_1(m_{cm})$, связанная с погрешностью взвешивания, оценивается на основании данных производителя на весы лабораторные AV264C, определяется аналогично неопределенности величины m_1 и составляет $u_1(m_{cm}) = 0,00058$ г.

Стандартную неопределенность $u_2(m_{cm})$, обусловленную отклонениями массы стаканчика для взвешивания после высушивания, можно определить на основании информации о том, что разность между двумя последующими взвешиваниями стаканчика для взвешивания после сушки не должна превышать 0,002 г (принято лабораторией, поскольку ГОСТ 2149-75 четко не устанавливает момент, в который масса стаканчика после высушивания будет являться постоянной величиной). Это значение можно рассматривать как 95-% доверительный интервал для разности двух оценок величины, распределенной по нормальному закону распределения (предел повторяемости по СТБ ИСО 5725-6). Стандартная неопределенность $u_2(m_{cm})$ будет равна стандартному отклонению, рассчитанному на основании указанного интервала по типу В по формуле:

$$u_2(m_{cm}) = \frac{0,002}{2,8} = 0,00071 \text{ г.} \quad (4)$$

Суммарную стандартную неопределенность величины $m_{ст}$ находим путем суммирования квадратов стандартных неопределенностей перечисленных выше двух вкладов:

$$u(m_{cm}) = \sqrt{u_1^2(m_{cm}) + u_2^2(m_{cm})} = \sqrt{(0,00058)^2 + (0,00071)^2} = 0,00092 \text{ г.} \quad (5)$$

3) масса стаканчика для взвешивания с навеской после высушивания, m_2

Масса стаканчика для взвешивания с навеской после высушивания определяется путем взвешивания на весах лабораторных AV264C. При измерении влажности двух проб бария углекислого были получены следующие значения входной величины:

- для первой пробы $m_{2(1)} = 40,9850$ г,
- для второй пробы $m_{2(2)} = 41,3638$ г.

Неопределенность массы стаканчика для взвешивания с навеской после высушивания обусловлена двумя факторами:

- погрешностью взвешивания пробы на весах;
- возможными отклонениями массы пробы после высушивания вследствие нечеткого определения в методе испытаний момента, в который масса пробы после высушивания будет являться постоянной величиной.

Стандартная неопределенность $u_1(m_2)$, связанная с погрешностью взвешивания, оценивается на основании данных производителя на весы лабораторные AV264C, определяется аналогично неопределенности величины m_2 и составляет $u_1(m_2) = 0,00058$ г.

Стандартную неопределенность $u_2(m_2)$, обусловленную отклонениями массы стаканчика для взвешивания с навеской после высушивания, можно определить на основании информации о том, что разность между двумя последующими взвешиваниями стаканчика для взвешивания с навеской пробы бария углекислого после сушки не должна превышать 0,002 г (принято лабораторией, поскольку ГОСТ 2149-75 четко не устанавливает момент, в который масса пробы после высушивания будет являться постоянной величиной). Это значение можно рассматривать как 95-% доверительный интервал для разности двух оценок величины, распределенной по нормальному закону распределения (предел повторяемости по СТБ ИСО 5725-6). Стандартная неопределенность $u_2(m_2)$ будет равна стандартному отклонению, рассчитанному на основании указанного интервала по типу В по формуле:

$$u_2(m_2) = \frac{0,002}{2,8} = 0,00071 \text{ г.} \quad (6)$$

Суммарную стандартную неопределенность величины m_2 находим путем суммирования квадратов стандартных неопределенностей перечисленных выше двух вкладов:

$$u(m_2) = \sqrt{u_1^2(m_2) + u_2^2(m_2)} = \sqrt{(0,00058)^2 + (0,00071)^2} = 0,00092 \text{ г.} \quad (7)$$

4) поправочный множитель, учитывающий допускаемое расхождение между параллельными определениями, F

Значение оценки величины принимается равным единице: $F = 1$.

Стандартная неопределенность поправочного множителя рассчитывается на основании информации о допускаемом расхождении между параллельными определениями влажности, приведенными в ГОСТ 2149-75 (п.3.5.2). Приведенное допускаемое относительное расхождение составляет $r = 20 \%$ и рассматривается как 95-% доверительный интервал для разности двух оценок величины, распределенной по нормальному закону распределения. Стандартная неопределенность поправочного множителя будет равна стандартному отклонению, рассчитанному на основании указанного интервала, с учетом того, что за результат измерения принимают среднее арифметические определений двух параллельных проб, по типу В по формуле:

$$u(F) = \frac{r}{100\% \cdot 2,8\sqrt{2}} = \frac{20}{100\% \cdot 2,8\sqrt{2}} = 0,0505. \quad (8)$$

Этап 3. Анализ корреляций

Все входные величины рассматриваются как некоррелированные, поскольку получены независимо друг от друга в различных экспериментах.

Этап 4. Измеренное значение величины

Массовая доля влаги i -ой пробы углекислого бария рассчитывается по формуле (2):

$$X_1 = \frac{m_{1(1)} - m_{2(1)}}{m_{1(1)} - m_{cm(1)}} 100 = \frac{41,0055 - 40,9850}{41,0055 - 21,0034} \cdot 100 = 0,1025 \%,$$

$$X_2 = \frac{m_{1(2)} - m_{2(2)}}{m_{1(2)} - m_{cm(2)}} 100 = \frac{41,3842 - 41,3638}{41,3842 - 21,3822} \cdot 100 = 0,1020 \%.$$

Расхождение между результатами измерений двух параллельных проб не превышает допускового значения, установленного в ГОСТ 2149-75 (п.3.5.2):

$$|X_1 - X_2| = |0,1025 - 0,1020| = 0,0005 \leq 0,2 \cdot X_{cp} = 0,2 \cdot 0,1022 = 0,0204.$$

Массовая доля влаги бария углекислого X в процентах вычисляется в соответствии с функцией измерений (1):

$$X = \frac{X_1 + X_2}{2} \cdot F = \frac{0,1025 + 0,1020}{2} \cdot 1 = 0,1022 \text{ \%}.$$

Измеренное значение (оценку измеряемой величины) округляют до четырех знаков после запятой (принято лабораторией, поскольку ГОСТ 2149-75 четко не устанавливает требования к округлению результата измерения).

Этап 5. Суммарная стандартная неопределенность

Стандартную неопределенность измеряемой величины X получаем по закону распространения неопределенностей путем суммирования квадратов произведений стандартных неопределенностей всех влияющих величин, входящих в функции измерений (1) и (2), на соответствующие коэффициенты чувствительности:

$$u(X) = \sqrt{c_1^2 u^2(m_1) + c_2^2 u^2(m_2) + c_3^2 u^2(m_{cm}) + c_4^2 u^2(F)}, \text{ \%} \quad (9)$$

где коэффициенты чувствительности рассчитываются как частные производные функции измерений по входным величинам:

$$c_1 = \frac{100 \cdot (m_2 - m_{cm})}{(m_1 - m_{cm})^2} = \frac{100 \cdot (40,9850 - 21,0034)}{(41,0055 - 21,0034)^2} = 4,994 \text{ г}^{-1}; \quad (10)$$

$$c_2 = \frac{-100}{m_1 - m_{cm}} = \frac{-100}{41,0055 - 21,0034} = -4,999 \text{ г}^{-1}; \quad (11)$$

$$c_3 = \frac{100 \cdot (m_1 - m_2)}{(m_1 - m_{cm})^2} = \frac{100 \cdot (41,0055 - 40,9850)}{(41,0055 - 21,0034)^2} = 0,0051 \text{ г}^{-1}; \quad (12)$$

$$c_4 = X = 0,1022 \text{ \%}. \quad (13)$$

Примечание – Для вычисления коэффициентов чувствительности можно использовать либо минимальные значения масс, полученные при измерении массовой доли влаги i -ой пробы бария углекислого, либо результаты измерений масс, полученные на

определенной пробе бария углекислого. В данном примере коэффициенты чувствительности рассчитываются на основании результатов измерений масс для первой пробы.

Суммарная стандартная неопределенность составит

$$u(X) = \sqrt{(4,994)^2 \cdot (0,00058)^2 + (-4,999)^2 \cdot (0,00092)^2 + (0,0051)^2 \cdot (0,00092)^2 + (0,1022)^2 \cdot (0,0505)^2} = 0,000766 \text{ \%}.$$

Этап 6. Бюджет неопределенности

В таблице представлен бюджет неопределенности для измеряемой величины.

Таблица 1 – Бюджет неопределенности

Величина, X_j	Единица измерений	Значение оценки	Интервал, в котором находится значение	Тип неопределенности	Распределение вероятностей	Стандартная неопределенность $u(x_j)$	Коэффициент чувствительности, c_j	Вклад в неопределенность, % $c_j \cdot u(x_j)$
m_1	г	41,0055	$\pm 0,001$	В	прямоуг.	0,00058	$4,994 \text{ г}^{-1}$	0,00288
		41,3842						
m_2	г	40,9850	$\pm 0,003$	В	приблизит. нормальн.	0,00092	$-4,999 \text{ г}^{-1}$	-0,00459
		41,3638						
$m_{см}$	г	21,0034	$\pm 0,003$	В	приблизит. нормальн.	0,00092	$0,0051 \text{ г}^{-1}$	0,000005
		21,3822						
F	-	1,0	0,20	В	нормальн.	0,0505	0,1022 %	0,00517
X_i	%	0,1025						
		0,1020						
X	%	0,1022				0,000766		

Вклад в неопределенность от j -ой входной величины рассчитывается как произведение стандартной неопределенности этой величины на соответствующий коэффициент чувствительности.

Этап 7. Расширенная неопределенность

Расширенную неопределенность U получаем умножением суммарной стандартной неопределенности на коэффициент охвата k , который выбирается равным 2 при уровне доверия приблизительно 95 % в предположении нормального распределения вероятностей измеряемой величины:

$$U = k \cdot u(X) = 2 \cdot 0,000766 = 0,00153 \approx 0,0016 \text{ \%} \quad (14)$$

Этап 8. Представление результата измерения

Результат измерения массовой доли влаги углекислого бария представляют в виде:

«Массовая доля влаги бария углекислого составила $(0,1022 \pm 0,0016)$ %, где число, следующее за знаком \pm , является численным значением расширенной неопределенности, которая получена умножением суммарной стандартной неопределенности на коэффициент охвата $k = 2$, основанный на предполагаемом нормальном распределении, и определяет интервал, соответствующий вероятности охвата приблизительно 95 %».