

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ «ЖИТОМИРСЬКА ПОЛІТЕХНІКА»
Факультет комп'ютерно-інтегрованих технологій, мехатроніки і робототехніки
Кафедра інформаційно-вимірювальних технологій

ПОЯСНЮВАЛЬНА ЗАПИСКА

до кваліфікаційної роботи

магістра

**на тему: Розробка методологічного забезпечення калібрувальної лабора-
торії з калібрування іонометрів**

Виконав: сту- 2 курсу, групи ІВТ-2м
дент

Спеціальності: 175 «Інформаційно-вимірні технології»

Мельник А.Ю.

(прізвище та ініціали)

Керівник: зав. кафедри ІВТ

доктор технічних наук, професор

Подчащинський Ю.О.

(науковий ступінь, вчене звання, посада, прізвище та ініціали)

Рецензент:

(науковий ступінь, вчене звання, посада, прізвище та ініціали)

Житомир – 2024

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ «ЖИТОМИРСЬКА ПОЛІТЕХНІКА»
Факультет комп'ютерно-інтегрованих технологій, мехатроніки і робототехніки
Кафедра інформаційно-вимірювальних технологій

Спеціальність 175 «Інформаційно-вимірювальних технологій»

ЗАТВЕРДЖУЮ

Завідувач кафедри Інформаційно-вимірювальних технологій

д.т.н., професор Подчашинський Ю.О.

« _____ » _____ 2024 р.

ЗАВДАННЯ
на кваліфікаційну роботу магістра

Студент _____ Мельник Артем Юрійович

1. Тема роботи: Розробка методологічного забезпечення калібрувальної лабораторії з калібрування іонометрів

лабораторії з калібрування іонометрів

Керівник роботи: зав. кафедри ІВТ доктор технічних наук, професор Подчашинський Ю.О.

затверджена наказом по університету від « 14 » листопада 2024 р. № 654/с

2. Термін здачі закінченої роботи на кафедру « 20 » грудня 2024р.

3. Вихідні дані до роботи визначення та аналіз поточного стану методологічного забезпечення випробувального центру та калібрувальної лабораторії; розробка алгоритмічно-програмного забезпечення, що реалізує процес валідації методик випробування та калібрування іонометрів

4. Зміст пояснювальної записки (перелік питань, які підлягають розробці) огляд та аналіз методів калібрування іонометрів, розробка автоматизованого робочого місця інженера-метролога, огляд іонометрії та іонометрики, розробка порядку оцінювання невизначеності, розробка методів вимірювань що використовувались при калібруванні засобів вимірювальної техніки, оформлення методології проведення валідації методики, оформлення нагляду за процесом вимірювань.

5. Перелік графічного матеріалу (з точним визначенням обов'язкових креслень) Огляд процедури оцінювання придатності (валідації) методик

6. Консультанти з кваліфікаційної роботи бакалавра із зазначенням розділів роботи, що їх стосуються

Розділ	Консультант	Підпис, дата	
		Завдання ви- дав	Завдання прийняв
1-10	Подчашинський Ю.О.		

7. Дата видачі завдання _____

Календарний план

№ з/п	Назва етапів кваліфікаційної роботи	Термін виконання етапів роботи	Примітка
1	Узгодження технічного завдання	25.08.24 – 15.09.24	Виконано
2	Огляд та аналіз методів калібрування іонометрів	25.08.24 – 15.09.24	Виконано
3	Розробка автоматизованого робочого місця інженера-метролога	16.09.24 – 15.10.24	Виконано
4	Огляд іонометрії та іонометрики	16.10.24 – 24.10.24	Виконано
5	Розробка порядку оцінювання невизначеності	25.10.24 – 09.11.24	Виконано
6	Розробка методів вимірювань що використовувались при калібруванні засобів вимірювальної техніки	10.11.24 – 24.11.24	Виконано
7	Огляд валідації методів	25.11.24 – 03.12.24	Виконано
8.	Огляд процедури оцінювання придатності (валідації) методик	04.12.24 – 15.12.24	Виконано
9	Оформлення методології проведення валідації методики	03.12.24 – 17.12.24	Виконано
10	Оформлення нагляду за процесом вимірювань	03.12.24 – 17.12.24	Виконано
11	Оформлення пояснювальної записки та презентаційного матеріалу	03.12.24 – 17.12.24	Виконано

Студент

Мельник А.Ю.

(підпис)

(прізвище та ініціали)

Керівник роботи

Подчашинський Ю.О

(підпис)

(прізвище та ініціали)

АНОТАЦІЯ

В даній кваліфікаційній роботі було покращено розроблене методологічне забезпечення калібрувальної лабораторії з калібрування іонометрів. Покращено розроблену систему, що дозволяє автоматизувати процес калібрування іонометрів. Данне калібрувальне забезпечення можна використовувати в метрологічних калібрувальних лабораторіях для пришвидшення і полегшення процесу роботи.

Ключові слова: іонометрія, іонометр, валідація, вимірювання.

ABSTRACT

In this qualification work, the developed methodological support of the calibration laboratory for the calibration of ionometers was analyzed. The developed system has been improved, allowing to automate the process of calibration of ionometers. This calibration support can be used in metrological calibration laboratories to speed up and facilitate the work process.

Key words: ionometry, ionometer, validation, measurement.

РЕФЕРАТ

Кваліфікаційна робота представлена пояснювальною запискою в обсязі 91 сторінок формату А4, записка містить вступ, основну частину, що складає десять розділів, висновки, список використаних джерел та додатків. Темою роботи є розробка методологічного забезпечення калібрувальної лабораторії з калібрування іонометрів.

Перший розділ містить основні завдання та вимоги до програми, а саме: підстава для розробки, призначення та галузь застосування, умови експлуатації, вимоги до розробки.

Другий розділ містить огляд законодавчих вимоги до діяльності системи технічного регулювання.

Третій розділ містить розробку автоматизованого робочого місця інженера-метролога.

Четвертий розділ містить огляд іонометрії та іонометрики.

П'ятий розділ містить огляд розробки порядку оцінювання невизначеності.

Шостий розділ містить огляд розробки методів вимірювань що використовувались при калібруванні засобів вимірювальної техніки.

Сьомий розділ містить огляд валідації методів.

Восьмий розділ містить огляд процедури оцінювання придатності (валідації) методик.

Дев'ятий розділ містить оформлення методології проведення валідації методики.

Десятий розділ містить оформлення нагляду за процесом вимірювань.

Останній розділ містить данні про електронний журнал повірок з автоматичним заповненням свідоцтв про повірку.

ЗМІСТ

Вступ	7
1. ЗАКОНОДАВЧІ ВИМОГИ ДО ДІЯЛЬНОСТІ СИСТЕМИ ТЕХНІЧНОГО РЕГУЛЮВАННЯ	10
2. АВТОМАТИЗОВАНЕ РОБОЧЕ МІСЦЕ ІНЖЕНЕРА-МЕТРОЛОГА КАЛІБРУВАЛЬНОЇ ЛАБОРАТОРІЇ.....	14
3. ІОНОМЕТРІЯ ТА ІОНОМЕТРИ.....	21
3.1. Іонометрія.....	21
3.2 Іонометри.....	26
3.2.1. Іономір-аналізатор іонів АІ-123.....	26
3.2.2. Іономір лабораторний АІ-125.....	29
4. ПОРЯДОК ОЦІНЮВАННЯ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ.....	32
5. МЕТОДИ ВИМІРЮВАНЬ, ЩО ВИКОРИСТОВУЄТЬСЯ ПРИ КАЛІБРУВАННІ ЗАСОБІВ ВИМІРЮВАЛЬНОЇ ТЕХНІКИ.....	33
6. ВАЛІДАЦІЯ МЕТОДІВ	35
7. ПРОЦЕДУРА ОЦІНЮВАННЯ ПРИДАТНОСТІ (ВАЛІДАЦІЇ) МЕТОДИК.....	44
8. МЕТОДОЛОГІЯ ПРОВЕДЕННЯ ВАЛІДАЦІЇ МЕТОДИКИ ..	49
9. НАГЛЯД ЗА ПРОЦЕСОМ ВИМІРЮВАННЯ.....	54
10. ЕЛЕКТРОННИЙ ЖУРНАЛ ПОВІРОК З АВТОМАТИЧНИМ ЗАПОВНЕННЯМ СВІДОЦТВ ПРО ПОВІРКУ	57
ВИСНОВКИ	61
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ	62
ДОДАТКИ.....	63

ВСТУП

Актуальність теми. Метрологічна система України є однією з основних складових системи технічного регулювання, яка забезпечує єдність і точність вимірювань у державі. Це має надзвичайно важливе значення для забезпечення достовірності наукових, промислових і соціально-економічних процесів. Єдність вимірювань сприяє не лише захисту прав громадян, але й забезпеченню національної безпеки, сталого розвитку економіки, підвищенню якості продукції та конкурентоспроможності українських виробників на міжнародному ринку.

Нормативно-правовою основою функціонування метрологічної системи є Закон України «Про метрологію та метрологічну діяльність», який визначає правові та організаційні засади забезпечення єдності вимірювань у різних сферах діяльності. Цей закон регламентує права та обов'язки суб'єктів господарювання, зокрема їхню відповідальність за дотримання встановлених вимог у сфері метрології.

Одним із ключових напрямів метрологічної діяльності є метрологічний нагляд, який передбачає перевірку дотримання суб'єктами господарювання положень законодавства, технічних регламентів та інших нормативно-правових актів у цій сфері. Такий нагляд спрямований на виявлення та попередження порушень, які можуть призвести до неточних вимірювань, що, у свою чергу, може завдати шкоди споживачам або економіці загалом.

Таким чином, розвиток і вдосконалення метрологічної системи України є важливим кроком до забезпечення точності вимірювань, захисту інтересів громадян і створення умов для інтеграції країни у світову економіку.

Об'єктом дослідження є методологічна база для проведення випробування засобів вимірювальної техніки.

Предметом дослідження є нормативна база, що використовуються у роботі випробувального центру та калібрувальної лабораторії;

Метою даної роботи є покращення алгоритмічно-програмного забезпечення, що реалізують створення методологічної та нормативної документації для роботи випробувальних центрів та калібрувальних лабораторій.

Покращенню алгоритми оцінювання збіжності та відтворюваності результатів випробування для оцінювання якості роботи лабораторії.

Покращенню алгоритмічно програмний комплекс для реалізації процесу валідації методик випробування та калібрування засобів вимірювальної техніки.

Використана методика дослідження. Методологічною основою дослідження є теоретико-методологічні положення про діалектичну єдність національного і загальнолюдського, об'єктивно-закономірний характер суспільних явищ, розвиток особистості в полікультурному просторі; загальнонаукові принципи історизму, системності, послідовності, об'єктивності.

Методи дослідження – загальнонаукові: аналіз, синтез, узагальнення, порівняння, систематизація, індукція, дедукція; історичні: історико-структурний (членування досліджуваних феноменів минулого), конструктивно-генетичний (спостереження за зміною феномена у просторі і часі, встановлення його науково обґрунтованої періодизації), історико-компаративістський (визначення регресу і прогресу різних явищ минулого); статистичні.

Галузь застосування результатів наукової роботи, представлених у вигляді програмних розробок, охоплює лабораторії, які у своїй діяльності потребують проведення регулярної перевірки точності та правильності отримуваних результатів. Це є особливо важливим для підвищення якості продукції та послуг, параметри яких контролюються за допомогою вимірювальних процедур.

Отримані результати сприяють вдосконаленню процесів автоматизації вимірювань фізичних величин, що дозволяє створювати швидкодіючі та високоточні засоби вимірювання. Такі розробки мають широкий спектр застосувань, включаючи промисловість, транспорт і моніторинг екологічних параметрів довкілля. Зокрема, автоматизація та підвищення точності вимірювань допомагають забезпечити надійний контроль за якістю продукції, оптимізувати виробничі процеси, покращувати безпеку транспорту та сприяти екологічній безпеці.

Таким чином, впровадження розробок у цій галузі має вагомий вплив на розвиток науково-технічного прогресу, підвищення конкурентоспроможності підприємств та забезпечення сталого розвитку суспільства.

1. ЗАКОНОДАВЧІ ВИМОГИ ДО ДІЯЛЬНОСТІ СИСТЕМИ ТЕХНІЧНОГО РЕГУЛЮВАННЯ

У Законі України «Про метрологію та метрологічну діяльність» дано визначення основних термінів щодо діяльності метрологічних калібрувальних лабораторій:

1) вторинний еталон - еталон, установлений шляхом калібрування за первинним еталоном для величини того самого роду;

2) державний еталон - первинний або вторинний еталон, що перебуває в державній власності;

3) експертна перевірка засобів вимірювальної техніки - перевірка, яка проводиться у разі виникнення спірних питань щодо метрологічних характеристик, придатності до застосування і правильності експлуатації засобів вимірювальної техніки;

4) еталон - реалізація визначення даної величини із встановленим значенням величини та пов'язаною з ним невизначеністю вимірювання, що використовується як основа для порівняння. Еталони можуть бути первинними, вторинними та робочими;

5) єдність вимірювань - стан вимірювань, за якого їх результати виражаються в одиницях вимірювання, визначених цим Законом, а характеристики похибок або невизначеності вимірювань відомі з певною ймовірністю і не виходять за встановлені границі;

6) засоби вимірювальної техніки - засоби вимірювань, вимірювальні системи, матеріальні міри, стандартні зразки та будь-які частини засобів вимірювань або вимірювальних систем, якщо ці частини можуть бути об'єктом спеціальних вимог та окремого оцінювання відповідності;

9) калібрувальна лабораторія - підприємство, організація або їх відокремлений підрозділ, що здійснює калібрування засобів вимірювальної техніки;

10) калібрування - сукупність операцій, за допомогою яких за заданих умов на першому етапі встановлюється співвідношення між значеннями величини, що забезпечуються еталонами з притаманними їм невизначеностями вимірювань, та відповідними показами з пов'язаними з ними невизначеностями вимірювань, а на другому етапі ця інформація використовується для встановлення співвідношення для отримання результату вимірювання з показу;

11) категорія законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки - сукупність законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки того самого призначення;

12) метрологічна діяльність - діяльність, пов'язана із забезпеченням єдності вимірювань;

13) метрологічна простежуваність (простежуваність) - властивість результату вимірювань, яка полягає в тому, що цей результат може бути пов'язаний з еталоном через задокументований нерозривний ланцюг калібрувань, кожне з яких робить свій внесок у невизначеність вимірювання;

14) метрологія - наука про вимірювання та їх застосування;

16) первинний еталон - еталон, установлений з використанням первинної референтної методики вимірювань або створений як артефакт, обраний за угодою;

17) періодична повірка засобів вимірювальної техніки - повірка, що проводиться протягом періоду експлуатації засобів вимірювальної техніки через встановлений проміжок часу (міжповірочний інтервал);

18) повірка засобів вимірювальної техніки - сукупність операцій, що включає перевірку та маркування та/або видачу документа про повірку засобу вимірювальної техніки, які встановлюють і підтверджують, що зазначений засіб відповідає встановленим вимогам;

19) повірочна лабораторія - підприємство чи організація або їх відокремлений підрозділ, що проводить повірку засобів вимірювальної техніки;

В статті 27 Закону України «Про метрологію та метрологічну діяльність» вказано, що:

1. Калібруванню в добровільному порядку можуть підлягати засоби виміральної техніки, які застосовуються у сфері та/або поза сферою законодавчо регульованої метрології. Калібруванню також підлягають вторинні та робочі еталони.

2. Калібрування засобів виміральної техніки проводиться:

- науковими метрологічними центрами;
- метрологічними центрами, калібрувальними лабораторіями, акредитованими національним органом України з акредитації;
- метрологічними центрами, калібрувальними лабораторіями, які мають документально підтверджену простежуваність своїх еталонів до національних еталонів, еталонів інших держав або міжнародних еталонів відповідних одиниць вимірювання.

Калібрування вторинних та робочих еталонів здійснюється у відповідності до порядку, визначеного нормативно-правовими актами центрального органу виконавчої влади, відповідального за формування державної політики у сфері метрології та метрологічної діяльності. Усі процеси калібрування, включаючи оформлення його результатів, виконуються відповідно до національних стандартів, гармонізованих з міжнародними та європейськими стандартами, а також із документами, затвердженими міжнародними та регіональними метрологічними організаціями.

Метрологічна діяльність, як і будь-який інший процес, потребує високої якості виконання робіт та належного контролю. Особливу увагу приділяють методології проведення калібрування, випробувань і повірок. Чітке дотримання методик вимірювань, протоколювання результатів, а також періодична перевірка правильності виконаних операцій і обчислень є ключовими умовами забезпечення точності й достовірності вимірювань.

Зважаючи на складність і відповідальність таких робіт, автоматизація процесів є актуальним напрямом розвитку метрології. Автоматизація дозволяє мінімізувати людський фактор, зменшити кількість можливих помилок при виконанні розрахунків, а також забезпечити ефективне формування протоколів і звітних документів.

Розробка автоматизованого робочого місця (АРМ) інженера-метролога стає важливим кроком для підвищення якості виконання метрологічних робіт. Таке АРМ сприятиме:

- швидшій обробці результатів вимірювань,
- автоматичному формуванню необхідної документації,
- забезпеченню точності розрахунків і зменшенню впливу людського фактора.

Впровадження АРМ забезпечить ефективніше використання ресурсів, підвищення продуктивності праці та гарантує відповідність вимогам сучасних стандартів, що є важливим для розвитку національної метрологічної системи та її інтеграції у міжнародний простір.

2. АВТОМАТИЗОВАНЕ РОБОЧЕ МІСЦЕ ІНЖЕНЕРА-МЕТРОЛОГА КАЛІБРУВАЛЬНОЇ ЛАБОРАТОРІЇ

Автоматизоване робоче місце (АРМ) об'єднує програмно-апаратні засоби, що забезпечують взаємодію людини з комп'ютером, надає можливість введення інформації (через клавіатуру, комп'ютерну мишку, сканер тощо) та її виведення на екран монітора, принтер, плотер, звукову плату, динаміки або інші пристрої виведення.

АРМ оператора входить до складу автоматизованої системи керування.

АРМ у системі управління — це проблемно орієнтований комплекс технічних, програмних, лінгвістичних засобів, установлений безпосередньо на робочому місці користувача, що використовується для автоматизації операцій взаємодії користувача з комп'ютером у процесі проектування та реалізації завдань.

Призначення АРМ. Використання АРМ спрямоване на:

- вирішення певного класу завдань, об'єднаних загальною технологією обробки інформації, єдністю режимів роботи й експлуатації, що характерно для фахівців різноманітних напрямків;
- формалізацію професійних знань, тобто можливість надання за допомогою АРМ самостійно автоматизувати нові функції і вирішувати нові завдання в процесі накопичення досвіду роботи з системою;
- модульна побудова, що забезпечує сполучення АРМ з іншими елементами системи обробки інформації, а також модифікацію і нарощування можливостей АРМ без переривання його функціонування;
- ергономічність, тобто створення для користувача комфортних умов праці і дружнього інтерфейсу спілкування з системою.

Класифікація АРМ. За рівнем управління:

- АРМ вищих керівників — директора, його заступників, головного бухгалтера, а також керівників середнього та нижчого рівнів управління;

- АРМ спеціалістів — АРМ інспекторів, бухгалтерів, економістів; нормувальників, диспетчерів, інженерів та ін.
- АРМ технічних виконавців — бригадирів, майстрів, секретарів тощо.

За рівнем формою організації праці працівників на персональних комп'ютерах:

- Індивідуальні АРМ;
- Колективні АРМ;

За рівнем використання:

- АРМ нижчого рівня;
- АРМ середнього рівня;
- АРМ вищого рівня.

Класифікація АРМ залежить від: сфери використання (наукова діяльність, проектування, виробничо-технологічні процеси, менеджмент тощо); типу ЕОМ (електронно-обчислювальної машини: мікро-, міні-, макроЕОМ); режиму експлуатації (індивідуальний, груповий, мережевий).

Основні ознаки АРМ:

- доступність користувача до сукупності технічних, програмних, інформаційних засобів;
- розміщення обчислювальної техніки безпосередньо на робочому столі користувача;
- можливість створення та вдосконалення проектів автоматизованої обробки даних у конкретній сфері діяльності;
- здійснення обробки даних самим користувачем.

Структура АРМ. Структура та склад елементів будь-якого АРМ залежить від його призначення, складу розв'язуваних задач, структури програмного забезпечення, способу фіксації даних у первинних документах тощо.

Функціональна частина АРМ є складовим компонентом його структури, яка визначає основні функції фахівця з персоналу, а також процес функціонування АРМ у часі, як процес взаємодії елементів, що забезпечують безперебійну роботу оператора. Функціональна частина АРМ містить опис сукупності взаємопов'язаних завдань, які враховують усі види формалізованої діяльності працівника. Завдання — це частина функції управління, під якою розуміють алгоритм або сукупність алгоритмів — формування вихідних документів, які мають певне функціональне призначення в управлінні конкретним об'єктом.

Технологічний процес на АРМ складається з таких етапів:

- збирання даних і введення їх у ПК;
- створення ІБ;
- оброблення інформації на ПЕОМ; видача результатної інформації;
- зберігання інформації (в тому числі інформації минулих періодів).

Принципи роботи АРМ. В основу організації системи управління з використанням АРМів мають бути покладені такі принципи:

- автоматизоване оброблення облікових даних у реальному часі безпосередньо на робочих місцях фахівців з праці;
- взаємодія фахівця з праці з ІС в діалоговому режимі;
- організація первинних документів на носіях, що читаються машиною;
- формування і видача результативної інформації в режимі запиту і необхідному для фахівця з праці обсязі.

Функції АРМ. Основними функціями АРМ можуть бути:

- введення, нагромадження та зберігання інформації;
- її пошук за заданими ознаками;
- виконання прикладних програм оброблення інформації;
- видача результатів у потрібному вигляді;
- контроль усіх етапів оброблення інформації;

- автоматичне протоколювання робочих процесів;
- відображення інформації та результатів її оброблення на екрані ПЕОМ тощо.

Діяльність випробувальних, повірочних та калібрувальних лабораторій передбачає виконання експертних дій, на основі яких визначається, чи може конкретна продукція або матеріали бути допущені на ринок, чи ні. Ці організації після проведених досліджень визначають не лише якість продукції, але й її безпеку для використання, точність засобів вимірювальної техніки, а також стан обладнання, що застосовується на підприємствах. Враховуючи це, автоматизація обчислювальних процесів в діяльності таких лабораторій є важливою складовою для забезпечення високої якості й ефективності роботи, що є актуальним у сучасних умовах технологічного розвитку.

З огляду на те, що повірочні, калібрувальні та випробувальні лабораторії застосовують спільні стандарти та виконують аналогічні пункти стандартів, далі в тексті буде використовуватися термін «випробувальна лабораторія» як узагальнююче поняття, що включає весь комплекс лабораторій, які здійснюють перевірку, калібрування та випробування характеристик засобів вимірювальної техніки, а також допоміжного обладнання, яке використовується у різних технологічних процесах та процесах контролю.

Випробувальні лабораторії повинні працювати відповідно до стандартів міжнародного та національного рівня. Це є основним фактором, який забезпечує достовірність, точність та надійність результатів, які лабораторії надають своїм замовникам. Крім того, приведення роботи випробувальних лабораторій до єдиної системи стандартів дозволяє забезпечити взаємне визнання їхніх висновків серед учасників ринку, що підвищує їхню значущість і вплив.

З метою забезпечення належної якості та відповідності вимогам, в Україні проводиться акредитація випробувальних і калібрувальних лабораторій. Акредитована лабораторія вважається компетентним органом, і її висновки, надані за результатами досліджень, є надійними та обґрунтованими. Замовники, які звертаються за експертизою якості та безпеки продукції, а також для оцінювання точностних параметрів засобів вимірювальної техніки, звертають особливу увагу на наявність статусу акредитації в лабораторії. Клієнти часто обирають ті лабораторії, технічні компетентності яких підтверджені державними органами контролю та нагляду, а також акредитаційними компаніями, що є важливою умовою для забезпечення високої довіри до результатів вимірювань і оцінок.

Процедура акредитації. Акредитація лабораторії — процедура, яка передбачає встановлення відповідності діяльності випробувальної лабораторії міжнародним і національним стандартам.

Акредитація – це процес з підготовки документів, обладнання та приміщення, результатом якого є офіційне визнання органом по акредитації компетентності лабораторії на виконання робіт з підтвердження відповідності, калібрування, випробувань.

Орган, що має право проводити акредитацію є Національне агенство з акредитації України, яке відповідає встановленим вимогам щодо незалежності, неупередженості та відсутності конфліктів інтересів.

Акредитація набула найбільшого поширення в сфері надання професійних послуг з випробування, калібрування та клінічної діагностики, як інструмент оцінки якості. За допомогою такого інструменту споживач може легко оцінити якість послуг та рівень компетентності організації.

Організації, що акредитують лабораторії щодо їх компетентності в проведенні досліджень і калібрування, повинні використовувати стандарт ISO/IEC 17025 в якості основи для своєї оцінки та акредитації.

Стандарт ISO / IEC 17025 детально описує вимоги, яким повинні відповідати лабораторії для гарантії своєї компетентності з технічної точки зору та можливості видавати дійсні результати.

Акредитація випробувальних лабораторій здійснюється НААУ — Національним агентством з акредитації в Україні.

У своїй діяльності НААУ керується Законом України «Про акредитацію органів з оцінки відповідності», а також враховує європейські і міжнародні стандарти, прийняті у сфері акредитації ООС — органів оцінки відповідності. Ними ж визначається порядок проведення цієї процедури.

Узагальнені вимоги стандарту, на перший погляд, дуже спрощують процедуру впровадження системи, однак організація повинна встановити заходи, які визначають використання політики якості, цілей, результатів внутрішнього аудиту, аналізів даних, проводячи коригувальні та запобіжні дії і аналізування з боку керівництва для сприяння постійному поліпшенню.

В Україні прийняті нормативні акти, згідно з якими відбувається акредитація випробувальних лабораторій. ДСТУ ISO 17025:2017 — базовий для оцінки діяльності випробувальних лабораторій. До подачі заявки на проведення акредитації ООС повинен впровадити цей стандарт у свою діяльність, привести у відповідність всю документальну базу, подбати про належну поінформованість персоналу, провести навчання співробітників.

Дія стандарту поширюється на лабораторії як самостійні організації або такі, що входять до структури окремих підприємств, можуть бути частиною інспекційного або сертифікаційного центру (органу), не акцентуючи увагу на кількість персоналу, діяльності у сфері випробовування та калібрування.

Використання ISO / IEC 17025 полегшує співпрацю між лабораторією та органами, організаціями, сприяючи обміну інформацією, досвідом і гармонізації процедур.

Стандарт ISO 17025.

У 2017 році було змінено стандарт ISO 17025, враховуючи розвиток систем управління якістю, розвиток та ускладнення технологічних та вимірних систем, вдосконалення систем обробки та передачі даних.

ISO/IEC 17025 дозволяє лабораторіям продемонструвати свою компетентність, підвищуючи впевненість у своїй роботі як на національному рівні, так і в усьому світі. Це також полегшує співпрацю між лабораторіями та іншими органами, сприяючи більш широкому прийняттю результатів оцінки відповідності між країнами.

Попередня версія ISO/IEC 17025 була опублікована в 2005 році, і з тих пір змінилися ринкові умови та технології. Нова версія охоплює технічні зміни, словник та розробки IT технологій. Вона також враховує останню версію ISO 9001.

3. ІОНОМЕТРІЯ ТА ІОНОМЕТРИ

3.1. Іонометрія

Іонометрія – це вибіркове вимірювання концентрації іонів певних хімічних елементів у розчинах.

Аналогічно, як і концентрацію іонів водню, активну концентрацію іонів інших хімічних елементів оцінюють від'ємним логарифмом активності цих іонів, тобто показником pM (тут M – хімічний елемент, концентрацію іонів якого вимірюють).

Розвиток іонометрії зумовив появу іоноселективних електродів (ІСЕ) – нового покоління електродних сенсорів, здатних вибірково визначати концентрацію певних іонів у розчинах. На початкових етапах розвитку цього напрямку основні зусилля були спрямовані на пошук нових матеріалів для електродів та удосконалення їх конструкцій.

Згодом акцент змістився на вивчення фундаментальних аспектів роботи ІСЕ:

- аналіз іонної селективності;
- дослідження механізмів електродних реакцій;
- удосконалення методів застосування.

Особлива увага приділялась розширенню сфер використання цих сенсорів. ІСЕ знайшли широке застосування в таких галузях, як:

- клінічна практика (аналіз крові, сечі та інших біологічних рідин);
- екологічний моніторинг (контроль якості води, аналіз ґрунтів і атмосферних забруднень).

Іоноселективні електроди стали важливим інструментом аналітичної хімії, забезпечуючи високу чутливість, вибіркковість і зручність використання в різних наукових і прикладних дослідженнях.

Виникнення нових аналітичних методів, що ґрунтуються на використанні іонселективних електродів (ІСЕ), зумовлено їх широкими можливостями для дослідження активності різних іонів, таких як натрій, калій, кальцій, а також для виявлення фторид-, хлорид-, нітрат- і сульфідів. ІСЕ забезпечують високу точність вимірювань та можуть бути застосовані для аналізу органічних сполук, таких як амігдалін, холестерин, сечовина та інші біологічно важливі речовини. Крім того, вони використовуються для визначення концентрації розчинених газів, наприклад, аміаку, оксидів азоту, діоксиду вуглецю, що є важливим для різних галузей науки та промисловості.

Іонометрія, як метод, має кілька переваг порівняно з іншими фізико-хімічними методами досліджень, серед яких варто відзначити її відносну простоту та зручність використання. Завдяки наявності портативних варіантів ІСЕ та спеціалізованого іонометричного обладнання, дослідження можна проводити не лише в лабораторних умовах, але й безпосередньо на підприємствах, в клінічних закладах, а також у польових умовах. Це дозволяє оперативно контролювати важливі показники, такі як рівні рН, натрію (pNa), калію (pK) в крові, що особливо важливо під час післяопераційного спостереження за станом пацієнтів.

Отже, використання ІСЕ у різних галузях діяльності стає дедалі вагомішим. На жаль, в Україні такі прилади не випускаються, хоча для цього є відповідна науково-теоретична база, створена відомим вченим Б.П. Нікольським.

Оскільки основними вимірювальними елементами в іонометрії є іоноселективні електроди, зупинимось на їх сучасному стані та можливостях використання в іонометрії.

Іоноселективний електрод - це електрохімічний перетворювач, призначений для потенціометричного визначення активності певних іонів,

здебільшого у водних розчинах, а в окремих випадках і у неводних середовищах (в останньому випадку є необхідність введення так званого індеферентного електроліта).

Типова електродна система іонометра складається з вимірювального ІСЕ та електрода порівняння (рис. 5).

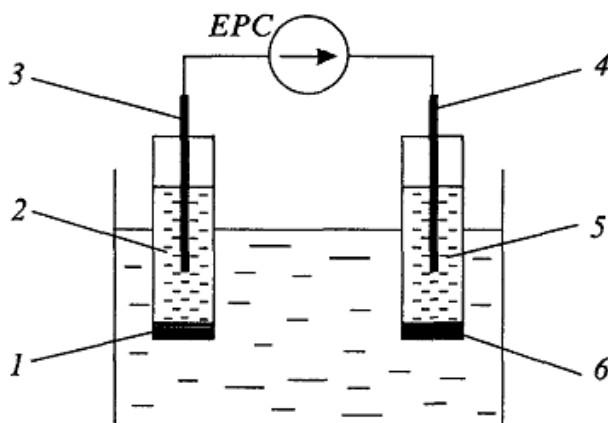


Рис. 4.1. Типова електродна система

Вимірювальний іоноселективний електрод - це гальванічний перетворювач (напівелемент), що складається з іоноселективної мембрани 1, внутрішнього контактного розчину 2 (або твердого контакту - повністю твердофазна конструкція) та внутрішнього вимірювального електрода 3. Другий напівелемент утворений зовнішнім електродом порівняння 4, що занурений в стандартний електроліт (сольовий місток) 5, який контактує з досліджуванним розчином через діафрагму 6.

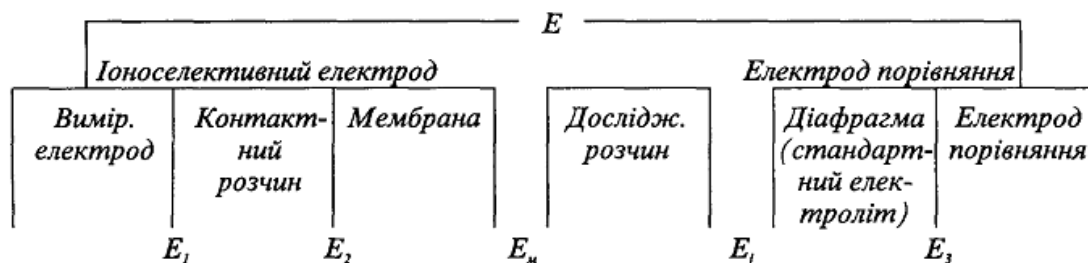
ІСЕ можна класифікувати згідно з природою електродноактивного матеріалу мембрани на такі типи:

- електроди з твердою мембраною, для виготовлення яких використовуються кристалічні матеріали;
- скляні мембранні електроди, виготовлені з літійового, алюмосилікатного або багатокомпонентного скла;

- електроди на основі рідких іоннообмінників, мембрана яких складається з не змішуваної з водою органічної фази; вона містить рухомі іони або іонні сполуки (основи, солі, гідрофобні кислоти);
- електроди з рідкими мембранами на основі нейтральних носіїв; мембрана є електронейтральним розчином специфічних комплексоутворюючих реагентів (іонофорів), які утворюються в інертній полімерній матриці;
- іоноселективні польові транзистори, які є гібридними пристроями, що містять іоноселективний електрод і польовий транзистор на основі системи метал-оксид металу (МОПТ).

Важливі досягнення в застосуванні транзисторних іонселективних електродів (ІСЕ) стали поштовхом для розвитку економічно вигідних технологій та відкривають нові можливості у цій галузі. Це також ставить перед теорією ІСЕ нові цікаві завдання та питання, оскільки вона ще не досягла завершеного етапу свого розвитку. Технологічний прогрес у створенні більш доступних і ефективних пристроїв стимулює подальші дослідження, що дозволяють удосконалити принципи роботи ІСЕ та розширити їх застосування в різних наукових і промислових сферах.

Часткові потенціали електродної системи з іоноселективним мембранним вимірним електродом можна подати так:



Очевидно, що ЕРС електродної системи

$$E = (E_1 + E_2 + E_3) + E_j + E_M$$

Існування так званого потенціалу рідинного стану E_j приводить до певного зміщення електродної функції іоноселективної мембрани. У практиці іонометрії вибирають таку комбінацію електродів, для якої $E_j = 0$. Тоді

$$E = (E_1 + E_2 + E_3) + E_M = E_0 + E_M.$$

Типові криві потенціал - концентрація для іоноселективних вимірювальних кіл наведені на рис. 4.2.

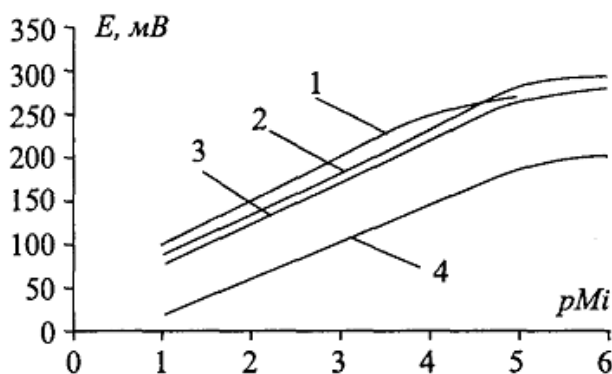


Рис. 3.2 Калібрувальні графіки для: 1 – натрій-; 2 – калій-; 3 – хлорид; 3 – фторидселективних електродів американської фірми “Orion”

Очевидно, що мінімальна концентрація, яку можна виміряти, обмежена лінійною ділянкою електродної характеристики. За своєю суттю іонометри є повністю аналогічними рН-метрам, але з високою роздільною здатністю. Прилади для вимірювання рН, оснащені як аналоговою, так і цифровою індикацією з ціною поділки 1 мВ/поділ, можуть бути ефективно використані не тільки для вимірювання рН, але й як іонометри. Для цього необхідно мати відповідні градуювальні діаграми, що складаються на основі розчинів з точно визначеною концентрацією відповідних іонів. Це дозволяє використовувати ці прилади для аналізу концентрації різних іонів за допомогою попередньо налаштованих калібрувальних характеристик.

3.2. Іонометри

3.2.1. Іономір-аналізатор іонів AI-123

Лабораторний іономер AI-123 (рис. 4.3) призначений для використання в різних галузях. Сумісний з усіма типами іоноселективних і рН-електродів.

Вимірювальний електрод, одиночний або комбінований, підключається до вимірювального перетворювача через роз'єм типу BNC, електрод порівняння повинен закінчуватися однополюсною виделкою типу Ш-4, 0.

Вимірювальний перетворювач розміщений в пластиковому ударостійкому корпусі. Результати вимірювань відображаються на графічному дисплеї[14].



Рис. 3.3 Лабораторний іономер AI-123

Режими роботи иономеур-аналізатору іонів AI-123:

- Вимірювання рН/РХ;
- Вимірювання концентрації;
- Градування;

- Перегляд результатів вимірювань (історія);
- Налаштування.

Особливості аналізатора іонів AI-123:

- **Іономір має 8 незалежних каналів градування.** Це означає, що до вимірювального перетворювача (ВП), можна підключити послідовно до 8 різних електродів і виконати градування вимірювального каналу рН (РХ) за двома БР (стандартним зразкам). Можна також, не підключаючи інших електродів, виконати градування на восьми інтервалах діапазону вимірювання рН, для виключення похибки від нелінійності характеристики рН-електрода при точних вимірах в широкому діапазоні значень рН, або задіяти інші комбінації градувань.

- **В іономірі реалізований принцип: "час вимірювання дорівнює часу градування".** Реалізації цього принципу дозволяє практично прибирати випадкову складову похибки вимірювань. Іономір також може градуватися без прив'язки до часу градування.

- **Налагодження вимірювальних каналів.** Кожному каналу можна задати свою назву, час вимірювань, значення температури розчину при ручній температурній компенсації і координату рН ізопотенціальної точки.

- **Визначення параметрів іоноселективних електродів.** В процесі градування іономір визначає дійсні значення координати ізопотенціальної точки рН-електрода і крутизну електродної характеристики. Параметри градування запам'ятовуються в енергонезалежній пам'яті з можливістю перегляду по кожному каналу. За значеннями крутості електродної характеристики визначається придатність електрода до роботи.

- **Розпізнавання 24-х стандартних буферних розчинів рН і рХ.** Іономір автоматично розпізнає значення рН БР, які відповідають ГОСТ 8.134, вносить поправку в значення рН БР в залежності від зміни температури БР.

- **Автоматична або ручна термокомпенсація.** Режим ручної термокомпенсації активується якщо датчик температури не підключений до іономіру.

- **Два методи вимірювання концентрації.** Вимірювання концентрації здійснюється двома методами: прямий потенціометрії і відомої добавки. Результат вимірювань може відображатися як масова частка визначаємого іона, мг/кг, або як молярна концентрація, ммоль/л. Методика розрахунку концентрації, що використовується в іономіри, дуже легко поєднується з усіма існуючими методиками вимірювання концентрації наведеними вище методами.

- **Іономір працює в режимі реального часу.** Оснащений годинником-календарем. В процесі вимірювань на дисплеї відображаються показання рН/РХ, температури розчину, ЕРС, часу, що залишився до кінця виміру, номер каналу.

- **База даних вимірювань рН/рХ.** Іономір запам'ятовує результати останніх 412 вимірювань рН / РХ. При цьому база даних може відключатися і очищатися.

Технічні характеристики іономер лабораторний АІ-123:

- Діапазон вимірювань рН - від 0,00 до 14,00.
- Діапазон вимірювань БР - від 0 до 14.
- Діапазон вимірювань ЕРС ячейки - від - 2400,0 до 2400,0 мВ.
- Діапазон вимірювань температури розчинів - від 0 до 80,0 ° С.
- Діапазон показань масової концентрації - від 0,0 до 9999,9 мг / д
- Межі допустимої абсолютної похибки при вимірюванні рН, в умовах градуювання приладу:
 - буферними розчинами 1-го розряду - 0,01;
 - буферними розчинами 2-го розряду - 0,02.
- Межі допустимої абсолютної похибки при вимірюванні рх - 0,02.
- Межі допустимої абсолютної похибки при вимірюванні ЕРС - 0,5 мВ.

- Межі допустимої абсолютної похибки при вимірюванні температури - 0,5 ° С.
- Джерело живлення - 9 В.
- Габаритні розміри - 250 x 135 x 45 мм.
- Комплектується відповідними електродами, штативом.

3.2.2. Іономір лабораторний AI-125

Опис і застосування лабораторний іономер AI-125:

Іономір AI-125 (рис. 4.4) призначений для виміру[15]:

- РН / рХ іонів (26 хімічних елементів і сполук);
- Концентрації іонів методами: "пряма потенціометрія" і "відома добавка";
- Напруги постійного струму вимірювальної електрохімічної комірки;
- Температури розчинів.



Рис. 3.4 Іономір лабораторний AI-125

Особливості іономеру лабораторного AI-125:

- Простий і зручний інтерфейс користувача. Мінімум кнопок управління, контекстні підказки, наочне і повне представлення інформації на графічному дисплеї.
- 8 вимірювальних каналів. Іономір дозволяє одночасно "пам'ятати" характеристики 8-ми іонселективних електродів.
- Можливість багатоточкового градування. Для цього потрібно відградувати електрод у двох або більше каналах по різних буферних розчинах (розчинів порівняння).
- Два режиму вимірювання рН / рХ. В першому режимі (за замовчуванням) рішення про закінчення вимірювання приймає іономір, у другому - користувач.
- Автоматичне розпізнавання 24-х стандартних буферних розчинів рН і рХ. Дана опція позбавляє користувача кожного разу в процесі градування вводити значення рН / рХ, буферного розчину. Достатньо один раз вибрати із запропонованого списку назву буферного розчину. Температурну корекцію значення рН буферного розчину іономір виконує автоматично.
- Автоматична або ручна термокомпенсація. Режим ручної термокомпенсації активується якщо датчик температури не підключений до іономіру.
- Вбудована база даних вимірювань рН / рХ. Іономір дозволяє зберігати в пам'яті 412 вимірювань рН / рХ включаючи час і дату.
- Електродна сумісність. Іономір не "прив'язаний" до певного електроду, а дозволяє працювати з різними електродами представленими на ринку.
- Стандартні роз'єми. Іономір оснащений роз'ємами: BNC, RCA (тюльпан), Г4 (гніздо під штир 4 мм типу "банан").

Технічні характеристики іономеру лабораторного AI-125:

- Діапазон вимірювання рН - 0,000 ... 14,000;
- Діапазон вимірювання рХ - 0,200 ... 7,000;

- Діапазон вимірювання ЕРС - $\pm 2450,0$ мВ;
- Діапазон вимірювання температури - $0,0 \dots 100,0$ °С;
- Діапазон вимірювання масової частки нітратів - $8 \dots 65500$ мг / кг;
- Діапазон вимірювання масової концентрації нітратів - $2 \dots 39000$ мг/дм³;
- Ціна показань найменшого розряду індикатора в режимі вимірювання рН / рХ - 0,001;
- Ціна показань найменшого розряду індикатора в режимі вимірювання ЕРС - 0,1 мВ;
- Ціна показань найменшого розряду індикатора в режимі вимірювання температури - 0,1 °С;
- Ціна показань найменшого розряду індикатора при вимірюванні масової частки нітратів на інтервалі діапазону вимірювань:
 - Від 8 до 6449,9 мг / кг - 0,1 мг / кг;
 - Від 6500 до 65500 мг / кг - 1 мг / кг.
- Ціна показань найменшого розряду індикатора при вимірюванні масової концентрації нітратів на інтервалі діапазону вимірювань:
 - Від 2 до 6449,9 мг/дм³ - 0,1 мг/дм³;
 - Від 6500 до 39000 мг/дм³ - 1 мг/дм³.
- Границі допустимої абсолютної похибки вимірювання рН / рХ - $\pm 0,005$;
- Границі допустимої абсолютної похибки вимірювання ЕРС - $\pm 0,5$ мВ;
- Границі допустимої абсолютної похибки вимірювання температури - $\pm 0,5$ °С.

4. ПОРЯДОК ОЦІНЮВАННЯ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ

Цей розділ розглядає порядок оцінки невизначеності вимірювань, що проводяться під час калібрування або випробування засобу вимірювальної техніки (ЗВТ). Оцінка невизначеності є важливим етапом у забезпеченні точності та достовірності вимірювальних результатів. Вона дозволяє визначити ступінь надійності отриманих даних і врахувати всі можливі джерела помилок, що можуть виникнути під час вимірювань.

Загальні правила для оцінки та вираження невизначеності вимірювань, які виконуються при прямому, опосередкованому та сукупному вимірюванні, наведені в методичних рекомендаціях і документах, що регулюють вимоги до вимірювальної техніки. Одним із основних документів, що описує процес оцінки невизначеності, є ЕА-4/02 rev.01 – «Вираження невизначеності вимірювань при калібруванні», який надає чіткі інструкції щодо методів обчислення і вираження невизначеності на основі експериментальних даних.

Методика оцінювання невизначеності при калібруванні детально описує, як правильно вибрати рівняння для вимірювання, які вхідні величини слід враховувати і як оцінювати невизначеність результатів в залежності від конкретного методу калібрування. Вона дозволяє врахувати всі можливі фактори, що можуть вплинути на точність вимірювань, такі як зміни в умовах проведення калібрування, точність використовуваних стандартів та обладнання, а також варіації в показах засобів вимірювальної техніки.

Методика може бути застосована в роботі: • калібрувальних лабораторій, де проводяться точні вимірювання для перевірки та налаштування ЗВТ; • випробувальних лабораторій, де здійснюються вимірювання параметрів ЗВТ в процесі їх тестування для підтвердження їх відповідності встановленим стандартам і вимогам.

Оцінка невизначеності є невід'ємною частиною процесу калібрування, оскільки вона дозволяє не тільки визначити точність вимірювань, але й виявити можливі джерела помилок, що впливають на кінцевий результат. Всі ці дані є важливими для забезпечення високої якості вимірювань і їх відповідності стандартам міжнародної метрології.

В методиці використовуються наступні терміни та їхні визначення:

1) Засіб вимірювальної техніки (далі - ЗВТ).

Технічний засіб, який застосовується під час вимірювань і має нормовані метрологічні характеристики (Закон України).

2) Калібрування засобів вимірювальної техніки.

Визначення в певних умовах або контроль метрологічних характеристик засобів вимірювальної техніки (Закон України).

3) Метрологічна атестація засобів вимірювальної техніки.

Дослідження засобів вимірювальної техніки з метою визначення їх метрологічних характеристик та встановлення придатності цих засобів до застосування (Закон України).

4) Вимірювана величина.

Фізична величина чи параметри її залежності, що підлягають вимірюванню (ДСТУ 2681).

5) Впливна величина.

Фізична величина, що впливає на результат вимірювання, але не є вимірюваною величиною (ДСТУ 2681).

6) Засіб вимірювань (далі - ЗВ).

ЗВТ, який реалізує процедуру вимірювання (ДСТУ 2681).

7) Міра.

Вимірювальний пристрій, що реалізує відтворення та (чи) зберігання фізичної величини заданого значення (ДСТУ 2681).

8) Номінальне значення міри.

Приписане мірі значення величини, яка нею відтворюється (РМГ 29).

9) Дійсне значення міри.

Значення приписане мірі на підставі її калібрування (РМГ 29).

10) Прямі вимірювання.

Вимірювання, при яких значення величини отримуються безпосередньо (РМГ 29).

11) Опосередковані вимірювання.

Вимірювання при яких значення величини визначається на підставі прямих вимірювань інших величин, які функціонально зв'язані з величиною, що вимірюється (РМГ 29).

12) Невизначеність вимірювання.

Параметр, пов'язаний з результатом вимірювання, який характеризується дисперсією значень, що можуть бути достатньо обґрунтовано приписані величині, що вимірюється (ДСТУ-Н РМГ 43).

13) Оцінка невизначеності за типом А.

Метод оцінки невизначеності за допомогою статистичного аналізу серії спостережень (ДСТУ-Н РМГ 43).

14) Оцінка невизначеності за типом В.

Метод оцінки невизначеності методом, відмінним від статистичного аналізу серії спостережень (ДСТУ-Н РМГ 43).

15) Стандартна невизначеність.

Невизначеність результату вимірювання, виражена як стандартне відхилення (ДСТУ-Н РМГ 43).

5. МЕТОДИ ВИМІРЮВАНЬ, ЩО ВИКОРИСТОВУЄТЬСЯ ПРИ КАЛІБРУВАННІ ЗАСОБІВ ВИМІРЮВАЛЬНОЇ ТЕХНІКИ

Залежно від супідрядності засобів вимірювальної техніки (ЗВТ), калібрування можна поділити на два основних види: калібрування еталонів та калібрування ЗВТ, що підлягають калібруванню. У цьому контексті важливо розуміти, що еталони можуть бути різних рівнів: державний еталон, первинний еталон, вторинний еталон і робочий еталон. Кожен з цих еталонів має своє місце в ієрархії повірочних схем і визначає точність і достовірність вимірювань. Так, державний еталон є найвищим рівнем і має найбільшу достовірність, тоді як робочий еталон може використовуватися для щоденних вимірювань, не претендуючи на таку ж точність.

ЗВТ, яке пройшло калібрування, може використовуватися в подальшому як еталон для засобів вимірювальної техніки нижчого рівня в повірочній схемі. Тобто калібрований прилад, що відповідає певним стандартам точності, може служити як орієнтир для калібрування інших приладів, що використовуються в конкретних умовах.

Що стосується методів вимірювання, то вони поділяються на два основних типи: метод безпосередньої оцінки та метод порівняння з мірою. У методі безпосередньої оцінки величина вимірюється безпосередньо через відліковий пристрій засобу вимірювань, що дозволяє швидко отримати результат з мінімальними втручаннями. У методі порівняння з мірою величина, що вимірюється, порівнюється з величиною, відтвореною еталонною мірою, що дозволяє забезпечити високий рівень точності, оскільки еталонні міри зазвичай мають перевірену достовірність.

Усі засоби вимірювальної техніки, що використовуються в процесі калібрування, поділяються на дві основні групи: міри і засоби вимірювань

(ЗВ). Міри є стандартами, які мають точно визначену величину і використовуються для калібрування або перевірки інших засобів вимірювальної техніки. Засоби вимірювань (ЗВ), у свою чергу, можуть бути як еталонами, так і іншими пристроями, які здійснюють вимірювання різних величин на основі встановлених стандартів.

Процедура оцінки невизначеності вимірювань залежить від методу вимірювань, який застосовується при калібруванні. Це важливо, оскільки різні методи передбачають різні джерела помилок і варіацій, що впливають на точність результатів. При передачі розмірів одиниць у повірочних схемах використовуються різноманітні методи, кожен з яких підходить для певних умов і вимог до точності.

Основні методи, які застосовуються в процесі калібрування, включають:

1. Пряме вимірювання засобом вимірювань, що калібрується, величини, яка відтворюється еталонною мірою. Це метод, при якому використовуваний засіб вимірювальної техніки безпосередньо вимірює величину, що відповідає стандарту, визначеному еталонною мірою. Цей метод є найбільш прямим і часто застосовується для калібрування приладів, які мають високу точність.

2. Безпосереднє звірення засобу вимірювань, що калібрується, з еталонним засобом вимірювань. В цьому випадку прилад, що калібрується, порівнюється з еталоном, і таким чином визначається, наскільки його показники збігаються з еталонними значеннями.

3. Опосередковане відтворення величини, що вимірюється, кількома еталонними мірами для калібрування засобу вимірювань. Це означає, що кілька еталонів використовуються для послідовного відтворення певної величини, що дозволяє підвищити точність вимірювань, особливо в складних випадках.

4. Пряме вимірювання еталонним засобом вимірювань величини, що відтворюється мірою, яка калібрується. Тут еталонний прилад використовується для вимірювання величини, відтвореної каліброваним засобом вимірювань, що дозволяє визначити точність міри.

5. Звірення значень, що відтворюються еталонною мірою і мірою, що калібрується, за допомогою компаратора. У цьому випадку компаратор порівнює два еталони, допомагаючи виявити будь-які розбіжності між ними.

6. Опосередковане вимірювання величини, що відтворюється мірою, яка калібрується. В даному випадку використовуються додаткові прилади або методи для визначення величини міри, що калібрується, шляхом порівняння з іншими еталонами або стандартами.

Методи 1–3 відносяться до калібрування засобів вимірювань, оскільки вони застосовуються для перевірки точності приладів, які використовуються для вимірювання різних фізичних величин. Методи 4–6 призначені для калібрування мір, тобто пристроїв, які відтворюють величини для подальшого застосування у вимірювальних процесах. При цьому методи 1–3 можуть також бути використані для калібрування компараторів, вимірювальних перетворювачів і обчислювальних компонентів, що підвищує їх універсальність у різних областях вимірювальної техніки.

6. ВАЛІДАЦІЯ МЕТОДІВ

Відповідно до загального документа «Політика НААУ щодо застосування вимог міжнародних стандартів під час акредитації» Національне агентство з акредитації України (НААУ) затвердило та впровадило в свою діяльність загальний документ «Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій», який є неофіційним перекладом ISO/IEC 17025:2017 і має інформаційний характер. Однак рекомендується використовувати стандарт ДСТУ ISO/IEC 17025:2017, який був прийнятий методом підтвердження. Цей стандарт визначає основні вимоги до компетентності лабораторій, що займаються калібруванням і випробуваннями, і є важливим для забезпечення точності та надійності результатів.

Виходячи з вищезазначеного, методологія калібрування та випробувань є широко розповсюдженою в сучасній метрологічній практиці. У зв'язку з цим важливим аспектом у роботі лабораторій є контроль якості та правильності вимірювальних результатів під час проведення калібрувань і випробувань. Цей контроль спрямований на забезпечення точності та достовірності отриманих даних, що є основою для подальшого використання результатів вимірювань.

Одним із основних механізмів для забезпечення такого контролю є проведення раундів міжлабораторних порівнянь, а також перевірка кваліфікації. Міжлабораторні порівняння результатів випробувань (МПП) є важливою складовою частиною системи контролю якості, оскільки дозволяють визначити рівень виконання вимог стандарту ДСТУ ISO/IEC 17025:2017 щодо якості результатів конкретних випробувань або калібрувань. За допомогою МПП лабораторії можуть порівнювати свої результати з іншими акредитованими лабораторіями, що дає можливість оцінити їх точність та відповідність міжнародним вимогам.

Участь лабораторій у програмах перевірки кваліфікації є ще одним важливим інструментом для оцінки їх здатності проводити точні та надійні випробування. Це дозволяє лабораторіям отримати незалежну і надійну оцінку свого рівня виконання вимірювань і якості результатів, що підвищує довіру до їх роботи та забезпечує відповідність міжнародним стандартам. Такі програми надають лабораторіям можливість підтвердити свою компетентність та бути впевненими в точності своїх результатів, що є критично важливим для забезпечення високих стандартів якості в області калібрування та випробувань.

Позитивні результати такої участі свідчать про високий рівень якості, тобто достовірність отриманих результатів випробувань лабораторіями-учасниками. Основною метою випробування на професійність є надання лабораторіям інформації про їх здатність отримувати достовірні результати, постійне підтвердження якості виконуваних випробувань та підвищення точності результатів вимірювань. Участь у програмах міжлабораторних порівнянь також дозволяє лабораторіям вдосконалювати свої внутрішні процедури контролю якості, отримуючи додаткову зовнішню оцінку їх спроможності проводити випробування. Однак, для того щоб постійно отримувати достовірні результати, лабораторії повинні підтримувати систему якості відповідно до вимог стандарту ДСТУ ISO/IEC 17025:2017 та проводити регулярний внутрішній контроль якості своїх випробувань.

Але для періодичного та неперервного контролю правильності результатів, отриманих при випробуваннях і калібруваннях, необхідно проводити регулярні внутрішньолaboratorні перевірки. Це дозволяє забезпечити стабільність і точність результатів протягом часу, а також вчасно виявляти та виправляти можливі помилки чи відхилення.

Внутрішньолабораторні порівняння (intralaboratory comparison) — це процес організації, виконання та оцінки вимірювань або випробувань однакових або подібних зразків в межах однієї лабораторії. Вони здійснюються відповідно до чітко визначених умов, що дозволяє перевірити точність та узгодженість результатів в межах конкретної лабораторії. Такий підхід допомагає виявити будь-які невідповідності в процесах вимірювання та своєчасно вдосконалити методики роботи.

Перевірка кваліфікації (proficiency testing) є важливою частиною внутрішнього контролю якості і передбачає оцінку виконання учасниками конкретних завдань за заздалегідь встановленими критеріями. Це здійснюється за допомогою внутрішньолабораторних порівнянь, які дозволяють визначити рівень компетентності лабораторії щодо виконання певних вимірювань або випробувань. Перевірка кваліфікації забезпечує точність і достовірність результатів випробувань, надаючи додаткову перевірку на відповідність стандартам.

Валідація та віріфікація (verification) — це процеси, які включають надання об'єктивних доказів того, що застосовувана методика чи процедура відповідає встановленим вимогам або стандартам. Валідація передбачає підтвердження, що методика або система дійсно відповідає вимогам та ефективно досягає необхідних результатів, тоді як верифікація служить перевіркою коректності застосування методики та її здатності забезпечити точні результати. Ці етапи критично важливі для підтвердження надійності та відповідності методів вимірювань міжнародним стандартам.

Валідація. Методики калібрування повинні отримати об'єктивні докази своєї правильності, що означає підтвердження того, що алгоритм, описаний у методиці, дійсно призводить до правильних і точних результатів. Крім того, методика повинна бути стійкою до змін зовнішніх впливних чинників, таких як коливання температури, вологість або інші фактори, які

можуть впливати на точність вимірювань. Валідація є важливою для забезпечення надійності та стабільності результатів калібрування, а також для впевненості, що застосовуваний метод відповідає вимогам якості та є ефективним у різних умовах.

Тобто методики калібрування мають бути відвалідованими.

Валідація (оцінка придатності) – це процес підтвердження через всебічне дослідження та надання об'єктивних доказів того, що конкретні вимоги, визначені для специфічного цільового використання, виконуються на достатньому рівні для досягнення надійних і точних результатів. Це забезпечує впевненість у тому, що методика або процедура здатна надавати результат, що відповідає вимогам конкретного застосування (ISO/IEC 17025:2005. Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій).

Валідація методу — це процес аналітичного дослідження та підтвердження, що метод, який розглядається, має необхідні робочі характеристики, що відповідають регламентованим вимогам. Вона спрямована на визначення, чи є метод надійним і здатним забезпечити точні та повторювані результати при застосуванні у визначених умовах (The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. - Eurachem, 1998 p. (www.eurachem.ul.pt)).

Цілі валідації:

а) підтвердження або оптимізація рівняння, яке застосовується для обчислення результату вимірювання, включаючи перевірку адекватності вибраної моделі вимірюваної величини та її здатність відображати реальний процес вимірювання;

б) оптимізація параметрів методики для підвищення точності і надійності результатів, а також для забезпечення стабільності при різних умовах застосування;

в) визначення характеристик методики, таких як систематична похибка, збіжність, невизначеність вимірювання тощо, для того щоб зрозуміти межі точності та надійності вимірювань;

г) виявлення слабких місць методики, тобто визначення потенційних ризиків або проблем, які можуть виникнути при застосуванні методу, що дозволяє їх усунути на етапі валідації;

д) підтвердження та надання об'єктивних доказів того, що методика вимірює саме ту величину, для якої вона була розроблена, а також що вона задовольняє всі попередньо встановлені критерії точності, надійності та відповідності вимогам.

Основні терміни та визначення

Методика виконання вимірювання – сукупність процедур і правил, виконання яких забезпечує одержання результатів вимірювань з гарантованою точністю (Закон України «Про метрологію та метрологічну діяльність», ст. 1).

Точність (accuracy) - ступінь наближення результату вимірювання до прийнятого опорного значення (ДСТУ ГОСТ ISO 5725).

Похибка вимірювання Δ – відхилення результату вимірювання від істинного значення вимірюваної фізичної величини.

$$\Delta = x - x_{\text{ист.}} \quad (1)$$

Систематична похибка Δ_C – складова загальної похибки вимірювання, яка залишається постійною або закономірно змінюється під час повторних вимірювань однієї і тієї ж величини.

Випадкова похибка Δ^0 – складова загальної похибки вимірювання, яка змінюється випадковим чином під час повторних вимірювань однієї і тієї ж величини.

$$\Delta = \Delta_C + \Delta^0 \quad (2)$$

Правильність (trueness) - ступінь наближення середнього значення, одержаного на основі великої серії результатів вимірювань (чи результатів випробувань), до прийнятого опорного значення (ДСТУ ГОСТ ISO 5725).

Прецизійність (precision) - ступінь наближення один до одного незалежних результатів вимірювань, одержаних в конкретних регламентованих умовах (ДСТУ ГОСТ ISO 5725)..

Збіжність (repeatability) - прецизійність в умовах збіжності (ISO 3534-1 [1]).

Умови збіжності (repeatability conditions) - умови, за яких незалежні результати вимірювань (чи випробувань) одержують одним і тим же методом на ідентичних об'єктах випробувань, в одній і тій же лабораторії, одним і тим же оператором, з використанням одного і того ж обладнання, за короткий проміжок часу (ISO 3534-1 [1]).

Відтворюваність (reproducibility) - прецизійність в умовах відтворності (ISO 3534-1 [1]).

Умови відтворності (reproducibility conditions) - умови, за яких незалежні результати вимірювань (чи випробувань) одержують одним і тим же методом на ідентичних об'єктах випробувань, в різних лабораторіях, різними операторами, з використанням різного обладнання (ISO 3534-1 [1]).

Внутрішньолабораторна відтворюваність – прецизійність в умовах внутрішньолабораторної відтворюваності.

Невизначеність вимірювання (Measurement Uncertainty) – параметр, що пов'язаний з результатом вимірювання та характеризує розсіювання значень, що могли б бути обґрунтовано приписані вимірюваній величині. (Такими параметрами є стандартна невизначеність u , сумарна стандартна невизначеність u_C , розширена невизначеність U , GUM: 93).

7. ПРОЦЕДУРА ОЦІНЮВАННЯ ПРИДАТНОСТІ (ВАЛІДАЦІЇ) МЕТОДИК

На рис. 7.1 наведено послідовність дій для оцінювання придатності (валідації) методик.

Примітка: Заявою є висновок про придатність методики, якщо вона відповідає вимогам, із зазначенням її характеристик. У випадку, якщо методика не відповідає вимогам, виноситься висновок про непридатність, з обов'язковим зазначенням причин визнання методики непридатною.

Збіжність та внутрішньолабораторна відтворність.

Збіжність методики може бути оцінена кількома способами:

- шляхом міжлабораторних порівнянь, що дозволяють порівняти результати вимірювань, отримані в різних лабораторіях;
- в межах однієї лабораторії, для оцінки стабільності результатів при повторних вимірюваннях одного і того ж об'єкта.

Оцінка показників збіжності та внутрішньолабораторної відтворюваності в межах лабораторії.

Експеримент проводиться в умовах внутрішньолабораторної відтворюваності, коли результати вимірювань проводяться в одній лабораторії за змінних умов. Кожна серія вимірювань оцінюється в умовах збіжності, що означає, що результати одного і того ж вимірювання, виконаного декілька разів, повинні бути стабільними та повторюваними. При цьому серія вимірювань може змінюватися від серії до серії залежно від різних факторів, таких як оператори, час вимірювань, умови роботи обладнання, використання реактивів і мірної посуду, що відповідає звичайній практиці роботи лабораторії.

Забезпечення правильності вимірювань передбачає, що визначення систематичної похибки та віднесення вимірюваних значень до стандартів повинно здійснюватися коректно на кожному етапі в ланцюзі вимірювань.

Крім того, це має гарантуватися програмою статистичного контролю, яка здатна виявляти проблемні вимірювання на кожному етапі передачі результатів у ланцюжку вимірювань.

Методологія оцінки збіжності та відтворюваності базується на принципах статистичного контролю процесів і складається з двох основних етапів:

- а) вибір відповідних контрольних вимірювань, що забезпечують достовірність результатів вимірювань,
- б) застосування відповідних статистичних тестів для оцінки вимірювань та прийняття рішення про їх прийнятність або відхилення.

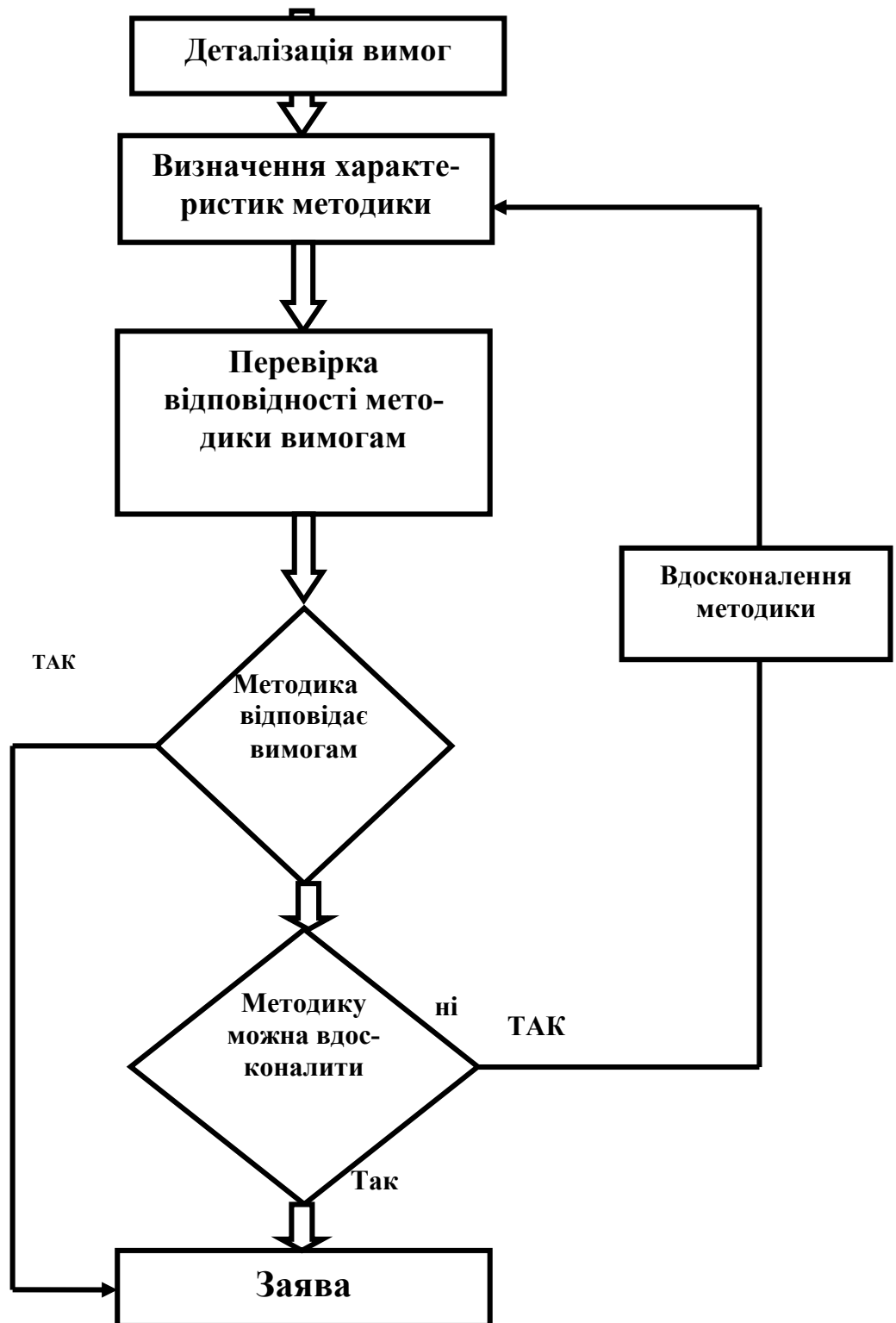


Рис. 7.1

Фактори якості вимірювань

Кількісна оцінка якості вимірювань щодо похибки вимірювання здійснюється за такими основними параметрами:

- Упередженість — цей параметр виражає різницю між середнім значенням вимірюваної величини та "реальним" значенням, яке зазвичай приймається як результат останнього калібрування. Упередженість дозволяє оцінити, наскільки відхиляється вимірюване значення від істинного значення, і є важливим показником точності вимірювань.

- Короткочасна мінливість — часто її називають повторюваністю. Вона виражає здатність вимірювального приладу давати однаковий результат вимірювань за чітко визначених умов. Повторюваність визначається стандартним відхиленням серії повторних вимірювань, що дозволяє оцінити стабільність вимірювань протягом короткого проміжку часу. Цей проміжок часу зазвичай відповідає часу, необхідному для завершення одного калібрування, що виконано згідно з певною послідовністю вимірювань, яка називається статистичною конструкцією. Таку мінливість часто позначають як s_w , і вона є важливим показником точності і стабільності процесу вимірювань на короткостроковому рівні.

- Довготривала мінливість — цей параметр пов'язаний зі змінами в умовах навколишнього середовища лабораторії або результатах вимірювань протягом тривалого часу. Часто її називають відтворюваністю, оскільки вона виражає здатність процесу вимірювань забезпечувати однакові результати при змінних умовах вимірювань, таких як зміни в температурі, вологості, стані обладнання або інші зовнішні фактори. Це стандартне відхилення позначається s_b і вказує на зміни в процесі вимірювання з часом, наприклад, між калібруваннями, і враховує зміни, які не можуть бути модульовані, такі як коливання навколишнього середовища чи зміни у вирівнюванні артефактів відносно стандарту.

- Сумарне стандартне відхилення (s_c) — це величина, яка поєднує всі попередні складові мінливості, тобто s_w та s_b . Хоча ці параметри мають окреме значення, вони є компонентами загального стандартного відхи-

лення, яке описує як короткострокові, так і довгострокові зміни, що впливають на процес вимірювань. Це сумарне стандартне відхилення є найважливішим параметром для оцінки загальної стабільності і точності вимірювань, оскільки воно дозволяє відстежувати поступові зміни в результатах вимірювань від калібрування до калібрування, враховуючи випадкові помилки, що виникають як на короткому, так і на довгому проміжку часу.

$$S_c = \sqrt{S_w^2 + S_b^2} \quad (3)$$

Ці параметри є важливими об'єктивними критеріями вимірювального процесу. Вони можуть бути використані як інструменти для встановлення первинного та подальшого нагляду за якістю вимірювань, а також для застосування методів статистичного контролю. Систематичний моніторинг цих параметрів дозволяє забезпечити стабільність вимірювань і своєчасно виявляти можливі проблеми в процесі калібрування або випробувань.

8. МЕТОДОЛОГІЯ ПРОВЕДЕННЯ ВАЛІДАЦІЇ МЕТОДИКИ

Кількісна оцінка параметрів вимагає збору достатньої кількості даних вимірювань, які сформують статистичну сукупність для впровадження ефективної системи контролю якості вимірювального процесу. Процес збору необхідної статистичної інформації базується на використанні стандартів контролю (так званих стандартів перевірки), мета яких полягає в тому, щоб забезпечити характеристику роботи вимірювального процесу в умовах, що змінюються, як в часі, так і в межах лабораторії. Це включає не лише змінність процесу, але й врахування середньої довготривалості цього процесу.

Кількісна оцінка вибирається з метою задоволення кількох важливих вимог:

- Вона має бути подібною за характеристиками до об'єктів, що становлять робоче навантаження в лабораторії. Це означає, що вона повинна представляти прилади, які зазвичай калібруються в межах стандартного лабораторного вимірювального процесу.
- Вона повинна бути досить стабільною, тобто її нестабільність не повинна бути настільки великою, щоб маскувати властивості вимірювального процесу.
- Вона повинна бути повністю охарактеризована з точки зору очікуваної величини та невизначеності цих величин.
- Вона повинна бути спеціально орієнтована на забезпечення контролю якості.

Для отримання достовірних результатів необхідно забезпечити достатню кількість вимірювань (не менше 12) протягом тривалого періоду часу, що відповідає конкретному вимірювальному процесу, який виконується в лабораторії. Вимірювання повинні проводитися для одного й

того ж класу приладів, які мають бути відкалібровані за типом стандарту контролю.

Якщо калібрування передбачає використання лише одного еталонного стандарту, артефакт, який відповідає тестовим елементам, може бути визначений стандартом перевірки артефактів. Такий артефакт не обов'язково має бути каліброваним, і властивості вимірювального процесу можуть бути приписані йому, якщо він вимірюється в тих самих часових рамках, що й інші елементи в процесі калібрування. Це дозволяє ефективно забезпечити точність і стабільність вимірювань у всьому процесі калібрування.

$$\overline{X}_i = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n X_{i,j} \quad (4)$$

Стандартне відхилення n повторень для $v = n-1$ ступенів свободи дорівнює:

$$s_i = s_C = \sqrt{\sum_{j=1}^n (X_{i,j} - \overline{X}_i)^2 \frac{1}{n-1}} \quad (5)$$

і виражає короткочасну мінливість вимірювальної системи.

У процесі розвитку програми забезпечення вимірювань стандартне відхилення переглядається і перераховується з урахуванням збільшеної бази даних. При цьому, припускаючи стабільність процесу, це дозволяє отримати більш точне та надійне значення стандартного відхилення.

Якщо стандартне відхилення розраховане лише на основі двох точок даних, воно може бути об'єднане з іншими подібними оцінками, отриманими для того самого процесу в окремих випадках. Це дає можливість отримати так зване "об'єднане" стандартне відхилення, яке являється більш точною оцінкою повторюваності вимірювального процесу. Для цього

необхідно поєднати кілька добових стандартних відхилень (m), що дозволяє отримати більш надійний результат. Таким чином, об'єднане стандартне відхилення виступає як кращий показник стабільності процесу вимірювання.

$$s_p = \sqrt{\frac{1}{m} \sum_{i=1}^m s_i^2} \quad (6)$$

з $v = m(n-1)$ ступенями свободи.

Стандартне відхилення значень m контрольних стандарту виражає довгострокову мінливість процесу і дорівнює:

$$s_{chkstd} = \sqrt{\frac{1}{m-1} \sum_{i=1}^m (\bar{X}_i - \bar{X})^2} \quad (7)$$

з $v = m-1$ ступенями свободи, і

$$\bar{X} = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m \bar{X}_i \quad (8)$$

Це загальне середнє значення всіх вимірювань, що стосуються стандарту перевірки

Для контролю довготривалої мінливості процесу використовується t -тест. t -тест перевіряє, чи різниця вимірювання Δy_{check} від останнього вимірювання контролю якості суттєво не відрізняється від загальної середньої різниці від попередніх контрольних вимірювань. Статистична характеристика обчислюється на основі поточного вимірювального стандарту перевірки, прийнятого значення еталону перевірки та загального стандартного відхилення. Ця тестова статистика, коли велика за абсолютним значенням порівняно з критичним значенням розподілу t студента, свідчить про відсутність контролю.

T -статистика формується відповідно до рівняння (y - вимірювана величина):

$$t = \frac{|\Delta y_{check} - \Delta \bar{y}_{check}|}{S_{chkstd}} \quad (9)$$

Процес калібрування вважається таким, що знаходиться під статистичним контролем, якщо виконуються умови, за яких значення t не перевищує критичне значення t -розподілу з n ступенями свободи. Критичне значення $t_{\alpha/2}(\nu)$ визначається в залежності від кількості ступенів свободи (ν) та рівня значущості $\alpha/2$, який обирається учасником як досить малий для того, щоб ймовірність помилкового позначення стандартного вимірювання як позаконтрольного залишалася на прийнятному рівні. Рівень значущості $\alpha/2$ визначає ймовірність помилкової оцінки стандартного вимірювання як позаконтрольного.

Для двостороннього тесту з рівнем значущості $\alpha = 0,05$ критичні значення можна знайти в таблиці 1. Важливо зазначити, що ця перевірка має обмежену ефективність у випадках з малими дисперсіями (порядку 0,5 с) або з поступовим дрейфом результатів. Якщо послідовність вимірювань дозволяє отримати середнє відхилення, то відношення цього середнього відхилення до стандартного відхилення порівнюється з критичним значенням, яке визначається на основі F -розподілу. Якщо це відношення значно більше критичного значення, то це свідчить про те, що під час послідовності вимірювань відсутній контроль за процесом.

Контроль короткочасної мінливості вимірювань ґрунтується на визначенні середньоквадратичного відхилення для повторюваних серій вимірювань за допомогою того самого стандарту перевірки. Для кожної нової серії вимірювань обчислюється середнє відхилення s_i , і його відмінність від об'єднаного стандартного відхилення s_p контролюється за допомогою F -тесту. Це дозволяє постійно оцінювати стабільність процесу калібрування та своєчасно виявляти можливі відхилення від норм.

$$F = \frac{S_i^2}{S_p^2} \quad (10)$$

Повторюваність знаходиться під статистичним контролем, коли:

$F \leq$ критичне значення F-розподілу.

З v ступенями свободи для s_i та $m \times v$ для s_p . Деякі критичні значення для одностороннього тесту з рівнем значимості $\alpha = 0,05$ представлені в таблиці 6.1 (5% рівень значущості - $F_{0,05}(v_1, v_2)$).

Таблиця 8.1

m·	v	2	3	4	5	6	7	8	9	1
1	1	1	2	2	2	2	2	2	2	2
10	4	4	3	3	3	3	3	3	3	2
16	4	3	3	3	2	2	2	2	2	2
20	4	3	3	2	2	2	2	2	2	2
26	4	3	2	2	2	2	2	2	2	2
30	4	3	2	2	2	2	2	2	2	2
36	4	3	2	2	2	2	2	2	2	2
40	4	3	2	2	2	2	2	2	2	2
45	4	3	2	2	2	2	2	2	2	2
50	4	3	2	2	2	2	2	2	2	2
60	4	3	2	2	2	2	2	2	2	1
70	3	3	2	2	2	2	2	2	2	1
80	3	3	2	2	2	2	2	2	1	1
90	3	3	2	2	2	2	2	2	1	1
10	3	3	2	2	2	2	2	2	1	1

9. НАГЛЯД ЗА ПРОЦЕСОМ ВИМІРЮВАННЯ

Цей етап включає регулярні вимірювання за стандартом перевірки, які проводяться згідно з чітко визначеним графіком, що складається і контролюється керівником лабораторії. Графік розробляється таким чином, щоб враховувати всі можливі та основні джерела змінності, які можуть вплинути на вимірювання, зокрема зміни, що виникають через різних операторів, різні прилади та варіації умов навколишнього середовища. Для кожного нового вимірювання за стандартом перевірки проводяться відповідні оцінки, а також здійснюється візуалізація результатів у вигляді діаграм, що дозволяє наочно оцінити отримані дані.

Дослідження, які проводяться на цьому етапі, мають комплексний характер, оскільки охоплюють різні аспекти вимірювального процесу. Одним з основних питань є аналіз взаємозв'язку між різними ознаками, що виникає в процесі вимірювань. Взаємозв'язок, коли кожному значенню одного показника відповідає чітко визначене значення іншого, називається функціональним зв'язком. В той час як взаємозв'язок, при якому одному значенню однієї величини може відповідати декілька значень іншої величини, називається статистичним зв'язком.

Для дослідження статистичних взаємозв'язків використовується метод кореляційного аналізу. Кореляційний аналіз дозволяє визначити ступінь зв'язку між двома випадковими величинами, позначеними як X та Y . Для оцінки тісноти цього зв'язку застосовується коефіцієнт кореляції, що являє собою спеціальний показник, який дає кількісну оцінку статистичного взаємозв'язку між результатами вимірювань. Коефіцієнт кореляції має значення в межах від 0 до 1, де 0 означає відсутність кореляції, а 1 — повну залежність між величинами.

Процедура тестування

Цей тест забезпечує процедуру визначення того, чи відповідає інструмент продуктивності вимоги на умовах, зазначених у наступних пунктах:

Метрологічні вимоги

Під час перевірки при початковій та наступній верифікації забезпечується повторюваність результату.

Сигнали, що виміряні системою (V), повинні бути випробувані в лабораторії з використанням однакового обладнання, та в зазначених умовах протягом усієї оцінки, наступним чином:

- температура навколишнього середовища між 20 ° C та 27 ° C з відхиленням до ± 3 ° C протягом вимірювання;
- відносна вологість (RH) від 30% до 80%.

Повторюваність вимірювань для системи перевіряється шляхом замірів сигналу (RMS) не менше 10 повторюваних масивів даних для напруги, та частоти.

Повторюваність

Визначається повторюваність виміряного сигналу.

Пересвідчуються, що умови, зазначені в метрологічних вимогах відносного стандартного відхилення були виконані.

Для обчислення відносного стандартного відхилення σ_r використовується наступне рівняння:

$$\sigma_r = \left(\frac{\sigma}{\bar{x}} \right) * 100 \quad (11)$$

де

$$\sigma = \left[\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1} \right]^{1/2} \quad (12)$$

x_i = індивідуальний результат, і

$\bar{x}$ = середній результат для n повторюваних вимірювань.

Обчислюється квадрат коефіцієнта кореляції для кривої регресії найменших квадратів за допомогою визначення нахилу кривої та стандартного відхилення відомих значень концентрації оператора 1, σ_x , і стандартне відхилення значень вимірних значень оператора 2, σ_y , за наступними рівняннями:

$$r^2 = \frac{S_{xy}^2}{\sigma_x \sigma_y} \quad (13)$$

де

$$S_{xy} = n \sum (x_i y_i) - \sum x_i \sum y_i \quad (14)$$

$$\sigma_x = \left[\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1} \right]^{1/2} \quad (15)$$

$$\sigma_y = \left[\frac{\sum (y_i - \bar{y})^2}{n-1} \right]^{1/2} \quad (16)$$

Результати повинні відповідати вимогам вказаним нижче для квадрата коефіцієнта кореляції r^2 :

Отримані дані повинні аналізуватися наступним шляхом:

лінійні найменші квадрати, що визначають коефіцієнт кореляції, r . З цього аналізу r^2 не менше ніж 0,95.)

Примітка: Коефіцієнт кореляції, r , інтерпретує, наскільки добре дані підходять для регресії найменших квадратів кривої.

Відмінним підходом буде $r = \pm 1$ або $r^2 = 1$.

10. Електронний журнал повірок з автоматичним заповненням свідоцтв про повірку

У даному розділі детально розглянуто функціонування та основні переваги програмного забезпечення, яке було розроблено для автоматизації процесу ведення обліку виконаних повірок в метрологічних лабораторіях. Це програмне забезпечення значною мірою полегшує роботу лабораторій, оскільки замінює традиційний облік за допомогою паперових журналів, що займають багато часу та можуть бути схильні до людських помилок.

У більшості сучасних метрологічних лабораторій все ще використовуються паперові журнали для реєстрації результатів виконаних повірок, які потребують значної кількості часу для заповнення та обробки. Цей процес також схильний до численних помилок, таких як пропущені чи неправильно внесені дані, що може вплинути на точність і достовірність результатів. З метою покращення ефективності і точності роботи лабораторій було розроблено електронний журнал повірок з автоматичним заповненням свідоцтв про повірку. Така система значно спрощує облік результатів, дозволяючи автоматизувати низку операцій, зменшити людський фактор і знизити ризик помилок.

Автоматизація цього процесу допомагає не лише заощадити час, але й зменшити навантаження на персонал лабораторії, оптимізуючи ресурси та підвищуючи продуктивність. Кожне свідоцтво про повірку автоматично заповнюється на основі введених результатів вимірювань, що дає змогу швидше і точніше оформлювати документи. Завдяки такій автоматизації також зростає надійність усієї лабораторної роботи, оскільки система автоматично враховує всі необхідні параметри і заповнює їх згідно зі стандартами.

Програмне забезпечення було розроблено з використанням Microsoft Excel — одного з найпоширеніших і доступних табличних процесорів, що

входить до складу пакету Microsoft Office. Використання цього програмного продукту обрано через його широке поширення, універсальність і сумісність з різними операційними системами, що дозволяє без проблем інтегрувати програму в різні робочі середовища. Крім того, Excel дозволяє легко налаштовувати таблиці, формули та функції, що робить програмне забезпечення гнучким та адаптивним до різних потреб користувачів.

Для реалізації автоматичного заповнення свідоцтв про перевірку були створені таблиці з певною структурою, в яких кожен стовпець виконує визначену функцію. Використовуючи програми Excel, були прописані формули та налаштування для автоматичної обробки введених даних і формування фінальних свідоцтв про перевірку. Важливим елементом у цьому процесі є кольорова індикація полів таблиці, що допомагає користувачеві швидко визначити, які поля необхідно заповнювати вручну, які з них мають вибір зі списку, а які поля заповнюються автоматично. Це дає змогу значно спростити процес роботи з таблицями та зменшити ймовірність помилок у роботі з даними.

У програмі реалізовано кольорову градацію стовпців таблиць, що дозволяє чітко визначити, як саме потрібно взаємодіяти з кожним з полів. Так, для полів, що повинні заповнюватися вручну, використовуються жовті клітинки, що інформують оператора про необхідність введення даних. Для полів, де потрібно вибрати значення з наданого списку, використовуються зелені клітинки, що забезпечує стандартизоване введення даних і запобігає введенню некоректних значень. Клітинки, в яких відбувається автоматичне заповнення даних на основі попередніх введених параметрів, позначаються синіми кольорами, що дозволяє швидко орієнтуватися в тому, які поля не потребують ручного вводу.

Це дає можливість не лише автоматизувати процес ведення журналу, але й покращити взаємодію оператора з програмою. Оскільки система передбачає можливість доповнення списків вибору новими даними, вона має

високу гнучкість і може легко адаптуватися до зміни вимог або додавання нових параметрів, що важливо в умовах швидко змінюваних стандартів і технологій. Таке рішення забезпечує лабораторіям необхідну гнучкість і адаптивність до різноманітних потреб і змін, що виникають у процесі їх діяльності.

Однією з головних переваг електронного журналу є його універсальність. Це програмне забезпечення може бути використано в будь-якій метрологічній лабораторії, незалежно від специфіки її роботи. Завдяки цьому, програма не тільки підвищує продуктивність праці, але й зменшує навантаження на персонал лабораторії, оскільки дозволяє значно скоротити час, витрачений на обробку та облік результатів вимірювань. Усі дані зберігаються в електронному вигляді, що забезпечує їх зручний доступ, можливість швидкого пошуку і збереження історії вимірювань.

Цифровий формат даного програмного забезпечення також має додаткову перевагу у вигляді можливості обміну даними між лабораторіями або іншими організаціями без необхідності фізично передавати документи. Це знижує витрати на транспортування та зберігання паперових документів і дозволяє швидко та зручно обмінюватися даними, що є важливим для забезпечення ефективного співробітництва між лабораторіями та іншими установами.

У додатках до цього розділу наведені приклади використання електронного журналу повірок на основі даних з метрологічної лабораторії, яка спеціалізується на повірці медичного обладнання. Це дозволяє наочно продемонструвати універсальність програми та її здатність адаптуватися до різних типів вимірювальних процесів, що використовуються в метрологічних лабораторіях. Програма показує свою ефективність і при застосуванні до специфічних вимірювальних процесів, таких як повірка медичного обладнання, що підкреслює її широку сферу застосування.

ВИСНОВКИ

У результаті виконання кваліфікаційної роботи розроблено методологічного забезпечення калібрувальної лабораторії з калібрування іонометрів.

Оцінювання показників точності результатів вимірювань проводиться шляхом порівняння їх з критерієм задовільності E_n , обчисленим за формулою:

$$E_n = \frac{x - X}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}}$$

де:

x – перший результат;

X – другий результат.

U_{lab}^2 – розширена невизначеність, пов'язна з першим результатом;

U_{ref}^2 – розширена невизначеність, пов'язна з другим результатом.

Результати вимірювань на підставі розрахунків інтерпретують таким чином: якщо критерій $|E_n| \leq 1$, то результати задовільні, якщо $|E_n| > 1$, то результати незадовільні.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Дорожовець М. та ін. Основи метрології та вимірювальної техніки: У 2 т. / М. Дорожовець, В. Мотало, Б. Стадник, В. Василюк, Р. Борек, А. Ковальчик; За ред.. Б. Стадника. — Львів: Видавництво Національного університету «Львівська політехніка», 2005. — Т. 1. Основи метрології. — 532 с.
2. Коваленко І. О. Метрологія та вимірювальна техніка. Вимірювання неелектричних величин: Навч. посібник. — Житомир: ЖДТУ, 2006. — 550 с.
3. РМУ 13-063-2008. Методика розрахунку невизначеності вимірювань з використанням експериментальних даних.
4. Дорожовець М. та ін. Основи метрології та вимірювальної техніки: У 2 т. / М. Дорожовець, В. Мотало, Б. Стадник, В. Василюк, Р. Борек, А. Ковальчик; За ред.. Б. Стадника. — Львів: Видавництво Національного університету «Львівська політехніка», 2005. — Т. 2. Вимірювальна техніка. — 656 с.
5. Метрологія, стандартизація, управління якістю і сертифікація : Підруч. для вищ. навч. закл. / Р. В. Бичківський, П. Г. Столярчук, П. Р. Гамула; Нац. ун-т "Львів. політехніка". - Львів, 2002. - 560 с
6. COOMET R/GM/15:2007, www.coomet.org.
7. Метрологія та вимірювальна техніка : підручник / Є. С. Поліщук, М. М. Дорожовець, В. О. Яцук та ін. ; за ред. Є. С. Поліщука ; М-во освіти і науки, молоді та спорту України, Нац. ун-т "Львів. політехніка". — 2-ге вид., доповн. та переробл. — Львів : Вид-во Львів. політехніки, 2012. — 544 с. : іл. — Тит. арк. парал. укр., англ. — [ISBN 978-617-607-232-4](https://doi.org/10.26907/2542-0419.2012.544)

8. Закон України “Про метрологію та метрологічну діяльність” № 113/98-ВР від 11.02.1998 зі змінами, внесеними згідно із Законом України № 77-VIII від 28.12.2014 р. (далі - Закон України)
9. ДСТУ 2681-94 Метрологія. Терміни та визначення
10. ДСТУ ISO/IEC 17025:2019. Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій
11. ДСТУ-Н РМГ 43:2006 Метрологія. Застосування "Посібник з вираження невизначеності вимірів" (РМГ 43:2001, IDT)
12. МІ 13.002-2003. Методика обґрунтування рівнянь вимірювань та оцінки методичної складової похибки (невизначеності) результатів вимірювань. Харків: ХДНДІМ, 2003 –11 с.
13. EA-4/02 Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration: EA, 1999. – 79 р. (EA-4/02 Подання невизначеності вимірювань при калібруванні)
14. <http://standart-m.com.ua/izmeritelnye-pribory/ionomery/ionomer-ai-123?mova=uk>
15. <http://standart-m.com.ua/izmeritelnye-pribory/ionomery/ionomer-ai-125>
16. Podchashinskiy Yu., Omelchuk I., Bendyukevich K., Melnyk A. Development of methodological support for the calibration laboratory // The world of science and innovation. Abstracts of the 6th International scientific and practical conference. Cognum Publishing House. London, United Kingdom. 14-16 January 2021. P. 54-58. Режим доступу: <https://sci-conf.com.ua/wp-content/uploads/2021/01/the-world-of-science-and-innovation-14-16.01.21.pdf>