

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОГРЕШНОСТИ И НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ АТТЕСТОВАННЫХ ЗНАЧЕНИЙ НА ПРИМЕРЕ СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА СОСТАВА ИОНОВ ТИТАНА

ANNOTATION:

The article describes the main stages of the development of standard samples according to the computational and experimental procedure and provides an algorithm for estimating the uncertainty of standard samples developed according to the computational and experimental procedure. This study is devoted to the metrological certification of standard samples containing titanium ions using the computational and experimental preparation procedure. The precise determination of these ions is critically important for industrial and scientific industries in the verification and calibration of measuring instruments. The methodology includes careful preparation techniques to ensure the reliability and traceability of measurements. Through rigorous calibration and validation processes, titanium ion concentrations are precisely determined, improving the quality and reliability of analytical results. This research contributes to the development of metrology in elemental analysis by providing accurate measurements important for quality control of materials and accuracy of measuring instruments.

АҢДАТПА:

Мақалада есептеу-эксперименттік процедура бойынша стандартты үлгілерді әзірлеудің негізгі кезеңдері сипатталған және есептеу-эксперименттік процедура бойынша әзірленген стандартты үлгілердің белгісіздігін бағалау алгоритмі келтірілген, бұл зерттеу есептеу-эксперименттік дайындау процедурасын қолдана отырып, құрамында титан иондары бар стандартты үлгілерді метрологиялық аттестаттауға арналған. Бұл иондарды дәл анықтау өлшеу құралдарын тексеру және калибрлеу кезінде Өнеркәсіптік және ғылыми салалар үшін өте маңызды. Әдістеме өлшеулердің сенімділігі мен қадағалануын қамтамасыз ету үшін мұқият дайындық әдістерін қамтиды. Қатаң калибрлеу және валидация процестері арқылы титан иондарының концентрациясы аналитикалық нәтижелердің сапасы мен сенімділігін жақсарту арқылы дәл анықталады. Бұл зерттеу материалдардың сапасы мен өлшеу құралдарының дәлдігін бақылау үшін маңызды дәл өлшемдерді қамтамасыз ете отырып, элементтік талдауда Метрологияның дамуына ықпал етеді.

АННОТАЦИЯ:

В статье описаны основные этапы разработки стандартных образцов по расчетно-экспериментальной процедуре и приведен алгоритм оценивания неопределенности стандартных образцов, разработанных по расчетно-экспериментальной процедуре, данное исследование посвящено метрологической аттестации стандартных образцов содержащих ионы титана с использованием расчетно-экспериментальной процедуры приготовления. Точное определение этих ионов критически важно для промышленных и научных отраслей при поверке и калибровке средств измерений. Методология включает в себя тщательные техники подготовки, чтобы обеспечить надежность и прослеживаемость измерений. Через строгие калибровочные и валидационные процессы концентрации ионов титана точно определяются, улучшая качество и надежность аналитических результатов. Это исследование вносит вклад в развитие метрологии в элементном анализе, обеспечивая точные измерения, важные для контроля качества материалов и точности средств измерений.

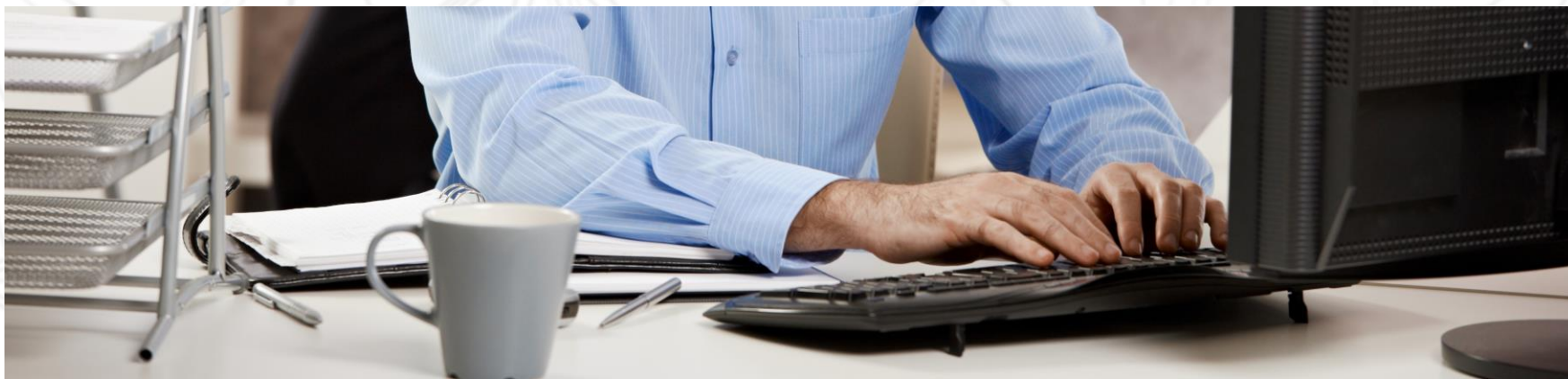
Стандартные образцы (СО) используются при реализации различных видов метрологических работ: для обеспечения метрологической прослеживаемости при передаче единиц величин при поверке и калибровке средств измерений, при разработке и метрологической аттестации методик выполнения измерений (МВИ), при контроле качества продукции по аттестованным и стандартизованным МВИ и др.

Сертифицированные стандартные образцы подлежат метрологическому контролю и могут использоваться в Республике Казахстан в соответствии с международной системой единиц или межгосударственными стандартами единиц

измерения, после проведения процедуры допуска к применению на территории республики согласно требованиям СТ РК 2.79.

В соответствии с законодательством РК в области обеспечения единства измерений, стандартный образец - материал (вещество) с установленными показателями точности измерений и метрологической прослеживаемостью, достаточно однородный и стабильный в отношении определенных свойств для того, чтобы использовать его при измерении или при оценивании качественных свойств в соответствии с предполагаемым назначением [1].





Отличительная особенность стандартных образцов – это наличие установленных показателей точности – метрологических характеристик.

Метрологические характеристики стандартных образцов устанавливаются в процессе специального исследования (метрологической аттестации) и указываются в технической документации на СО (паспорте, сертификате [2])

Утверждение и регистрация стандартных образцов категории ГСО в Республике Казахстан проводится уполномоченным органом и сопровождается выдачей свидетельства об утверждении типа и описания типа стандартного образца.

При метрологической аттестации СО наиболее трудоемкими являются процедуры оценивания погрешности и неопределённости аттестованных значений СО.

В ВКФ РГП «КазСтандарт» при проведении исследования по разработке стандартного образца состава ионов титана была применена расчетно-экспериментальная процедура установления метрологических характеристик. Оценивание относительной погрешности проводилось в соответствии с СТ РК 2.74 [3].

Материал стандартного образца готовили в мерной колбе растворением чистого порошка титана в растворе кислоты. При оценке характеристики погрешности учитывали погрешность калибровки химической посуды и степень чистоты исходных веществ.

Характеристику составляющей погрешности СО от степени чистоты исходного вещества Δm оценивали по μ – массовой доле основного вещества титана в титановом порошке (по данным сертификата на порошок титана) и предельному значению возможного отклонения массовой доли основного вещества от 100 %.

Составляющую относительной погрешности, обусловленную процедурой приготовления материала стандартного образца, оценивали по

погрешности взвешивания массы навески титанового порошка, значению погрешности вместимости применяемой мерной колбы. Также оценивалась чистота растворителей, которые были использованы при приготовлении материала стандартного образца.

Оцененное значение относительной погрешности СО состава ионов титана составила 0,08%.

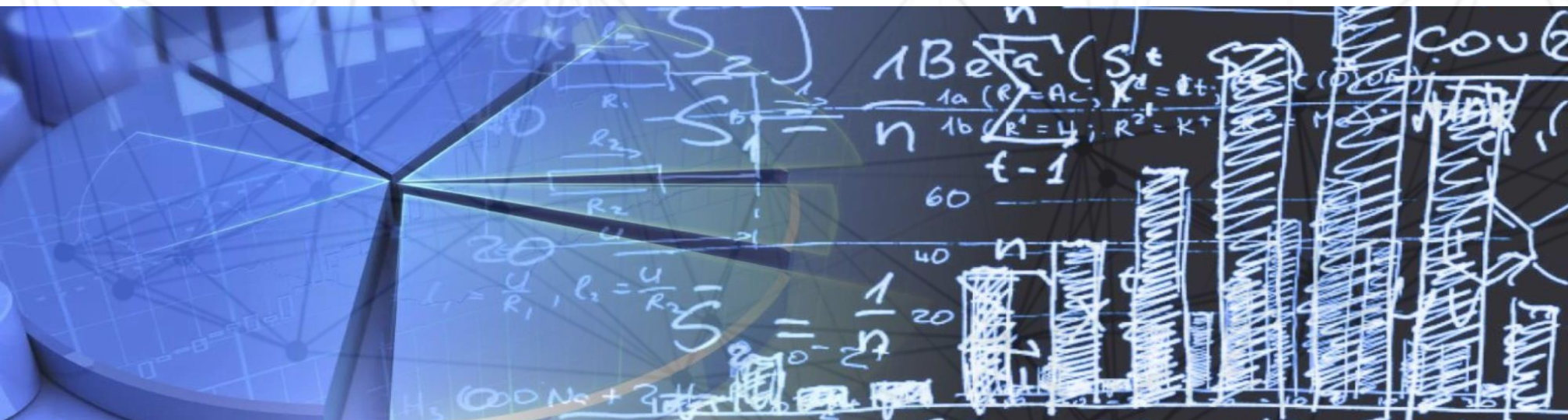
АЛГОРИТМ ОЦЕНКИ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА РАЗРАБОТАН В СООТВЕТСТВИИ С РМГ 93 И ВКЛЮЧАЕТ СЛЕДУЮЩИЕ ОСНОВНЫЕ СОСТАВЛЯЮЩИЕ:

- оценивание стандартной неопределенности от способа определения аттестованного значения стандартного образца;
- оценивание стандартной неопределённости от нестабильности СО;
- оценивание стандартной неопределенности от неоднородности материала СО;
- оценивание суммарной неопределённости;
- оценивание расширенной неопределённости [4].

Основными источниками неопределенности аттестованного значения разрабатываемого стандартного образца являются стандартная неопределенность от способа определения аттестованного значения стандартного образца и стандартная неопределенность от нестабильности стандартного образца. Стандартная неопределенность от неоднородности материала СО принята незначимой, т.к. материал стандартного образца представляет собой водный раствор.

Оценивание неопределенности от нестабильности проведено с использованием данных, полученных при определении срока годности СО изохронным методом. Минимальная продолжительность исследования стабильности t в данном случае составляет 9 месяцев. Для оценивания неопределенности от нестабильности использовали данные исследования стабильности за 12 месяцев.





Оценивание неопределенности от способа определения аттестованного значения СО проводили по результатам косвенных измерений по процедуре приготовления, используя оценки неопределенности влияющих величин.

АТТЕСТОВАННОЕ ЗНАЧЕНИЕ СО ЗАВИСИТ ОТ СЛЕДУЮЩИХ ВЕЛИЧИН:

- μ – массовая доля основного вещества в исходном материале, %;
- m – масса навески исходного вещества, мг;
- V - объем разведения (номинальная вместимость колбы), см³.

ПРИНИМАЯ, ЧТО ВСЕ ВЛИЯЮЩИЕ ВЕЛИЧИНЫ СТАТИСТИЧЕСКИ НЕЗАВИСИМЫ ДРУГ ОТ ДРУГА, ЗНАЧЕНИЕ СТАНДАРТНОЙ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ОТ СПОСОБА ОПРЕДЕЛЕНИЯ АТТЕСТОВАННОГО ЗНАЧЕНИЯ ОПРЕДЕЛЯЛИ ПО СОСТАВЛЯЮЩИМ СТАНДАРТНЫМ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТЯМ U(μ), U(m), U(V):

- массовая доля основного вещества установлена в соответствии с маркой титана, указанной в сертификате производителя (99,99 %), стандартную неопределенность от установления массовой доли основного вещества u(μ) рассчитывали по типу В, предполагая прямоугольный закон распределения вероятностей;

- стандартную неопределенность отбора массы навески u(m) оценивали по данным паспорта весов о нелинейности калибровки (соответствующей 0,2 мг), по типу В, предполагая прямоугольный закон распределения вероятностей;
- стандартную неопределенность калибровки колбы u(V) оценивали по типу В, исходя из предположения о треугольном распределении; также, оценивали суммарную стандартную неопределенность вместимости колбы uc(V) от изменения температуры окружающей среды, случайных отклонений при заполнении колбы до метки и по калибровке колбы.

Все данные по оценке метрологических характеристик были представлены отчете о научно-исследовательской работе к разрабатываемому стандартному образцу. В результате научно-исследовательской работы разработан новый тип однокомпонентного стандартного образца состава растворов ионов титана с массовой концентрацией 1,000 мг/см³. Изготовленный стандартный образец аттестован по расчетно-экспериментальной процедуре. Оценены аттестованное значение, относительная погрешность и расширенная неопределенность разработанного СО.

Установленные метрологические характеристики стандартного образца представлены в таблице:

Наименование	Аттестованное значение, мг/см ³	Фактическое значение относительной погрешности аттестованного значения (P=0,95), %	Расширенная неопределенность измерений, мг/см ³ (при P=0,95, k=2)
Стандартный образец состава раствора ионов титана	1,000	0,08	0,0009



На основании предоставленных данных, можно сделать следующие выводы для разрабатываемого стандартного образца:

1. Фактическое значение относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца ионов титана ($P=0,95$) составляет 0,08 %, что в абсолютных единицах составляет 0,0008 мг/см³, что соответствует современным требованиям к точности измерений.

2. Расширенная неопределенность измерений составляет 0,0009 мг/см³ при принятом коэффициенте охвата $k=2$ и доверительной вероятности 0,95. Эти результаты подтверждают высокую надежность и точность разработанного стандартного образца.

3. Использование расчетно-экспериментальной процедуры позволило точно оценить метрологические характеристики, такие как относительная погрешность (0,08%) и расширенная неопределенность, согласно РМГ 93. Оценка неопределенности была проведена с учетом различных факторов, включая чистоту исходных материалов, погрешность калибровки химической посуды и изменения окружающей среды. Все данные и результаты исследований документированы в отчете о научно-исследовательской работе, что подтверждает надежность и точность разработанного стандартного образца.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

1. Закон РК «Об обеспечении единства измерений». Закон Республики Казахстан от 7 июня 2000 года №53-ІІ.
2. ГОСТ 8.315-2019 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения
3. СТ РК 2.74-2004 Государственная система обеспечения единства размеров Республики Казахстан. Метрологическая аттестация стандартных образцов состава веществ и материалов по методике изготовления. Основные правила.
4. РМГ 93-2015 Государственная система обеспечения единства измерений. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов.