**Лекція 8.**

**Тема.** Визначення методик вимірювань.

**План лекції**

8.1. Деталізація вимог до методики.

8.2. Визначення характеристик методики.

8.3. Планування та організація вимірювань.

Знання вимог до методики є необхідною умовою оцінювання її придатності. Вимоги до методики включають вимоги до її структури і змісту, а також вимоги до її характеристик – збіжності, відтворюваності, стійкості, невизначеності. Основними джерелами інформації для **деталізації вимог** є: - вимоги законодавчих та нормативних документів; - вимоги замовників; - технічні завдання на розроблення методик; - технічні умови на продукцію, що є об’єктом випробування відповідно до методики. Відповідно до вимог ДСТУ ISO/ІЕС 17025 лабораторія повинна проводити аналіз запитів, заявок на проведення випробувань. Цей аналіз, серед іншого, повинен забезпечити адекватне визначення вимог до вимірювання для того, щоб обрана методика була здатна задовольнити вимоги замовника. Саме вимоги замовника визначатимуть вимірювання, яке необхідно здійснити, методику, що застосовуватиметься та ретельність, з якою цю роботу потрібно виконувати. Таким чином, лабораторія, підтримуючи зв’язок зі своїми замовниками, повинна забезпечити отримання достатнього обсягу інформації для встановлення чітких та усесторонніх вимог до вимірювання. Повинен бути визначений прийнятний рівень робочих характеристик (параметрів) методики, таких як невизначеність, повторюваність тощо.

Крім вимог замовників та вимог законодавчих і нормативних документів під час деталізації вимог лабораторія повинна врахувати існуючий досвід застосування методики і потреби сумісності з іншими подібними методиками, що вже використовуються в лабораторії чи в інших лабораторіях, а також рівень вимог, що діють на ринку відповідних послуг.

**Визначення характеристик методики**. Оцінювання повторюваності. Оцінювання повторюваності за результатами внутрішньолабораторних досліджень. Для оцінювання повторюваності проводяться дослідження з використанням ідентичних об’єктів (в разі неруйнівних випробувань за можливості на одному і тому ж об’єкті). Проводять L серій вимірювань з числом паралельних вимірювань m ≥ 2. Рекомендується L =10−16. В обґрунтованих випадках кількість спостережень в серії може бути меншою. В кожній серії вимірювання проводять за умов повторюваності. Від серії до серії умови (оператор, обладнання, параметри оточуючого середовища, тощо) змінюють таким чином, щоб це відповідало можливій мінливості у нормованих межах за реальних умов роботи лабораторії. Для кожної i -ої серії розраховують серійні середні xi та стандартні відхилення S (x) i за формулами m x x m j ij i ∑= = 1 , де j - порядковий номер результату в серії; m -кількість результатів. ( ) ( ) 1 1 2 − − = ∑ = m x x S x m j ij i i . Отримані оцінки дисперсії S (x) i 2 перевіряють на однорідність згідно з п. 7.3.3 ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-2:2005. Якщо перевірка покаже, що дисперсія певної серії є викидом, цю серію вилучають, після чого розрахунки повторюють. Оцінку стандартного відхилення повторюваності r S отримують за результатами тих серій вимірювань, дисперсії яких є однорідними, за формулою К S S i K i r 2 1 ∑ = = , де K -число невилучених серій результатів вимірювань. Показник повторюваності r для довірчої ймовірності 0,95 знаходять за формулою Qn Sr r = ⋅ , де Qn - коефіцієнт, значення якого залежить від числа n повторних вимірювань, регламентованих методикою під час проведення випробувань. Q2 = 2,77, Q3 = 3,31, Q4 = 3,63, Q5 = 3,86. 6.1.2. Оцінювання повторюваності за результатами спільного міжлабораторного експерименту. У разі наявності результатів спільного міжлабораторного експерименту (СМЕ), учасники яких використовували дану методику, оцінювання повторюваності проводять за цими результатами. Оцінювання проводять з відповідною заміною номера серії вимірювання на порядковий номер лабораторії.

**Оцінювання міжлабораторної відтворюваності**. Оцінювання міжлабораторної відтворюваності проводиться за результатами міжлабораторного експерименту (в разі їх наявності). Перед оцінюванням відтворюваності середні лабораторні значення xi перевіряють на наявність викидів за критерієм Грабса згідно з ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-2:2005. Якщо середнє значення певної лабораторії буде визнано викидом, результати цієї лабораторії вилучають. Відтворюваність оцінюють наступним чином. Розраховують спільне середнє значення для всіх лабораторій за формулою K x x К i ∑ i = = 1 , де xi - середнє значення для i -ої лабораторії, K - загальне число лабораторій, результати яких не вилучили.

Результати оцінювання міжлабораторної відтворюваності документуються за формою. Дослідження стійкості методики в лабораторії. Для дослідження необхідно ідентифікувати фактори, які можуть змінюватися в лабораторії та мінливість яких може призводити до зміни характеристик методики. До таких факторів можуть відноситися: оператор, умови довкілля (наприклад, температура), обладнання тощо. Методика має бути перевірена на стійкість щодо ідентифікованих факторів шляхом порівняння результатів, одержаних на одному і тому ж об’єкті (на ідентичних об’єктах для руйнівних випробувань) за двох різних (за можливості крайніх) значень фактору впливу, які можуть реалізуватися в лабораторії.

Такими різними факторами можуть бути різні оператори, крайні значення температур, за яких можуть проводитися випробування тощо. Перевірка на стійкість до відповідного фактора проводиться наступним чином: - за двох різних значеннях y1 та 2 y фактора Y в умовах повторюваності одержують по m ≥ 3 (рекомендується m =10 ) результатів вимірювання однієї і тієї ж величини; - за кожного із двох значень фактора розраховують середні значення x1 , x 2 та стандартні відхилення S1, S2 результатів вимірювання; - розраховують значення критерію Фішера ( ) ( ) 2 2 2 1 2 2 2 1 min , max , S S S S F = та порівнюють його з критичним значенням критерію Фішера для рівня значимості 0,05 ( ) 1 2 F 0,05; k ; k , де k1 = k2 = m −1 - числа ступенів свободи більшої та меншої дисперсій відповідно; - якщо розраховане значення критерію Фішера перевищує критичне, методика є нестійкою до зміни даного фактора; - якщо розраховане значення критерію Фішера не перевищує критичне, розраховують значення критерію Стьюдента - якщо розраховане значення критерію Стьюдента перевищує критичне, методика є нестійкою; - якщо розраховане значення критерію Стьюдента не перевищує критичне, методика є стійкою. В разі визнання методики нестійкою, причини нестійкості мають бути проаналізовані та, за можливості, усунені.

Оцінювання невизначеності вимірювання Невизначеність вимірювання оцінюється в залежності від наявності вихідних даних за одним із двох алгоритмів. Якщо наявні дані СМЕ, невизначеність оцінюється за даними міжлабораторних порівнянь. В цьому випадку сумарну стандартну невизначеність знаходять за формулою uс = SR , де R S - стандартне відхилення відтворюваності, розраховане згідно з 6.2. Розширену невизначеність для рівня довіри p = 0,95 оцінюють як U uc = 2⋅ . В разі відсутності даних міжлабораторних порівнянь, оцінювання невизначеності проводять за алгоритмом, описаним в ДСТУ-Н РМГ 43:2006. Результати оцінювання невизначеності оформлюються у вигляді таблиці компонентів невизначеності (інша назва - бюджет невизначеності).

Оформлення результатів оцінювання придатності. Результати оцінювання придатності методики документуються у формі протоколу оцінювання придатності (далі – протокол). Протокол складається з основної частини, висновку та титульної сторінки. Основна частина протоколу повинна містити результати оцінювання повторюваності, відтворюваності (у разі її оцінювання), стійкості та невизначеності. У висновку крім оцінки придатності методики повинні бути вказані оцінені характеристики методики. В разі визнання методики непридатною до застосування необхідно вказати причину непридатності методики.

До протоколу необхідно додати протоколи вимірювань чи випробувань, які проводилися з метою оцінювання характеристик методики. Висновок щодо оцінювання придатності підписується особою, відповідальною за оцінювання, та керівником підрозділу. Повністю оформлений протокол оцінювання придатності затверджується керівником підприємства (установи, лабораторії) що проводила оцінювання, а також узгоджується з особою, що відповідає за якість на підприємстві (установі, лабораторії).