

**RĪGAS TEHNISKĀ UNIVERSITĀTE**  
Transporta un mašīnzinību fakultāte  
Mašīnbūves tehnoloģijas institūts

**Tatjana IVANOVA**

Doktora studiju programmas „Aparātu inženierija” doktorante

**MASAS ETALONU STARPLABORATORIJU  
SALĪDZINOŠO MĒRĪJUMU PĒTĪJUMI**

Nozare: mašīnzinātne. Apakšnozare: mēraparāti un metroloģija.

**Promocijas darba kopsavilkums**

Zinātniskais vadītājs  
Dr. habil. sc. ing., profesors  
**J.RUDZĪTIS**

**Rīga 2010**

UDK 621.7.08:53.08](043.2)

Iv 090 m

Ivanova T. Masas etalonu starplaboratoriju salīdzinošo mērījumu pētījumi. Promocijas darba kopsavilkums.-R.:RTU, 2010.-30 lpp.

Iespiests saskaņā ar MTI institūta 2010.gada 30.septembra lēmumu, protokols Nr.5/10.

Šis darbs izstrādāts ar Eiropas Sociālā fonda atbalstu projektā „Atbalsts RTU doktora studiju īstenošanai”.

18. ISO 17025. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. – Geneva: International Organization for Standardization, 2005. – 37 p.
19. JCGM 100:2008. Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. – Geneva: International Organization for Standardization, 2008. – 120 p.
20. Measurement of non ionizing radiation from a broadcasting station, an Inter-laboratory Comparison, Autumn 2007. – Bern: Swiss Federal Office of Metrology, 2008. – 25 p.
21. NIST Technical Note 1297. United States Department of Commerce Technology Administration. – USA: National Institute of Standards and Technology, 1994. – 25 p.
22. Report of EUROMET key comparison of multiples and submultiples of the kilogram.-Sweden: EUROMET, 2008. – 14 p.
23. Report on EUROMET key comparison of 1 kg standards in stainless steel. – UK: National Physical Laboratory, 2008. – 21 p.
24. Пугачев В. Теория вероятностей и математическая статистика. – Москва: Наука, 2002. – 496 стр.
25. Севастьянов Б. Курс теории вероятностей и математической статистики. – Москва: Наука, 1982. – 238 стр.

**PROMOCIJAS DARBS  
IZVIRZĪTS INŽENIERZINĀTŅU DOKTORA GRĀDA IEGŪŠANAI  
RĪGAS TEHNISKAJĀ UNIVERSITĀTĒ**

Promocijas darbs inženierzinātņu doktora grāda iegūšanai tiek publiski aizstāvēts 2011.gada 02. martā, plkst. 15:00 Rīgas Tehniskās universitātes Transporta un mašīnzinību fakultātē, Ezermalas ielā 6, 405. auditorijā.

**OFICIĀLIE RECENZENTI**

Profesors, Dr.habil.sc.ing. Aleksandrs Urbahs  
Rīgas Tehniskā universitāte, Latvija

Etalonu uzturēšanas un reglamentētās metroloģijas  
daļas vadītājs, Dr.phys. Valdis Gedrovics  
Standartizācijas, Akreditācijas un Metroloģijas centrs, Latvija

Profesors, Dr.sc.ing. Reins Lāneots (Rein Laaneots)  
Tallinas Tehniskā universitāte, Igaunija

**APSTIPRINĀJUMS**

Apstiprinu, ka esmu izstrādājusi doto promocijas darbu, kas iesniegts izskatīšanai Rīgas Tehniskajā universitātē inženierzinātņu doktora grāda iegūšanai. Promocijas darbs nav iesniegts nevienā citā universitātē zinātniskā grāda iegūšanai.

Tatjana Ivanova .....(Paraksts)

Datums: .....

Promocijas darbs ir uzrakstīts latviešu valodā, satur ievadu, 4 nodaļas, secinājumus, literatūras sarakstu, 3 pielikumus, 29 zīmējumi un ilustrācijas, 69 tabulas, kopā 117 lappuses. Literatūras sarakstā ir 25 nosaukumi.

## SATURS

PROMOCIJAS DARBA VISPĀRĒJS RAKSTUROJUMS .....	5
Tēmas aktualitāte .....	5
Darba mērķis un uzdevumi .....	5
Pētījumu metodika .....	6
Zinātniskā novitāte un galvenie pētījumu rezultāti.....	6
Praktiskais pielietojums.....	6
Autors šajā darbā aizstāv:.....	7
Darba aprobācija .....	7
Publikācijas .....	8
Darba struktūra un apjoms .....	8
PROMOCIJAS DARBA SATURS.....	9
Galvenie termini.....	9
Ievads .....	9
1. nodaļa MASAS ETALONU STARPLABORATORIJU MĒRĪJUMU ESOŠIE REZULTĀTI UN TO ANALĪZE .....	9
2. nodaļa AUGSTAS PRECIZITĀTES MASAS ETALONI UN MĒRĪJUMU IEKĀRTAS .....	10
3. nodaļa SVĒRŠANAS METODES STARPLABORATORIJU MĒRĪJUMU SALĪDZINĀJUMIEM .....	15
4. nodaļa STARPLABORATORIJU MĒRĪJUMU SALĪDZINĀŠANAS METODE 19	
4.1. Mērījumu objekta izvēle un uzdevumu precizēšana dalīblaboratorijām ....	19
4.2. Starplaboratoriju mērījumu salīdzināšanas noteikumi.....	20
4.3. Starplaboratoriju mērījumu salīdzināšanas shēmas izvēle atkarībā no dalīblaboratoriju skaita un ģeogrāfiskā izvietojuma.....	20
4.4. Masas etalonu mērījumu rezultātu novērtējums pilotlaboratorijā .....	20
4.5. Masas etalona references vērtības noteikšana pilotlaboratorijā.....	21
4.5.1. Masas etalona nosacītās masas noteikšana.....	21
4.5.2. Masas etalona nosacītās masas paplašinātā nenoteiktība .....	22
4.6. Datu novērtējums, salīdzinot pilotlaboratorijas rezultātus ar dalīblaboratoriju rezultātiem .....	23
4.6.1. Dalīblaboratoriju mērījumu rezultātu grafiskais novērtējums .....	23
4.6.2. Dalīblaboratoriju mērījumu rezultātu analītiskais novērtējums.....	24
4.7. Paplašinātas nenoteiktības un vislabākās mērīšanas spējas izpēte dalīblaboratorijās.....	25
SECINĀJUMI.....	27
LITERATŪRA.....	29

## LITERATŪRA

1. Koliškina A., Volodko I. *Varbūtību teorijas un statistikas elementi*. – Rīga: RTU, 2004. – 81. p.
2. *Likums par mērījumu vienotību*. – Lavija: Saema, 1997. – 2. lpp.
3. Dieck R.H. *Measurement Uncertainty. Methods and Applications*. – USA: Instrumentation, Systems and Automation Society, 2007. -252 p.
4. Emery J.C. *Simplifying the Electronic Balance Load Cell// Sensors Magazine* – 2002. No. 6 – 20.-25. lpp.
5. Firlus M. *The road to a mass laboratory*. – Germany: Physikalisch-Technische Bundesanstalt, 2009. – 8 p.
6. Jones F.E., Schoonover R.M. *Handbook of mass measurement*. – USA: CRC Press LLC, 2002. – 336 p.
7. Laaneots R., Mathiesen O. *An Introduction to Metrology*. – Estonia: The Publishing Office of the Tallinn University of Technology, 2006. – 272 p.
8. Lawn R. E., Prichard F. E. *Practical Laboratory Skills Training Guide. Measurement of Mass*. – UK: LGC (Teddington) Limited, Royal Society of Chemistry, 2003. – 16 p.
9. Leito I., Kukk T. *Interlaboratory Comparison Measurement EstOil-1. Final report*. – Tartu: University of Tartu, 2005. – 9 p.
10. Lira I. *Evaluating the measurement uncertainty*. – London: Fundamentals and practical guidance. The Institute of Physics, 2002. – 251 p.
11. Nava J., Becerra L.O. *Interlaboratory mass comparison between laboratories belonging to SIM – sub-regions coordinated by CENAM*. – Mexico: CENAM, 2006. – 8 p.
12. Nunes J., Lito G., Camões F. u.c. *Portuguese pH Interlaboratory Comparison// XIX IMEKO World Congress Fundamental and Applied Metrology*. – Lisbon: IMEKO, 2009. – 2606.-2609.lpp.
13. Woger W. *Remarks on the E<sub>n</sub> – criterion Used in Measurement Comparison*. – Braunschweig: PTB-Mitteilungen, 1999. – 27 p.
14. *Guidance on Proficiency Testing. Interlaboratory Comparisons*. – USA: ANSI-ASQ National Accreditation Board, 2009. – 10 p.
15. *International Recommendation OIML R 111*. – Paris: International Organization of Legal Metrology, 2004. – 78 p.
16. *ISO Guide 43-1:1997. Proficiency testing by interlaboratory comparisons. Part 1. Development and operation of proficiency testing schemes*. – Geneva: International Organization for Standardization, 1997. – 16 p.
17. *ISO 13528. Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*. – Geneva: International Organization for Standardization, 2005. – 66 p.

vadošās pasaulē. Pateicoties šai metodei laboratorijās rodas iespēja novērtēt ne tikai dalīblaboratorijas, bet arī tas ļauj novērtēt pašu spēkus.

3. Darbā iegūti starplaboratoriju mērījumu rezultāti:

- a) Laboratorija „A” aprēķināja ļoti zemu nenoteiktību nomināliem 50 g un 1 kg, kas izraisīja nepieļaujamo  $E_n$  koeficienta vērtību. Ir tehniskās problēmas ar nominālu 20 kg, tā kā nenoteiktības palielināšana līdz pieļaujamai robežai (1/3 no pieļaujamās kļūdas) nevar samazināt  $E_n$  līdz pieļaujamai vērtībai. Nepareizi aprēķināta vislabākā mērīšanas spēja nomināliem 500 g, 1 kg un 20 kg.
- b) Laboratorijai „B” nominālam 20 kg vislabākā mērīšanas spēja neatbilst precizitātes klasei no akreditācijas sertifikāta.
- c) Laboratorijas „C” rezultāti kopumā neatbilst precizitātes klasei no akreditācijas sertifikāta.
- d) Laboratorija „D” nepareizi aprēķina vislabāko mērīšanas spēju visiem nomināliem.

Dalīblaboratoriju rezultātus kopumā var uzskatīt par pieņemamiem no tehniskā viedokļa ( $E_n$  koeficients). Tomēr, gandrīz visiem dalībniekiem ir problēmas ar nenoteiktības un vislabākās mērīšanas spējas aprēķiniem. Laboratorijas pārāk optimistiski novērtē savas iespējas, neievērojot starptautisko rekomendāciju prasības.

4. Pilotlaboratorijā atvaru kalibrēšanas procesā bija novērota paaugstināta masas komparatora jūtība pret elektriskās barošanas kvalitāti. Tīkla sprieguma straujas izmaiņas kalibrēšanas laikā ietekmēja ABBA ciklu rezultātus, un līdz ar to mērījumi bija neveiksmīgi („failed” kalibrēšanas protokolā). Laika posmos, kad barošanas spriegums bija stabils, mērījumi notika veiksmīgi („ok” kalibrēšanas protokolā). Par barošanas kvalitāti varēja spriest izmantojot parasto digitālo multimetru maiņstrāvas sprieguma mērīšanas režīmā. Šī problēma tika atklāta eksperimenta procesā, tā nebija paredzēta „Sartorius” dokumentos. Problēmas novēršanai ir nepieciešams veikt pasākumus barošanas kvalitātes uzlabošanai. Piemēram, uzstādīt nepārtrauktās barošanas avotu ar dubulto pārveidošanu (double conversion UPS). Tas varētu samazināt laiku, kas ir vajadzīgs katram mērījumam, paaugstinot laboratorijas ražīgumu.

5. Tādējādi dotā laboratoriju savstarpējā salīdzināšanas metode paver jaunās iespējas atklāt ne tikai vadošo laboratoriju kļūdas, bet arī parādās iespēja redzēt to laboratoriju kļūdas, kas nevar piedalīties pasaules laboratoriju savstarpējā salīdzināšanā. Dotā metode ļauj atklāt dalīblaboratoriju kļūdas, kas varēja palikt nezināmas un līdz ar to traucēt gan valsts ekonomikai, gan arī medicīnas un farmācijas jomai. Darbs dod iespēju izveidot masas mērījumu sistēmu Latvijā.

## PROMOCIJAS DARBA VISPĀRĒJS RAKSTUROJUMS

### Tēmas aktualitāte

Tēma atbilst Latvijas Metroloģijas un akreditācijas valsts aģentūras (MAVA) vienam no galvenajiem uzdevumiem: starplaboratoriju mērījumu salīdzināšanas projektam. Piedalīšanās tajā ir nepieciešama saskaņā ar Latvijas 27.02.1997 likumu «PAR MĒRĪJUMU VIENOTĪBU». Akreditētajām mērījumu laboratorijām, laboratoriju kompetences apstiprināšanai un kvalitātes mērījumu veikšanai šāda dalība projektā ir noteikta arī ar EIROPAS STANDARTU EN ISO/IEC 17025:2005 „Testēšanas un kalibrēšanas laboratoriju kompetences vispārīgas prasības”.

Iegūta darba pieredze šādos masas starplaboratoriju mērījumu salīdzinājumos var noderēt arī citos inženiermetroloģijas pētījumos.

### Darba mērķis un uzdevumi

Darba mērķis ir izstrādāt metodi, ar kuru kontrolējošas institūcijas varētu pārbaudīt akreditēto masas mērījumu dalīblaboratoriju spēju veikt precīzus mērījumus. To var novērtēt, salīdzinot pilotlaboratorijas rezultātus (MAVA) ar dalīblaboratorijas rezultātiem.

Promocijas darba tēma ir saistīta ar starplaboratoriju masas etalonu mērījumu organizēšanu. Tas līdz šim Latvijā nebija veikts.

Saskaņā ar to, šajā promocijas darbā ir jārisina sekojošie uzdevumi:

- 1) Augstas precizitātes masas mērījumiem paredzēto mērījumu iekārtu un svēršanas metožu analīze;
- 2) Masas mērījumu un nenoteiktības noteikšanas matemātiskā modeļa izstrāde;
- 3) Starplaboratoriju salīdzinājuma shēmas izstrāde;
- 4) References vērtības un tās nenoteiktības noteikšanas metodes izstrāde;
- 5) Datu analīzes metodes izvēle;
- 6) Izstrādātās starplaboratoriju salīdzinājuma metodes praktiskais pielietojums.

## Pētījumu metodika

Dotajā darbā ir izmantotas sekojošas pētījuma metodes:

- 1) Mērīšanas nenoteiktības noteikšana saskaņā ar vadlīnijām JCGM 104:2009,
- 2) Datorprogrammas „Scales Net 32” izmantošana laboratoriju rezultātu sākotnējai apstrādei,
- 3) Varbūtības teorijas un statistikas metodes pielietošana kļūdu (nenoteiktības) analīzei.

## Zinātniskā novitāte un galvenie pētījumu rezultāti

Pirmoreiz Latvijā tika veikta akreditēto laboratoriju masas mērījumu starplaboratoriju salīdzināšana. Salīdzināšanā piedalījās laboratorijas, kas piedāvā atsvāru un svaru kalibrēšanas un pārbaudes pakalpojumus.

Darbā izstrādātā starplaboratoriju mērījumu metode ar zvaigznes veida shēmu, kuru iespējams izmantot starplaboratoriju salīdzināšanas veikšanai arī citās nozarēs. Šīs metodes priekšrocība ir tas, ka var kontrolēt etalonu masas izmaiņas starplaboratorijām. Izstrādāts masas mērījumu nenoteiktības matemātiskais modelis.

Salīdzināšanas darbība ir ļoti nozīmīga masas mērījumu vērtības izsekojamībā un to atbilstībā starptautiskajiem standartiem. Darba gaitā tika izvērtēta gan šo laboratoriju rezultātu precizitāte, gan to ticamība. Kopumā dažiem starplaboratoriju salīdzināšanas dalībniekiem ir nepieciešams veikt virkni pasākumu, kas virzīti uz masas mērījumu precizitātes un ticamības paaugstināšanu.

## Praktiskais pielietojums

Darba rezultāts var būt par pamatu mērījumu kvalitātes uzlabošanai Latvijas masas mērījumu laboratorijās. Tas varētu paaugstināt laboratoriju konkurētspēju, kā arī stiprināt Latvijas pozīcijas Eiropā metroloģijas jautājumos kopumā.

Darbā izmantoto metodi references vērtības izvērtēšanai un dažādās laboratorijās iegūto rezultātu salīdzināšanai iespējams izmantot starplaboratoriju salīdzināšanas veikšanai citās valstīs.

Ar nelielām izmaiņām šo metodi iespējams izmantot starplaboratoriju salīdzināšanas veikšanai arī citu fizisko lielumu mērīšanas jomās.

(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)
1 g	(+)	(+)	(+)	(+)	(+)	(-)	(+)	(-)
50 g	(-)	(+)	(+)	(+)	(+)	(-)	(+)	(-)
100 g	(+)	(+)	(+)	(+)	(+)	(-)	(+)	(-)
500 g	(+)	(-)	(+)	(+)	(+)	(-)	(+)	(-)
1 kg	(-)	(-)	(+)	(+)	(+)	(-)	(+)	(-)*
20 kg	(-)	(-)	(+)	(-)	(+)	(-)	(+)	(-)*

Veicot datu analīzi, 4. nodaļā tiek aprakstīti dalīblaboratoriju mērījumu rezultātu atšķirību iespējamie iemesli. Laboratorijas mērījumu atšķirības var izvērtēt izmantojot nosacītās masas mērījumu funkcijas modeļi (5. att.), kur  $m_{cr} = m_{cr} + \Delta I + C + \Delta m_d$ . Katra no šīm komponentēm var ietekmēt mērījumu rezultātu. Ir zināms, ka  $m_{cr}$  - ir etalona nosacītā masa.

1. Starplaboratoriju mērījumos katra dalīblaboratorija pielietoja savu masas etalonu. Iespējams, ka masas etalonam bija liela nenoteiktība. Nevar izslēgt, ka dalīblaboratorijas apkārtējās vides apstākļi (tādi kā temperatūra, relatīvais gaisa mitrums un citi) neatbilsta starptautiskās rekomendācijas prasībām.

2. Attiecībā uz otro komponentu  $\Delta I$  (radījumu starpību starp testējamo atsvāru un masas etalonu), pastāv iespēja, ka dalīblaboratorijās bija problēmas ar elektrobarošanu, jo tas būtiski ietekmē mērījumu stabilitāti.

3. Mērījumu funkcijā arī minēta komponente  $C$ , kura ievēro aerostatisko spēku ietekmi uz mērīšanas procesu. Iespējams, ka dalīblaboratorijā gaisa blīvums un atsvāru materiāla blīvums neatbilsta starptautiskas rekomendācijas OIML R111 prasībām.

4. Ceturtā komponente ir  $\Delta m_d$  - mērījumu iekārtas kļūda. Mērījumu iekārtas kļūdu arī ietekmē magnētiskie spēki, ekscentritāte un citi traucējumi. Piemēram, mērīšanas procesā laboratorijā nedrīkst pielietot mobilos telefonus, kuri var negatīvi ietekmēt mērīšanas procesu.

## SECINĀJUMI

Darba rezultātā var izdarīt sekojošus secinājumus:

1. Pirmoreiz Latvijā tika veikti starplaboratoriju salīdzinājumi masas mērījumu jomā. Starplaboratoriju salīdzinājumi tika veikti starp piecām Latvijas akreditētajām laboratorijām, tai skaitā pilotlaboratorijā (Metroloģijas un akreditācijas valsts aģentūrā).

2. Izstrādāta starplaboratoriju mērījumu salīdzināšanas metode, kura atšķiras no citām metodēm. Šī metode dod iespēju veikt līdzīgus starplaboratoriju mērījumus ne tikai masas mērījumu jomā, bet arī citās metroloģijas jomās. Šī metode visvairāk ir pielietojamā laboratorijām, kas nav

2. tabula

Laboratorijas nenoteiktības analīze atkarībā no nenoteiktības pieļaujamās vērtības saskaņā ar Starptautisko Rekomendāciju OIML R111								
Laborator. informācija	Laboratorija "A" akk. uz M <sub>1</sub> prec. kl.		Laboratorija "B" akk. uz F <sub>1</sub> prec. kl.		Laboratorija "C" akk. uz F <sub>1</sub> prec. kl.		Laboratorija "D" akk. uz F <sub>1</sub> prec. kl.	
	Kalibrēšanas rezultāti		Kalibrēšanas rezultāti		Kalibrēšanas rezultāti		Kalibrēšanas rezultāti	
Nomināli	Nosacītā masa	Nenoteikt. atkarībā no pieļaujam. nenot. vert. U (%)	Nosacītā masa	Nenoteikt. atkarībā no pieļaujam. nenot. vert. U (%)	Nosacītā masa	Nenoteikt. atkarībā no pieļaujam. nenot. vert. U (%)	Nosacītā masa	Nenoteikt. atkarībā no pieļaujam. nenot. vert. U (%)
100 mg	0,012 mg	19,2	-0,001 mg	10,2	0,013 mg	852,0	0,0097 mg	156,0
1 g	0,007 mg	9,3	0,001 mg	12,0	-0,03 mg	486,0	0,002 mg	78,0
50 g	0,033 mg	4,2	-0,060 mg	21,0	-0,16 mg	222,0	-0,073 mg	33,0
100 g	0,011 mg	3,5	0,034 mg	9,6	0,01 mg	184,8	0,055 mg	27,6
500 g	1,090 mg	19,0	0,303 mg	9,7	-0,2 mg	530,9	0,449 mg	14,4
1 kg	3,184 mg	12,6	-0,385 mg	9,6	-1,0 mg	298,6	-1,0 mg	13800,0
20 kg	339,73 mg	35,5	-16 mg	44,7	9,51 mg	175,5	49 mg	690,0

No 2. tabulas var secināt, ka laboratorijām „C” un „D” ir nepieļaujama liela nenoteiktība.

Otrkārt ir nepieciešams izvērtēt dalīblaboratoriju vislabāko mērīšanas spēju, kuru var atrast akreditācijas dokumentos. Pēc tam var aprēķināt procentuāli cik liela nenoteiktība ir katrā laboratorijā, salīdzinot ar dalīblaboratoriju vislabāko mērīšanas spēju (3. tabula).

3. Tabula

Laboratorijas nenoteiktības analīze ievērojot vislabākas mērīšanas spējas (VMS)								
Laborator. informācija	Laboratorija "A" akk. uz M <sub>1</sub> prec. kl.		Laboratorija "B" akk. uz F <sub>1</sub> prec. kl.		Laboratorija "C" akk. uz F <sub>1</sub> prec. kl.		Laboratorija "D" akk. uz F <sub>1</sub> prec. kl.	
	Kalibrēšanas rezultāti		Kalibrēšanas rezultāti		Kalibrēšanas rezultāti		Kalibrēšanas rezultāti	
Nomināli	Nosacītā masa	Nenoteiktība, ievērojot VMS U (%)	Nosacītā masa	Nenoteiktība, ievērojot VMS U (%)	Nosacītā masa	Nenoteiktība, ievērojot VMS U (%)	Nosacītā masa	Nenoteiktība, ievērojot VMS U (%)
100 mg	0,012 mg	18,8	-0,001 mg	10,6	0,013 mg	nav. akk.	0,0097 mg	nav. akk.
1 g	0,007 mg	14,8	0,001 mg	12,1	-0,03 mg	111,4	0,002 mg	104,0
50 g	0,033 mg	16,8	-0,060 mg	21,0	-0,16 mg	111,0	-0,073 mg	113,8
100 g	0,011 mg	23,2	0,034 mg	10,0	0,01 mg	118,5	0,055 mg	127,8
500 g	1,090 mg	121,8	0,303 mg	9,8	-0,2 mg	109,3	0,449 mg	1090,9
1 kg	3,184 mg	123,7	-0,385 mg	10,0	-1,0 mg	108,2	-1,0 mg	nav. akk.
20 kg	339,73 mg	130,1	-16 mg	14,9	9,51 mg	142,3	49 mg	nav. akk.

No 3. tabulas var secināt, ka laboratorijai „A” uz nomināliem 500 g, 1 kg, 20 kg; laboratorijām „C” un „D” gandrīz uz visiem nomināliem ir liela nenoteiktība attiecībā uz vislabāko mērīšanas spēju. Laboratorijām ir nepieciešams pievērst uzmanību vislabākās mērīšanas spējas noteikšanai.

4. tabulā ir atspoguļoti dalīblaboratoriju problemātiskie rezultāti.

4. tabula

#### Rezultātu analīze

(“+”-apmierinošs rezultāts, “-”-neapmierinošs rezultāts)

Nomināli	Laboratorija „A”		Laboratorija „B”		Laboratorija „C”		Laboratorija „D”	
	$E_n$	Nenot. novērt.	$E_n$	Nenot. novērt.	$E_n$	Nenot. novērt.	$E_n$	Nenot. novērt.
(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)
100 mg	(+)	(+)	(+)	(+)	(+)	(-)*	(+)	(-)*

#### Autors šajā darbā aizstāv:

- Izstrādāto starplaboratoriju masas mērījumu metodi;
- Metodes praktisko pielietojumu:
  - references vērtības un nenoteiktības noteikšanu atsvaru nomināliem: 100 mg, 1g, 50 g, 100 g, 500g, 1 kg, 20 kg, izmantojot masas komparatoru;
  - starplaboratoriju mērījumu rezultātu novērtējumu.

#### Darba aprobācija

Par galvenajiem panākumiem un disertācijas rezultātiem tika saņemti paziņojumi, kuros saņemti atzinīgi novērtējumi no sekojošajām konferencēm un semināriem:

#### Latvija:

- Rīgas Tehniskās Universitātes 49. Starptautiskā Zinātniskā konference 13.10. – 15.10.2008.
- Rīgas Tehniskās Universitātes 50. Starptautiskā Zinātniskā konference 12.10. – 16.10.2008.
- RTU TMF Promocijas padomes P – 16 seminārs. Zinātniskā semināra vadītājs, profesors Jānis Rudzītis. Rīga. 2009. gada 15. oktobris.
- RTU TMF Mehānikas institūta zinātniskais seminārs. Zinātniskā semināra vadītājs, profesors Jānis Vība. Rīga. 2009. gada 15. decembris.

#### Ārvalstīs:

- 4<sup>th</sup> International Conference Mechatronic Systems and Materials 14.07-17.07.2008, Bialystok, Poland.
- 5<sup>th</sup> International Conference Mechatronic Systems and Materials 22.10-25.10.2009, Vilnius, Lithuania.
- 7<sup>th</sup> International Conference on Bionics and Prosthetics, Biomechanics and Mechanics, Mechatronics and Robotics VARNA'2010, 24.05-25.05.2010, Liepaya, Latvia.
- International Congress – Machines, Technologies, Materials MTM 2010 26.05-28.05.2010, Sofia, Bulgaria.
- 6<sup>th</sup> International Conference Mechatronic Systems and Materials 05.07.-08.07.2010, Opole, Poland.

## Publikācijas

Par veikto pētījumu rezultātiem un izstrādāšanu ir nopublicēti seši zinātniski raksti:

1. Ivanova T., Rudzitis J. Traceability and Capability Control of Mass Measurement Equipment and Drift Statistical Analysis of National Mass Standards in Latvia// ISSN 1898-4088. Acta mechanica et automatica. Volume 2. – no.3. - Bialystok: Bialystok Technical University, 2008. - pp. 42-50.
2. Ivanova T., Rudzitis J. High Precision Mass Measurement in Automation// ISSN 1012-0394. Solid State Phenomena. Volume 164. - Switzerland: Trans Tech Publications, 2010. - pp. 19-24.
3. Ivanova T. Mass Comparators and Their Application to Interlaboratory Comparisons// ISBN 978-9934-10-027-7. Proceedings of the 7<sup>th</sup> Baltic-Bulgarian Conference on Bionics and Prosthetics Biomechanics and Mechanics Mechatronics and Robotics. - Liepaya, Latvia, 2010.- pp. 77-79.
4. Иванова Т. Межлабораторное сравнение лабораторий измерения массы в Латвии// ISSN 1313-0226. Международный виртуальный журнал Машины, Технологии, Материалы. № 4-5. - София: Научно-технический союз машиностроения, 2010. - стр. 60-62.
5. Ivanova T., Rudzitis J. Mass Measurement Interlaboratory Comparison in Latvia// Proceedings of 6<sup>th</sup> International Conference Mechatronic System and Materials. - Opole, Poland, 2010 -7 p. (CD-ROM).
6. Иванова Т. Метод межлабораторного сравнения в области измерения массы// ISSN 1991-3087. Журнал научных публикаций аспирантов и докторантов. № 6. - Курск, 2010. - стр. 136-142.

## Darba struktūra un apjoms

Promocijas darbs ir uzrakstīts latviešu valodā, satur ievadu, 4 nodaļas, secinājumus, literatūras sarakstu, 3 pielikumus, 29 zīmējumi un ilustrācijas, 69 tabulas, kopā 117 lappuses. Literatūras sarakstā ir 25 nosaukumi.

Laboratorijas veiksmīgai akreditācijai ir nepieciešams  $|E_{n,i}| \leq 1$ . Tādā veidā katrai laboratorijai var aprēķināt normalizēto novirzi  $E_n$ :

- ja  $|E_{n,i}| \leq 1$ , tad rezultāts ir apmierinošs,
- ja  $|E_{n,i}| > 1$ , tad rezultāts nav apmierinošs.

Kā piemēru analītiski var apskatīt šaha veida dalīblaboratorijas mērījumu rezultātus masas etalonam 1 kg (1. tabula). Šeit var redzēt analītiski, ka laboratorijai „A” ir neatļauta liela atšķirība no pilotlaboratorijas rezultāta.

1. tabula

$E_n$  koeficienta aprēķins (1 kg)

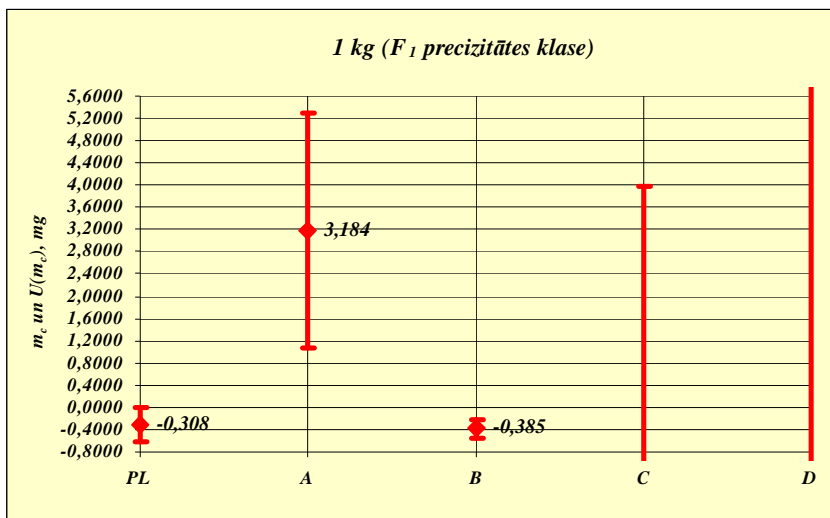
LAB <sub>i</sub>	PL	A	B	C	D
PL	-	<b>1,64</b>	-0,22	-0,14	0,00
A	<b>-1,64</b>	-	-1,69	-0,77	-0,02
B	0,22	1,69	-	-0,12	0,00
C	0,14	0,77	0,12	-	0,00
D	0,00	0,02	0,00	0,00	-

## 4.7. Paplašinātas nenoteiktības un vislabākās mērīšanas spējas izpēte dalīblaboratorijās

Tālāk ir nepieciešams novērtēt iegūto paplašināto nenoteiktību katrā laboratorijā. Lai novērtētu nenoteiktību, pirmkārt ir nepieciešams pielietot OIML R111 rekomendāciju, izmantojot kuru var aprēķināt pieļaujamo nenoteiktību katram atvaru nominālām atkarībā no precizitātes klases. Pieļaujamā nenoteiktība ir vienāda vienai trešdaļai no pieļaujamās kļūdas:

$$U_{piel.} = \frac{1}{3} \sigma$$

Nenoteiktību var aprēķināt procentuāli katrai laboratorijai un salīdzināt ar pieļaujamo nenoteiktību (2. tabula). Pieņemot, ka pieļaujamā nenoteiktība ir 100%, var aprēķināt cik procentos ir iegūta nenoteiktība katrā laboratorijā. Piemēram, laboratorijai „A” atvaru nominālam 100 mg iegūta nenoteiktība ir 0,032 mg, bet pieļaujamā nenoteiktība ir 0,166 mg (1/3 no pieļaujamas kļūdas 0,5 mg). Ja pieļaujamā nenoteiktība 0,166 mg ir 100%, tad iegūtā relatīva nenoteiktība ir  $100 \cdot 0,032 / 0,166 = 19,2\%$ . Analogiski var aprēķināt relatīvu nenoteiktību visam laboratorijām.



8. att. Dalīblaboratorijas kalibrēšanas rezultāti masas etalonam 1 kg

#### 4.6.2. Dalīblaboratoriju mērījumu rezultātu analītiskais novērtējums

Lai apstiprinātu secinājumus, kas ir iegūti no grafikiem, mērījumu salīdzinājumos izmanto tā saucamo *normalizēto novirzi*  $E_n$ , kas definēta kā:

$$E_n = \frac{(m_i - m'_{PL})}{\sqrt{U^2(m_i) + U^2(m'_{PL})}} \quad (12)$$

kur  $E_{n,i}$  - normalizēta novirze *i-tajai* laboratorijai,

$U(m_i)$  - paplašināta nenoteiktība, kas piešķirta *i-tajā* laboratorijā iegūtam rezultātam  $m_i$ ,

$m'_{PL}$  - nosacītā masa pilotlaboratorijā,

$U(m'_{PL})$  - nosacītās masas paplašinātā nenoteiktība, iegūta pilotlaboratorijā.

## PROMOCIJAS DARBA SATURS

### Galvenie termini

Darbā izmantoti sekojošie galvenie termini:

- 1) **Kalibrēšana** – operāciju kopums, kas nosacītos apstākļos konstatē sakarību starp mērīšanas līdzekļu vai mērīšanas sistēmas uzrādīto lielumu vērtībām, materiālā mēra vai atsauces materiāla esošām vērtībām un vērtībām, kas ir reproducētas no atbilstošā mērvienības etalona.
- 2) **Nosacītā masa** (vai masas nosacītā vērtība) – ķermeņa gaisā svēršanas rezultāta nosacītā vērtība, iegūta saskaņā ar Starptautisko Rekomendāciju OIML R33. Atsvara nosacītā masa pie referenes temperatūras ( $t_{ref}$ ) 20 °C ir referenes atsvara masa noteikta pamatojoties uz vienota atsvaru materiāla blīvuma ( $\rho_{ref}$ ) = 8000 kg/m<sup>3</sup> un pie referenes gaisa blīvuma vērtības ( $\rho_0$ ) = 1,2 kg/m<sup>3</sup>.
- 3) **Nonoteiktība** – mērījumu rezultātu komponente, kas apzīmē vērtības diapazonu, kurā atrodas patiesā vērtība.
- 4) **References vērtība** – tā ir lieluma vērtība (pilotlaboratorijas vērtība) kura tiek uzskatīta par vistuvāko patiesai vērtībai, ar kuru salīdzina dalīblaboratoriju iegūtās vērtības.
- 5) **Pilotlaboratorija (References laboratorija)** – tā ir laboratorija, kas veic starplaboratoriju mērījumu salīdzinājumu un nosaka mērāmā lieluma references vērtību.
- 6) **Dalīblaboratorijas** – starplaboratoriju salīdzinājuma dalībnieki.

### Ievads

Ievadā apskatīti jēdzieni par mērījumu rezultātu starplaboratoriju salīdzināšanu un pamatota tās aktualitāte. Aprakstīti vispārīgie uzdevumi, kurus jārisina starplaboratoriju mērījumu salīdzināšanas procesā. Apskatītas Latvijā akreditētas masas mērījumu laboratorijas un to iespējas.

### 1. nodaļa MASAS ETALONU STARPLABORATORIJU MĒRĪJUMU ESOŠIE REZULTĀTI UN TO ANALĪZE

Veikts literatūras apskats. Apskatīti normatīvie dokumenti:

- 1) Latvijas likums „PAR MĒRĪJUMU VIENOTĪBU” no 27.02.1997;
- 2) EIROPAS STANDARTS UN ISO/IEC 17025:2005 „Testēšanas un kalibrēšanas laboratoriju kompetences vispārīgās prasības”;

3) Dokumenta ISO/IEC Guide 43 nosaukums ir: „Kvalifikācijas pārbaude, izmantojot starplaboratoriju mērījumu salīdzināšanu”, un tas sastāv no divām daļām:

1 daļa: Kvalifikācijas pārbaudes metode, tās attīstība un pielietošana;

2 daļa: Kvalifikācijas pārbaudes metode, tās izvēle un pielietošana akreditācijas iestādēs.

Dokumentā tiek aprakstītas kopējas formālas prasības, iekļaujot visus starplaboratoriju mērījumu veikšanas etapus: shēmas izstrāde, metožu izvēle, personāla izvēle, pētījuma parauga izvēle, parauga transportēšana, rezultātu apstrāde, atskaites utt.. Tiek pievērsta uzmanība arī tādām tēmām, kā rezultātu konfidencialitāte un mērījumu rezultātu viltošana.

Apskatīti arī Metroloģijas institūcijas mērķi un uzdevumi, ka viens no galvenajiem uzdevumiem norādīts starplaboratoriju mērījumu salīdzinājumu organizēšana un piedalīšanās tajos.

Saskaņā ar šiem uzdevumiem redzams, ka dotais darbs atbilst metroloģijas institūcijas galvenajiem darbības virzieniem.

Apskatīti arī starplaboratoriju mērījumi ārzemēs, kurus veica Meksikas, Zviedrijas un Lielbritānijas pilotlaboratorijas.

Veiktā literatūras analīze rāda, ka Latvijā nevar tikt izmantoti iepriekš minēto valstu pētījumi bez korekcijām. Tāpēc šajā promocijas darbā par galvenajiem uzdevumiem var atzīmēt sekojošus:

- 1) Augstas precizitātes masas mērījumiem paredzēto mērījumu iekārtu un svēršanas metožu analīze;
- 2) Masas mērījumu un nenoteiktības noteikšanas matemātiskā modeļa izstrāde;
- 3) Starplaboratoriju salīdzinājuma shēmas izstrāde;
- 4) References vērtības un tās nenoteiktības noteikšanas metodes izstrāde,
- 5) Datu analīzes metodes izvēle,
- 6) Izstrādātās starplaboratoriju salīdzinājuma metodes praktiskais pielietojums.

## 2. nodaļa AUGSTAS PRECIZITĀTES MASAS ETALONI UN MĒRĪJUMU IEKĀRTAS

Starplaboratoriju salīdzinājumu masas mērījumu jomā veic, izmantojot augstas precizitātes masas mērījumu iekārtas – atsvarus, svarus un masas komparatorus.

Aprakstīta vispārēja informācija par transportējamiem artefaktiem (masas etaloniem). Masas mērījumu jomā kā masas etalonu pielieto E<sub>1</sub>, E<sub>2</sub>, F<sub>1</sub>, F<sub>2</sub>, M<sub>1</sub>, M<sub>1-2</sub>, M<sub>2</sub> un M<sub>2-3</sub> precizitātes klases atsvarus (1. att.).

$$u_b = (m_{crmax} \cdot \frac{(\rho_r - \rho_t)}{\rho_r \rho_t} \cdot u(\rho_a)) \quad (9)$$

kur  $\rho_r$ ,  $\rho_t$  - references un testējama atsvaru blīvumi,

$\rho_a$  - gaisa blīvums

- Svaru vai masas komparatora nenoteiktība – var būt paņemta no iepriekšēja kalibrēšanas sertifikāta
- Kombinētā standartnenoteiktība masas etalonam:

$$u_{PL}(\Delta m'_{PL}) = \sqrt{u_w^2(\Delta m'_{PL}) + u^2(m'_{cr}) + u_b'^2 + u_{ba}'^2} \quad (10)$$

- Masas etalona nosacītās masas paplašinātā nenoteiktība,  $U(m'_{PL})$ :

$$U(m'_{PL}) = k \cdot u_{PL}(m'_{PL}) \quad (11)$$

Piezīmē: vispārējās formulas ir definētas Starptautiskā Rekomendācijā OIML R111.

Analoģiski nosacītu masu, ievērojot tās nenoteiktību aprēķina pārējiem masas etaloniem.

### 4.6. Datu novērtējums, salīdzinot pilotlaboratorijas rezultātus ar dalīblaboratoriju rezultātiem

#### 4.6.1. Dalīblaboratoriju mērījumu rezultātu grafiskais novērtējums

Rezultāti no katras dalīblaboratorijas, iekļaujot pilotlaboratoriju „PL” var apkopot tabulās un grafiskā veidā. Pēc x ass apzīmē laboratorijas, iekļaujot pilotlaboratoriju. Punkts grafikā (y ass) apzīmē iegūto nosacītās masas rezultātu ( $\Delta m$ ) no katras laboratorijas, iekļaujot pilotlaboratoriju. Vertikālā līnija (y ass) apzīmē iegūto nosacītās masas paplašinātās nenoteiktības vērtību  $U(m)$ .

Kā piemēru grafiski var apskatīt dalīblaboratorijas mērījumu rezultātus masas etalonam 1 kg (8. att.). 8. att. var redzēt, ka laboratorijas „A” rezultāts izkrīt no pilotlaboratorijas rezultāta, laboratorijām „C” un „D” ir neatļauta liela nenoteiktība.

$t_{\frac{\alpha}{2}}$  - Stjūdenta sadalījuma vērtība ar  $n-1$  brīvības pakāpju skaitu, kas atšķel no Stjūdenta sadalījuma blīvuma funkcijas grafika laukumu,

$$S(\Delta m_{PLi}) = \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(\Delta m_{PLi} - \Delta m_{PL})^2}{n-1}} \quad (5)$$

Izvēlēsim nosacītās masas datus, kas atrodas ticamības intervālā. No šiem nofiltrētiem rezultātiem var aprēķināt nosacītu masu, ka vidējo aritmētisko vērtību:

$$\Delta m'_{PL} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta m'_{PLi} \quad (6)$$

#### 4.5.2. Masas etalona nosacītās masas paplašinātā nenoteiktība

Pielietojot nenoteiktības shēmu (matemātisko modeli) no 5. att. var novērtēt nosacītās masas paplašināto nenoteiktību. Paplašinātu nenoteiktību aprēķinām no nofiltrētiem kalibrēšanas rezultātiem.

A tipa standartnenoteiktības komponente:

- Svēršanas procesa standartnenoteiktība:

$$u_w(\Delta m'_{PL}) = \frac{s'(\Delta m'_{PL})}{\sqrt{n}} \quad (7)$$

kur 
$$s'(\Delta m'_{PL}) = \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(\Delta m'_{PLi} - \Delta m'_{PL})^2}{n-1}} \quad \text{- kopēja}$$

standartnovirze.

B tipa standartnenoteiktības komponentes:

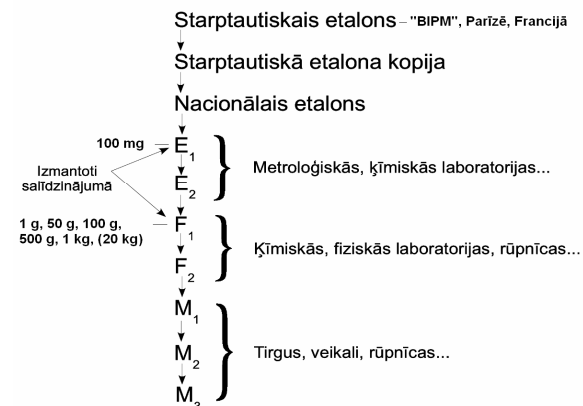
- References etalona masas standartnenoteiktība,  $u(m_{cr})$

Tiek aprēķināta sadalot attiecīgajā kalibrēšanas sertifikātā uzrādītās paplašinātās nenoteiktības,  $U$ , vērtību ar pārklāšanas koeficientu,  $k$  (parasti  $k=2$ ). Rezultātā iegūtā standartnenoteiktība tiek kombinēta ar nenoteiktību saistītu ar references atsvara nestabilitāti,  $u_d(m_{cr})$ . Lai garantētu rezultātu pareizību, no dažādām references etaloniem izvēlēsim vienu vislielāko references etalona masas standartnenoteiktību  $U'$  un tās vislielāko references etalona nestabilitātes (dreifa) nenoteiktību:

$$u'(m_{cr}) = \sqrt{\left(\frac{U'_{\max}}{k}\right)^2 + u_d^2(m_{cr})_{\max}} \quad (8)$$

- Aerostatisko spēku ietekmes nenoteiktība,  $u'_b$  aprēķinā sekojoši:

#### Atsvaru precizitātes klases



1. att. Atsvaru precizitātes klases

$E_1$  precizitātes klases atsvari ir paredzēti izsekojamības nodrošināšanai starp nacionāliem masas etaloniem, kuru masas vērtības ir iegūtas no Starptautiskā kilograma prototipa (2. att.), un  $E_2$  un zemāko precizitātes klašu atsvariem.

$E_2$  precizitātes klases atsvari ir paredzēti  $F_1$  precizitātes klases atsvaru verificēšanai vai kalibrēšanai un lietošanai ar sevišķas **I** precizitātes klases svariem, paaugstinātas un parastas precizitātes ķīmiskajām analīzēm, precīzai svēršanai zinātnē un tehnikā.

$F_1$  precizitātes klases atsvari ir paredzēti  $F_2$  precizitātes klases atsvaru verificēšanai vai kalibrēšanai un lietošanai ar sevišķas **I** un augstas **II** precizitātes klašu svariem, paaugstinātas un parastas precizitātes ķīmiskajām analīzēm, precīzai svēršanai zinātnē un tehnikā.

$F_2$  precizitātes klases atsvari ir paredzēti  $M_1$  un iespējami  $M_2$  precizitātes klašu atsvaru verificēšanai vai kalibrēšanai, kā arī lietošanai ar augstas **II** precizitātes klases svariem, paaugstinātas precizitātes tehniskajai analīzei, svēršanai zinātnē un tehnikā, dārgmetālu un dārgakmeņu svēršanai.

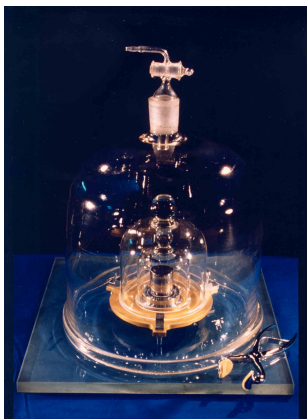
$M_1$  precizitātes klases atsvari ir paredzēti  $M_2$  precizitātes klases atsvaru verificēšanai vai kalibrēšanai un lietošanai ar vidējas **III** precizitātes klases svariem, parastas precizitātes tehniskajai analīzei, svēršanai tehnikā, medikamentu svēršanai.

$M_2$  precizitātes klases atsvari ir paredzēti  $M_3$  precizitātes klases atsvaru verificēšanai vai kalibrēšanai, lietošanai parastu tirdzniecības operāciju veikšanā un ar vidējas **III** precizitātes klases svariem.

M<sub>3</sub> precizitātes klases atsvari ir paredzēti lietošanai ar parastās **III** precizitātes klases svāriem.

M<sub>1,2</sub> un M<sub>2,3</sub> precizitātes klases atsvari ir zemas precizitātes atsvari ar nominālo masu no 50 kg līdz 5000 kg, kuri ir paredzēti lietošanai ar vidējas

**III** precizitātes svāriem.



2. att. Starptautiskais kilograma prototips

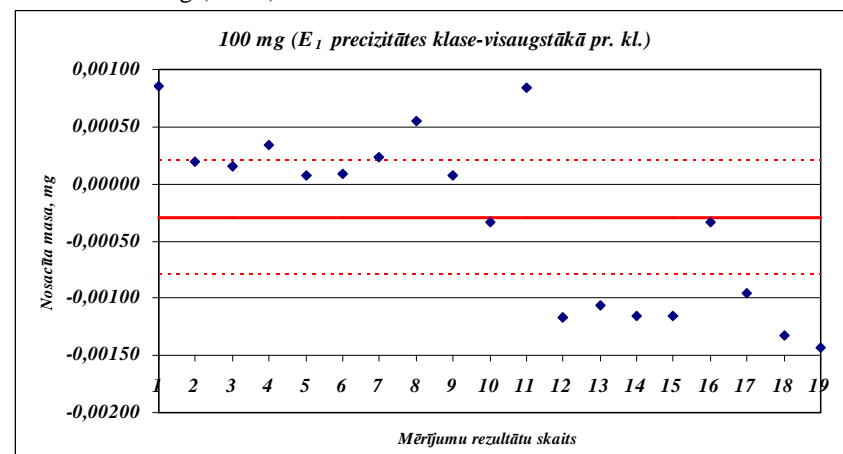
Starplaboratoriju mērījumu salīdzinājumā izmanto E<sub>1</sub> precizitātes klases masas etalonu ar nominālo masu 100 mg un F<sub>1</sub> precizitātes klases masas etalonus ar nominālo masu 1 g, 50 g, 100 g, 500 g, 1 kg (20 kg).



3. att. Tipiskais F<sub>1</sub> precizitātes klases atsvaru komplekts

Atsvāriem nedrīkst būt asu malu un stūru, lai novērstu to bojāšanas iespēju, un nozīmīgu dobumu lai atsvaru virsmā neveidotos nogulsnes, piemēram, putekļi. Atsvāriem ar masu mazāku par 1 gramu jābūt izgatavotiem

Pēc pēdējās kalibrēšanas šos mērījumus var atspoguļot grafiski vai tabulas veidā. Kā piemēru var grafiski apskatīt kalibrēšanas rezultātus masas etalonam 100 mg (7. att.).



Ticamības varbūtība 99%

7. att. Nosacītās masas rezultāti, izmantojot filtrāciju

Pieņemsim ka kādi rezultāti ir kļūdaini. Par šādu kļūdu iemeslu var būt bojāta elektroapgāde, gaisa plūsmas, fundamenta satricinājumi ēkā, kurā izvietoti masas komparatori, bet pilotlaboratorijas galvenais uzdevums ir noteikt references vērtību, kas būs vistuvākā patiesai vērtībai.

#### 4.5. Masas etalona references vērtības noteikšana pilotlaboratorijā

##### 4.5.1. Masas etalona nosacītās masas noteikšana

Pieņemsim, ka iegūtie kalibrēšanas rezultāti ir normāli sadalīti. Pielietojot ticamības intervālu 99% var veikt rezultātu filtrāciju pēc sekojošas formulas:

$$\left( \Delta m_{PL} - t_{\frac{\alpha}{2}} \cdot \frac{S(\Delta m_{PL})}{\sqrt{n}}, \Delta m_{PL} + t_{\frac{\alpha}{2}} \cdot \frac{S(\Delta m_{PL})}{\sqrt{n}} \right) \quad (4)$$

kur  $\Delta m_{PL} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta m_{PLi}$  - nosacītās masas vidēja aritmētiska vērtība,

$n$  - kalibrēšanas rezultātu skaits (izlases apjoms),

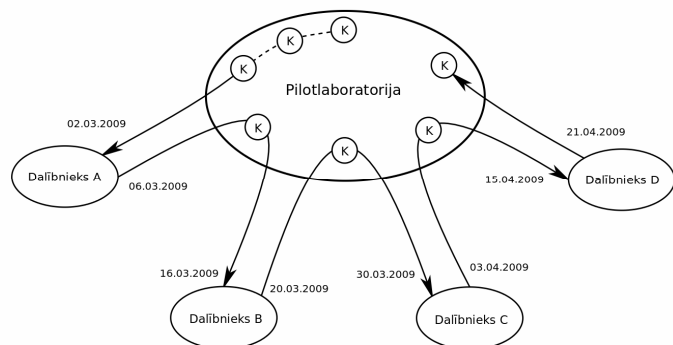
$S(\Delta m_{PL})$  - izlases standartnovirze,

## 4.2. Starplaboratoriju mērījumu salīdzināšanas noteikumi.

Pilotlaboratorijai jāievēro vispārējās formālas prasības, kas attiecas uz shēmas izstrādi, metožu izvēli, personāla izvēli, pētījuma parauga izvēli, parauga transportēšanu, rezultātu apstrādi. Arī jāpievērš lielu uzmanību dalīblaboratoriju rezultātu konfidencialitātei un mērījumu rezultātu viltošanai.

## 4.3. Starplaboratoriju mērījumu salīdzināšanas shēmas izvēle atkarībā no dalīblaboratoriju skaita un ģeogrāfiskā izvietojuma

Visparastākās atsvaru aprites shēmas ir *apļveida shēma* un *zvaigznes veida shēma*. Saskaņā ar to ka dalībnieku skaits ir neliels, pilotlaboratorija pielietoja zvaigznes veida aprites shēmu (6. att.), lai pārbaudītu atsvaru masu pēc katras dalīblaboratorijas.



6. att. Masas etalonu aprites shēma.

Starplaboratoriju salīdzinājumos piedalījās laboratorijas „A”, „B”, „C” un „D”. Pēc vienošanas ar tam laboratorijām bija izstrādāts dalībnieku piedalīšanas grafiks. Aprites beigās pilotlaboratorija atkārtoti kalibrē masas etalonatsvarus un analizē visus rezultātus, ņemot vērā laboratoriju norādītās nenoteiktības.

## 4.4. Masas etalonu mērījumu rezultātu novērtējums pilotlaboratorijā

Lai novērtētu tās masas etalonatsvaru stabilitāti, pirms atsvaru izplatīšanas pa laboratorijām, tie atsvari bija nokalibrēti  $n$  reizes, un 2 reizes pēc saņemšanas atpakaļ no katras dalīblaboratorijas. Lai salīdzinātu rezultātus ar citām dalīblaboratorijām, vispirms pilotlaboratorijai vajag noteikt references vērtību masas etaloniem – nosacītu masu, ievērojot tās nenoteiktību. Tālāk pilotlaboratorija masas etalonus nosūta dalīblaboratorijām saskaņā ar masas etalonu aprites shēmu.

no daudzstūru plāksnēm vai stieples, pielāgojot to formu atsvaru vienkāršākai lietošanai. Noteiktā forma apzīmē atsvaru nominālmassu. Pie normāliem ekspluatācijas nosacījumiem atsvaru virsmas stāvoklim jābūt tādām lai nodrošinātu, ka izmaiņas atsvaru masā būs nenozīmīgas attiecībā uz dotas precizitātes klases maksimāli pieļaujamām kļūdām. To var nodrošināt pielietojot atbilstošo virsmas aizsardzības metodi. Atsvaru virsmu parasti pārbauda vizuāli.

Darbā pievērsta uzmanība arī svēršanas apstākļiem. Svēršanas precizitāte atkarīga ne tikai no atsvaru precizitātes, svāriem un mērīšanas metodes, bet arī no ārējiem apstākļiem, kādos masa tiek mērīta. Svēršanas telpai jābūt izvietotai ne augstāk par pirmo stāvu ēkas ziemeļpusē, tālu no transporta maģistrālēm. Telpām jābūt sausām un gaišām. Atsvaru pārbaudes telpām jābūt jāsastāv no divām istabām: preparēšanas un svēršanas istabām. Preparēšanas telpā atsvarus izsaņņo, apskata to virsmu, notīra un gatavo pārbaudei.

Svēršanas telpai jābūt aprīkoti ar īpašu fundamentu, kas nav savienots ar grīdu. Virs fundamenta jābūt ieklātām gludām marmora plāksnēm. Plāksņu izmērs var būt atšķirīgs atkarībā no svaru izmēriem, kuri tiks uz tām novietoti. Plāksnes svaru uzstādīšanai var būt izgatavotas arī no citiem materiāliem, kas nodrošina līdzenu un gludu virsmu, kas nedeformējas zem svaru smaguma.

Telpā nedrīkst būt ūdensvada izlietņu, ūdensvada, apkures un kanalizācijas caurules. Ventilācijas kanālus un kondicionierus nepieciešams ierīkot tādā veidā, lai nepieļautu konvekcijas plūsmas. Pastāvīga darbinieku klātbūtne šai telpā nav ieteicama, tāpēc darba vietu skaitam šai telpā jābūt minimālam. Telpā jāatrodas palīgiekārtām atmosfēras spiediena, mitruma, temperatūras. Saskaņā ar OIML R111 darbā atzīmē apkārtējās vides nosacījumu kalibrēšanas procesā.  $E_1$  un  $E_2$  precizitāte klašu atsvariem temperatūras diapazons ir no 18 °C līdz 27 °C, bet mitruma diapazons ir no 40% līdz 60%.

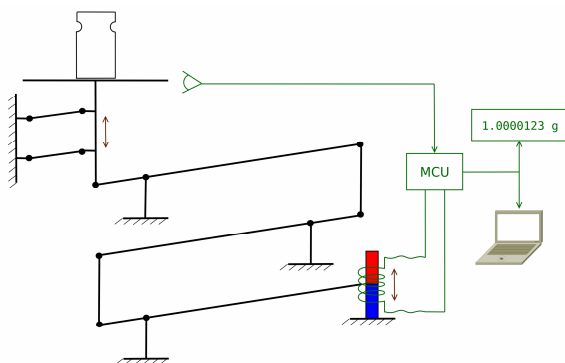
Šodien mehāniskos svarus pakāpeniski aizvieto elektroniskie. Elektronisko svaru darbības kopīgais princips ir mērāmā priekšmeta smaguma spēka pārveidošana elektriskajā signālā. Signāla parametri (strāva, spriegums vai frekvence) pēc tam tiek mērīti ar parastajām elektroniskajām metodēm un tiek pārrēķinātas attiecīgajās masas vienībās. Izmērītā vērtība var tikt atspoguļota uz pašu svaru indikatora vai pa sakaru līniju nosūtīta uz datoru tālākai apstrādei. Turklāt daudzi elektroniskie svāri aprīkoti ar papildu funkcijām izmērīto vērtību apstrādei: summēšanu, mērījumu skaitu, cenu aprēķināšanu, rezultātu salīdzināšanu utt.

Masas komparatori ir augstas precizitātes svaru īpašs veids, kas paredzēts masas noteikšanai ar salīdzināšanas metodi. Izmērāmā parauga masa

tiek salīdzināta ar etalona atsvara masu. Šim nolūkam vairākas reizes pēc kārtas tiek nosvērts etalona atsvars (*A*) un testējamais atsvars (*B*). Pēc tam tiek aprēķināta mērāmā atsvara nosacītā masa.

Masas komparatoros tiek izmantots sensors ar elektromagnētisko kompensāciju (skat. iepriekš), kas nodrošina ļoti augstu mērījumu precizitāti. Komparatora konstrukcija iespēju robežās ir masīva un cieša. Komparatori tiek iedalīti automātiskajos un manuālajos (rokas). Automātiskie komparatori ir aprīkoti ar speciālu mehānismu atsvaru *A* un *B* pārvietošanai mērīšanas ciklu laikā ("karuseļi"). Manuālajiem komparatoriem šāda mehānisma nav, un operators ar roku maina vietām atsvarus mērīšanas procesā. Automātiskie komparatori ir precīzāki nekā manuālie, jo tos mazāk ietekmē operatora darbību neprecizitāte un viņa pārvietošanās komparatora tuvumā. Vēl vairāk, automātiskajiem komparatoriem ir atliktās svēršanas funkcija, kas ļauj veikt mērījumus naktī, kad ēkas vibrācijas un elektroīkla sprieguma svārstības ir minimālas. Visprecīzākie komparatori aprīkoti ar vakuuma kameru, kurā tiek veikti mērījumi. Tā tiek izslēgta gaisa iedarbība uz mērījumu rezultātiem.

Komparatori ir augstas precizitātes svāri ar ļoti augstu izšķirtspēju (daži vai desmitiem miljonu diskreto vērtību). Ar šādiem svāriem divu līdzīgas masas priekšmetu masu starpību iespējams izmērīt daudz precīzāk nekā pašu priekšmetu masu. Turklāt, ja viena priekšmeta masa jau iepriekš ir zināma, otra priekšmeta masu iespējams aprēķināt, pieskaitot zināmajai masai izmērīto masu starpību. Apskatīsim vienkāršotu piemēru. Pieņemsim, ka komparatora izmērītā divu atsvaru (*A* un *B*) masa ir 975 un 977 mg. Zināms arī, ka atsvara *A* precīzā masa patiesībā ir 1001 mg. Tagad viegli aprēķināt atsvara *B* precīzu masu:  $1001 + (977 - 975) = 1003$  mg.



4. att. Masas komparatora principiāla shēma

#### 4. nodaļa STARPLABORATORIJU MĒRĪJUMU SALĪDZINĀŠANAS METODE

4. nodaļa apraksta starplaboratoriju mērījumu salīdzinājumu metodiku. Pamatojoties uz iepriekšējiem starplaboratoriju mērījumu salīdzinājumu projektiem izstrādāta starplaboratoriju mērījumu metode ar zvaigznes veida shēmu masas mērījumu jomā.

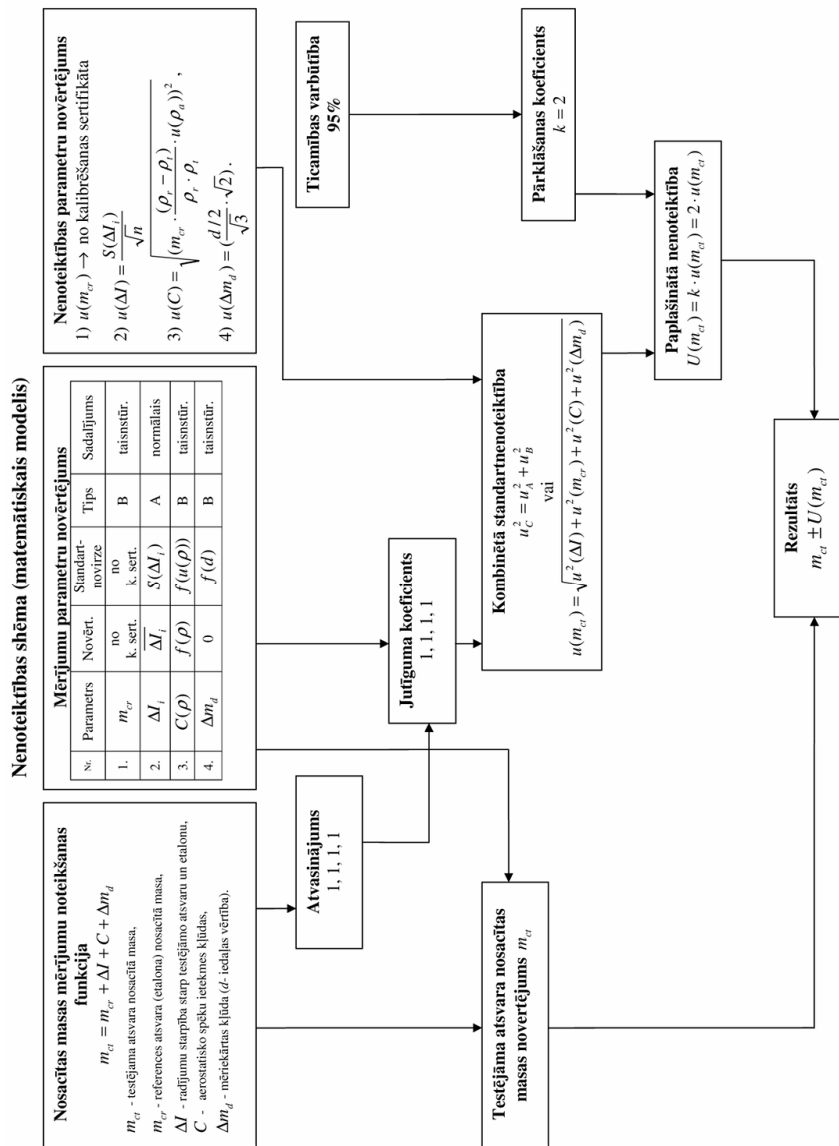
Starplaboratoriju mērījumu salīdzinājumi ir datu novērtējums starp pilotlaboratorijas un dalīblaboratoriju rezultātiem. Pilotlaboratorija (MAVA) organizē salīdzinājumus starp Latvijas akreditētam laboratorijām pirmo reizi Latvijā. Starplaboratoriju mērījumu salīdzinājumu mērķis ir novērtēt Latvijā akreditēto vai tuvākā laikā akreditējamo laboratoriju kompetenci, mērīšanas iespējas atsvaru kalibrēšanas jomā lai nodrošinātu sniegtā pakalpojuma kvalitāti un rezultātu ticamību.

Starplaboratoriju mērījumu metodiku izstrāde ir jāveic sekojošos etapos:

1. Mērījumu objekta izvēle un uzdevumu precizēšana dalīblaboratorijām.
2. Starplaboratoriju mērījumu salīdzināšanas noteikumi.
3. Starplaboratoriju mērījumu salīdzināšanas shēmas izvēle atkarībā no dalīblaboratoriju skaita un ģeogrāfiskā izvietojuma.
4. Masas etalonu mērījumu rezultātu novērtējums pilotlaboratorijā.
5. Masas etalona references vērtības noteikšana pilotlaboratorijā:
  - a) masas etalona nosacītās masas noteikšana,
  - b) masas etalona nosacītās masas paplašinātās nenoteiktības noteikšana.
6. Datu novērtējums, salīdzinot pilotlaboratorijas rezultātus ar dalīblaboratoriju rezultātiem:
  - a) dalīblaboratoriju mērījumu rezultātu grafiskais novērtējums,
  - b) dalīblaboratoriju mērījumu rezultātu analītiskais novērtējums.
7. Paplašinātās nenoteiktības un vislabākās mērīšanas spējas izpēte dalīblaboratorijās.

##### 4.1. Mērījumu objekta izvēle un uzdevumu precizēšana dalīblaboratorijām

Par mērījumu objektu izvirzīts masas etalonu (atsvaru) komplekts. Pilotlaboratorija deva uzdevumu dalīblaboratorijām noteikt to masas etalonu (atsvaru) nosacītu masu ievērojot nenoteiktību. Dalīblaboratorijas mērījumiem izmantoja savas laboratorijas mērīšanas līdzekļus (etalonatsvarus, svarus, masas komparatorus), savās laboratorijas telpās un pielietoja laboratorijā apstiprinātās kalibrēšanas procedūras (metodes).



5.att. Nonoteiktības shēma

Augstas precizitātes mērījumu praksē tiek veikti nevis divi mērījumi, bet gan vairāki mērījumu cikli. Parastais mērījumu cikls “ABBA”, kur  $A$  ir etalona atsvars, bet  $B$  – mērāmais atsvars vai priekšmets. Sākumā tiek veikts viens tukšais cikls, kura rezultāti netiek ņemti vērā. Pēc tam tiek veikti trīs vai vairāki darba cikli. Visa mērīšanas procedūra (vairāki cikli) var norisināties diezgan ilgu laiku (pusstundu vai ilgāk).

Ciklu ABBA rezultāti obligāti tiek pārbaudīti. Piemēram, atsevišķu ciklu rezultāti nedrīkst pārlieku atšķirties cits no cita un no komparatora iepriekšējās kalibrēšanas rezultātiem. Pretējā gadījumā šī mērījuma rezultāts (tas ir, vairāku mērīšanas ciklu rezultāts) tiek uzskatīts par spēkā neesošu. Ja mērījumu ciklu rezultāti pārbaudi izturējuši veiksmīgi, tie tiek vidējoti, un tajos tiek ieviesta virkne labojumu (gaisa blīvums, komparatora justēšanas rezultāti utt.). Šos aprēķinus veic dators, kuram komparators tiek pieslēgts.

Komparatori galvenokārt tiek izmantoti tur, kur nepieciešama masas mērījumu visaugstākā precizitāte. Tās ir nacionālās un starptautiskās metroloģijas laboratorijas, kā arī daži uzņēmumi. Augstas precizitātes komparatoru cena ir ļoti augsta – desmitiem tūkstošu eiro. Komparatoru divi galvenie ražotāji - “Sartorius” (Vācija) un “Mettler Toledo” (Šveice).

Uzskatāmības labad salīdzināsim metroloģiskos raksturlielumus Sartorius tipiskajam komparatoram ar tās pašas firmas analītiskajiem svāriem. Komparatoram Sartorius CC310 ir mērīšanas diapazons līdz 200 g, diskretums 0,01 mg un standarta novirze 0,01 mg. Tas ļauj kalibrēt atsvarus līdz  $E_1$  (visaugstākajai) precizitātes klasei. Profesionālajiem analītiskajiem svāriem Sartorius LA230S ir mērījumu diapazons līdz 230 g, diskretums 0,1 mg un standarta novirze 0,1 mg.

Mērījumu ērtības labad masas mērījumiem tiek rakstītas palīgprogrammas, pateicoties kurām masas komparatora vadīšana notiek ar datora palīdzību, turklāt šīs programmas nolasa mērījumu datus, veic aprēķinus un analīzi, automātiski sastāda gatavos rezultātus protokola un kalibrēšanas sertifikāta veidā. Latvijas Nacionālais Metroloģijas centrs izmanto programmu “Scales Net32”, ko izstrādājusi Vācijas kompānija “Häfner Gewichte GmbH, Maro-Elektronik”.

### 3. nodaļa SVĒRŠANAS METODES STARPLABORATORIJU MĒRĪJUMU SALĪDZINĀJUMIEM

Trešā nodaļa attiecas uz svēršanas metodēm. Agrāk uz neautomātiskajiem mehāniskajiem svāriem, lai noteiktu atsvara nosacīto masu, laboratorijas pielietoja: dubultās svēršanas metodi (Gausa metodi), svēršanas metodi ar vienu plecu (Borda metodi) un D.I. Mendeļejeva metodi (svēršana ar viena pleca pastāvīgā slodzē).

Darba gaitā liela uzmanība pievērsta svēršanas metodēm, kuras pielieto laboratorijās šodien. Eksistē trīs dažādu svēršanas ciklu akceptētas procedūras, kas paredzētas vienas salīdzinošas svēršanas veikšanai. Šīm nolūkam drīkst arī pielietot citas procedūras un svēršanas ciklus. Ja svēršanas cikli ir atkarīgi savā starpā, kā piemēram,  $A_1 B_2 A_2; A_2 B_2 A_3, \dots$ , tad nenoteiktība tiek novērtēta ņemot vērā kovariācijas nosacījumus. Svēršanas cikla aprakstā  $A$  apzīmē references atsvara svēršanu un  $B$  – testējama atsvaru svēršanu. Cikli  $ABBA$  un  $ABA$  parasti tiek pielietoti  $E$  un  $F$  precizitātes atsvaru kalibrēšanai. Cikls  $AB \dots B_n A$  bieži tiek pielietots  $M$  precizitātes atsvaru kalibrēšanai un netiek rekomendēts  $E$  un  $F$  precizitātes atsvaru masas noteikšanai. Ja tomēr mērījumu veikšanai tiek izmantots masas komparators ar automātisko mehānismu paredzētu atsvaru manipulēšanai un šī sistēma ir uzstādīta aizsarg kamerā, tad augstāk minēto ciklu drīkst arī piemērot  $E$  un  $F$  precizitātes atsvaru kalibrēšanai. Komplekta svēršanas metodes izpildei rekomendē izmantot  $ABBA$  un  $ABA$  svēršanas ciklu shēmas. Gadījumā ja salīdzināšanai pielieto vairākus references etalonatsvarus, tad svēršanas cikls var tikt veikts ar katru atsevišķo references atsvaru, kuri pēc tam tiek salīdzināti savā starpā.

Divu atsvaru salīdzināšanai  $E$  un  $F$  precizitātes klasēm rekomendē piemērot  $ABBA$  un  $ABA$  shēmas, tāpēc, ka to rezultātā tiek novērstis lineārais dreifs.

Nosacītās masas aprēķins  $E$  un  $F$  pr. klases atsvariem pēc cikla  $ABBA$  ( $r_1 t_1 t_2 r_2$ ):

$$I_{r1_1}, I_{t1_1}, I_{r2_1}, I_{t2_1}, \dots, I_{r1_n}, I_{t1_n}, I_{r2_n}, I_{t2_n}$$

$$\Delta I_i = (I_{t1_i} - I_{r1_i} - I_{r2_i} + I_{t2_i}) / 2 \quad (1)$$

kur  $i=1, \dots, n$

Nosacītās masas aprēķins  $E$  un  $F$  pr. klases atsvariem pēc cikla  $ABA$  ( $r_1 t_1 r_2$ ):

$$I_{r1_1}, I_{t1_1}, I_{r2_1}, \dots, I_{r1_n}, I_{t1_n}, I_{r2_n}$$

$$\Delta I_i = I_{t1_i} - (I_{r1_i} + I_{r2_i}) / 2 \quad (2)$$

kur  $i=1, \dots, n$ .

Ciklu  $ABBA$  un  $ABA$  shēmu aprakstos  $n$  apzīmē mērījumu skaitu. Apzīmējumi  $i$  doti secībā, kurā atsvari tiek novietoti uz svaru svēršanas platformu. Indeksi  $r$  un  $t$  apzīmē references un testējamo atsvarus attiecīgi. Elements  $\Delta I_i$  ir rādījumu starpība iegūta pēc mērījumu secības  $i$ .

Laika intervālam starp svēršanām jābūt vienādam. Ja ir nepieciešamība noteikt izmantojamo svaru jutīgumu atsvaru kalibrēšanas procesā, tad shēmu  $ABBA$  var izmainīt sekojoši:  $I_r, I_t, I_{t+m_s}, I_{r+m_s}$ , kur  $m_s$  ir atsvars pielietojams svaru jutīguma noteikšanai.

Vairāku vienādas nominālmassas testējamo atsvaru salīdzināšana ar vienu references etalonatsvaru tiek veikta pēc shēmas  $AB_1 \dots B_n A$  (rekomendēts  $M$  precizitātes klases atsvariem).

Ja vienlaicīgi tiek kalibrēti vairāki testējamie atsvari  $t(k)$  ( $k=1 \dots K$ ), kuriem ir vienāda nominālmassa, tad svēršanas cikla shēma  $ABA$  var būt izmainīta uz  $AB_1 \dots B_n A$  sekojoši:

Nosacītās masas aprēķins  $M$  pr. klases atsvariem pēc cikla  $AB_1 \dots B_n A$ :

$$I_{r1_1}, I_{t1_1}, I_{t2_1}, \dots, I_{t(K-1)_1}, I_{t(K)_1}, I_{r2_1},$$

$$I_{r1_2}, I_{t1_2}, I_{t2_2}, \dots, I_{t(K-1)_2}, I_{t(K)_2}, I_{r2_2},$$

...

$$I_{r1_{i-1}}, I_{t1_{i-1}}, I_{t2_{i-1}}, \dots, I_{t(K-1)_{i-1}}, I_{t(K)_{i-1}}, I_{r2_{i-1}},$$

$$I_{r1_i}, I_{t1_i}, I_{t2_i}, \dots, I_{t(K-1)_i}, I_{t(K)_i}, I_{r2_i}.$$

$$\Delta I_{i(k)} = I_{t(k)_i} - (I_{r_{i-1}} + I_{r_{i+1}}) / 2 \quad (3)$$

kur  $i=1, \dots, n$

Ja svaru rādījumu dreifs ir nenozīmīgs, (mazāks par vienu trešdaļu no pienācīgas nenoteiktības) tad nav nepieciešamības mainīt testējamo atsvaru secību shēmā  $AB_1 \dots B_n A$  mērījumu atkārtošānai. Testējamo atsvaru skaits parasti nedrīkst būt vairāk par 5. Mērījumu skaits,  $n$ , tiek noteikts balstoties uz prasībām attiecībā uz nenoteiktību un svaru atkārtojamību un rezultātu sakrītību.

Pateicoties šiem svēršanas cikliem var noteikt atsvara nosacītu masu un aprēķināt tās nenoteiktību.

Nenoteiktība – mērījumu rezultātu komponente, kas apzīmē vērtības diapazonu, kurā atrodas patiesā vērtība. Nenoteiktība ievēro visas kļūdas (gan gadījumu kļūdas, gan sistemātiskos), un tāpēc nenoteiktība ir vislabākais mērījumu precizitātes izteikšanas veids. Bet dažādos gadījumos sistemātisko kļūdu neievēro un nenoteiktības aprēķinos ievēro tikai gadījumu kļūdu. Ja aprēķinos izmanto tikai gadījumu kļūdu, tad tā atspoguļo mērījumu precizitāti.

Nenoteiktības shēmas izklāsts ir 5. attēlā.