

ОЦІНЮВАННЯ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ ВИМІРЮВАНЬ ПРИ КАЛІБРУВАННІ ЗАСОБІВ ВИМІРЮВАННЯ ВОЛОГОСТІ ПОВІТРЯ

О.А. Новосьолов

Харківський національний університет радіоелектроніки, м. Харків, Україна, ovanovselov@ukr.net

Анотація

Розглянуто процедуру оцінювання невизначеності вимірювань при калібруванні засобів вимірювання вологості повітря. Записано вираз для відхилень показань гігрометра від значень заданих генератором вологого газу еталонним. Оцінюються вхідні величини та їх стандартні невизначеності. Виконується розрахунок сумарної стандартної та розширеної невизначеностей при калібруванні гігрометра. Складено бюджет невизначеності вимірювань.

Ключові слова: калібрування, методика калібрування, засоби вимірювання вологості, невизначеність вимірювань, бюджет невизначеності.

1. Вступ

Важливу роль при забезпеченні якості продукції та характеристик у багатьох технологічних процесах відіграє вологість. Майже у всіх галузях промисловості, енергетиці, будівництві та сільському господарстві застосовуються процеси сушіння та зволоження, призначені для зміни вологості матеріалів. Тому кількісне визначення вологості твердих матеріалів, рідин та газів необхідне у всіх галузях національної економіки.

Засоби вимірювання вологості, такі як, вологоміри, гігрометри, гігрографи відносяться законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки (далі – ЗВТ) та підлягають періодичній повірці та повірці після ремонту, якщо вони використовуються у сфері законодавчо регульованої метрології, визначеної згідно Закону України «Про метрологію та метрологічну діяльність» [1]. Але, згідно ст. 17 [1], законодавчо регульовані ЗВТ не підлягають періодичній повірці та повірці після ремонту, якщо вони застосовуються:

- органами з оцінки відповідності (у тому числі випробувальними та калібрувальними лабораторіями), акредитованими національним органом України з акредитації (далі – НААУ) чи національними органами з акредитації інших держав, для провадження діяльності, стосовно якої їх було акредитовано;

- науковими метрологічними центрами, метрологічними центрами та калібрувальними лабораторіями, які проводять калібрування ЗВТ відповідно до частини другої статті 27 [1], стосовно ЗВТ, що використовуються ними при калібруванні.

У цьому випадку засоби вимірювання вологості підлягають калібруванню. Відповідно до частини третьої статті 27 [1] калібрування та оформлення його результатів проводяться відповідно до національних стандартів, гармонізованих з відповідними міжнародними та європейськими стандартами, та документів, прийнятих міжнародними та регіональними організаціями з метрології.

Мета статті – розробка процедури оцінювання невизначеності вимірювань при калібруванні засобів вимірювання вологості повітря.

2. Виклад основного матеріалу

2.1. Забезпечення єдності вимірювань у сфері вимірювання вологості.

Згідно ДСТУ 7679:2015 «Метрологія. Державна повірочна схема для засобів вимірювання вологості газів» [2] в Україні створено Національний еталон одиниць вологості газів – ДЕТУ 05-04-13, який зберігається у Державному підприємстві «Всеукраїнський державний науково-виробничий центр стандартизації, метрології, сертифікації та захисту прав споживачів» (ДП «Укрметртестстандарт») м. Київ.

Діапазон відтворюваних значень фізичної величини та розширені невизначеності ($k = 2$; $p = 0,95$) ДЕТУ 05-04-13 становлять наступні значення:

- відносна вологість газів - від 5 % до 98 %, $U = (0,14 - 0,24) %$;

- молярна (об'ємна) частка вологи - від $0,5 \text{ млн}^{-1}$ до $197 \cdot 10^3 \text{ млн}^{-1}$, $U = (1,8 - 0,4) %$;

- температура точки роси - від мінус $100 \text{ }^\circ\text{C}$ до $60 \text{ }^\circ\text{C}$, $U = (0,12 - 0,17) \text{ }^\circ\text{C}$.

Забезпечення простежуваності одиниці вологості газів до Міжнародної системи одиниць (SI) досягається калібруванням ДЕТУ 05-04-13 в акредитованій калібрувальній лабораторії (Michell Instruments laboratory).

Гігрометри, які застосовуються у сфері законодавчо регульованої метрології, повіряються за ДСТУ 8947:2019 «Метрологія. Гігрометри. Методика повірки» [3].

Наразі відсутні національні стандарти з калібрування гігрометрів, тому, кожна калібрувальна лабораторія (далі – КЛ) розробляє методики калібрування за своїм розумінням, що не сприяє забезпеченню єдності вимірювань у сфері вимірювання вологості. Це наочно видно, якщо ознайомитися зі сферами акредитації КЛ,

акредитованих НААУ на відповідність вимогам ДСТУ EN ISO/IEC 17025:2019 «Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій» [4], на предмет нормативних документів з каліб-

рування засобів вимірювання вологості (виписка зі «Сфер акредитацій» приведена в таблиці 1, дані взяті зі сайту НААУ), то можна відмітити, що усі методики калібрування є розробками лабораторій.

Таблиця 1 – Виписка зі «Сфер акредитацій» акредитованих КЛ з калібрування ЗВТ відносної вологості

№	Найменування КЛ	Об'єкт калібрування	Діапазон або точки вимірювань, у яких проводиться калібрування	Розширена невизначеність вимірювань U (k=2)	Позначання нормативних документів на методи калібрування
1	ДП «Укрметрест-стандарт»	Гігрометри відносної вологості, гігрометри проточні, гігрометри та гігрографи метеорологічні, вимірювальні канали вологості	(0 – 99,9) %	(0,2 – 20,0) %	МКУ 562-36/05 Прямі вимірювання
2	ДП «Дніпростандарт-метрологія»	Гігрометри відносної вологості	(10 – 90) %	(0,8 – 5,0) %	МК Д 06/63-2018 Прямі вимірювання
3	ДП «Харківстандарт-метрологія»	Прилади для вимірювання відносної вологості	20 – 90 %	0,6 %	СОУ 74.3-04725906-0227:2016
4	Запорізька філія ДП «Дніпростандарт-метрологія»	Прилади вимірювання вологості	10 – 90 %	0,64 %	МК 2-06-06:2022
5	Сумська філія ДП «Полтавастандарт-метрологія»	Гігрометри	33 %; 75,6 %; 97,5 % 20 - < 50 % 50 - < 95 %	1,0 % 1,8 % 1,7 %	МК.РУ.013:2016
6	Черкаська філія ДП «Полтавастандарт-метрологія»	Прилади для вимірювання відносної вологості повітря	0,35 – 20 % > 20 – 50 % > 50 – 75,3 % > 75,3 – 95 %	0,31 % 0,6 % 0,7 % 0,8 %	МК 06-06-05
7	Волинська філія ДП «Львівстандарт-метрологія»	Обладнання для вимірювання відносної вологості повітря	40,0 – 80,0 %	1,5 %	МК QM ПХ 29-2016
8	ДП «Івано-Франківськ-стандартметрологія»	Гігрометри, термогігрометри та канали вимірювання відносної вологості	(10 – 90) %	1,5 %	МК 038 РД/05:2023
9	Житомирська філія ДП «Вінницястандарт-метрологія»	Вимірювачі температури та вологості, термогігрометри, гігрографи, канали вимірювань відносної вологості повітря	15 – 90 %	1,2 %	МК 05-05
10	КЛ ПП «НВ Центр оцінки відповідності «ЮГ»	Термогігрометри та гігрометри	(10 – 100) %	(0,6 – 5) %	МК-18
11	КЛ ТОВ «ЛАБ-ТЕСТ»	Обладнання, що вимірює вологість: психрометри, гігрометри, вимірювальні канали та інше	0 – 100 %	U = (2 – 10) %	МК-06-04:01.12.2023
12	КЛ ТОВ «МЕТРОЛОДЖІ СЕРВІС»	Устаткування, що вимірює відносну вологість, гігрометри, вимірювальні канали	10 – 98,0 %	(1,3 – 2,0) %	МК 25,2022
13	КЛ ТОВ «ТЕСТМЕТ-РСТАНДАРТ»	Вимірювачі вологості та температури, термогігрометри з вбудованими датчиками	Вологість від 40 % до 95 %	від 0,7 % до 10 %	МК 05-03 від 06.12.2023 Безпосереднє зрівняння
14	КЛ ТОВ «Рівнестандарт»	Гігрометри психрометричні	20 - 80 %	1,0 %	МК-Т-02-2019 Прямі вимірювання
15	КЛ ТОВ «Лаб і фарма інжиніринг»	Реєстратори температури і відносної вологості; Термогігрометри цифрові	11 % 33 % 50 % 75 % 85 %	1,3 % абс. (abs.)	КЛ-М-7.2-09 версія 1 від 02.01.2025, КЛ-М-7.2-10 версія 1 від 02.01.2025
16	КЛ ТОВ «КСЦ-Конкорд»	Гігрометри, канали вимірювання відносної вологості	(30 – 90) %	2 %	МК.Т.019-2020
17	КЛ ТОВ «ФАРН ОТК»	Вимірювачі температури та вологості, термогігрометри, гігрометри психрометричні аспіраційні	(30 – 95) %	(3 – 10) %	МК Т - 17-2021 Прямі вимірювання
18	КЛ ПП «ЦЕНТР ВАЛІДАЦІЇ»	Термогігрометри, гігрометри, гігрографи, реєстратори вологості, канали вимірювання відносної вологості повітря	10 – 90 %	0,92 %	МК-03 версія № 07 від 28.03.2025
19	КЛ ПП «Ремтехобслуговування та випробування»	Гігрометри психрометричні, вологоміри вимірювальні канали.	(20 – 90) %	(0,5 – 8,6) %	МК 025-01-20 Прямий метод

Також, аналіз «Сфер акредитації» КЛ з калібрування ЗВТ для вимірювання відносної вологості, показує наступне:

1 – більшість КЛ у графі «Устаткування (об'єкт вимірювань)» вказують широкий спектр ЗВТ для вимірювання відносної вологості, для яких наведені одні й ті самі значення розширеної невизначеності вимірювань, що характеризує калібрувальні та вимірювальні можливості (Calibration and Measurement Capability - СМС) лабораторії. Таке подання інформації про СМС лабораторій не дозволяє замовникам послуг розібратися в дійсних калібрувальних можливостях лабораторії з калібрування конкретного типу ЗВТ для вимірювання відносної вологості повітря;

2 – половина калібрувальних лабораторій застосовували метод для вираження СМС - діапазон вимірювання, у цьому випадку, згідно ІЛАС-Р14:09/2020 «Політика ІЛАС щодо невизначеності вимірювань в калібруванні» [5], треба забезпечити належну лінійну інтерполяцію, щоб знайти невизначеність при середніх значеннях;

3 – заявлені СМС КЛ знаходяться у досить широкому діапазоні від 0,31 % до 10 % (СМС ДП «Укрметртестстандарт» не враховуються, тому що, науковий метрологічний центр є зберігачем ДЕТУ 05-04-13), це свідчить про різні рівняння вимірювань та оцінювання невизначеності вхідних величин за цим рівняннями.

Аналіз звіту перевірки професійного рівня калібрувальних лабораторій з калібрування гігрометрів, під координацією акредитованого НААУ відповідно до вимог ДСТУ EN ISO/IEC 17043 «Оцінка відповідності. Основні вимоги до проведення перевірки кваліфікації» [6] провайдера Державного підприємства «Харківстандартметрологія», показав, що обчислені учасниками раунду розширені невизначеності калібрування електронного термометр-гігрометра Laserliner ClimaCheck відрізняються між собою більш ніж у 12 разів. З цього можна зробити висновок, що при розрахунку невизначеності вимірювань під час калібрування гігрометра складові бюджету невизначеності оцінюються КЛ по різному, що призводить до суттєво відмінних розширених невизначеностей.

У протоколах калібрування гігрометрів деяких акредитованих КЛ, іноді можна виявити, що відома поправка на систематичний ефект не була застосована до звітного результату калібрування, а замість цього була зроблена спроба використати цей ефект для збільшення розширеної невизначеності, властивої результату.

Складову стандартної невизначеності за типом В, яка вважається КЛ, що вона характеризує поправку на систематичний ефект, КЛ називають порізному:

- невизначеність, обумовлена зсувом показів приладу;
- невизначеність, викликана сукупністю впливаючих факторів систематичного характеру;
- невизначеність від нехтування поправкою.

Розраховуючи таким чином невизначеність вимірювань при калібруванні гігрометрів, КЛ збільшують розширену невизначеність, при цьому власник гігрометра, який буде аналізувати результати калібрування щодо відповідності гігрометра технічній специфікації, може прийняти помилкове рішення про його непридатність, враховуючи заявлену збільшену розширену невизначеність.

Слід зауважити, що у ДСТУ ISO/IEC Guide 98-3:2018 (ISO/IEC Guide 98-3:2008, IDT) «Невизначеність вимірювань. Частина 3. Настанова щодо подання невизначеності у вимірюванні» [7] чітко зазначено, «оцінку невизначеності результату вимірювання не слід плутати з присвоєнням допуску будь-якої величини». При калібруванні гігрометра оцінюється систематична похибка гігрометра і розширена невизначеність її визначення. Саме ці обидва значення й вказуються у сертифікаті калібрування. Невизначеність поправки для відомого систематичного ефекту в деяких випадках може бути отримана оцінкою типу А, в той же час в інших випадках оцінки типу В можуть характеризувати невизначеність випадкових ефектів.

Варто відмітити, що малі значення систематичної похибки свідчать про правильність вимірювання. Згідно ДСТУ 2681-94 «Метрологія. Терміни та визначення» [8], правильність вимірювання це характеристика якості вимірювання, що відображає близькість до нуля систематичної похибки вимірювання. Тому, якщо при калібруванні гігрометра виявлено значущу систематичну похибку (оцінку якої називають «зсув»), то треба зважати, що є причиною зсуву, та чи можна достовірно встановити значення зсуву. Відзначимо, що виявлений у КЛ зсув може бути пов'язаний як з КЛ, так і з методикою калібрування. Таким чином, замовнику проведення калібрування засобів вимірювання відносної вологості повітря треба обов'язково у своїй заявці на калібрування вказувати, щоб у сертифікаті калібрування виконавець робив висновок щодо відповідності вимірювального обладнання зазначеним метрологічним вимогам.

2.2 Процедура оцінювання невизначеності вимірювань при калібруванні засобів вимірювання вологості повітря.

Калібрування гігрометра виконується прямим методом відповідно до схеми, наведеною на рис. 1.

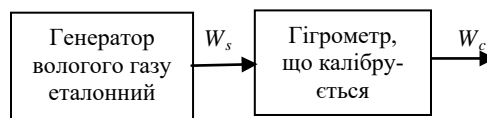


Рис. 1 – Схема калібрування гігрометра

Складання модельного рівняння калібрування гігрометра.

Відхилення показів гігрометра, що калібрується W_x , складається з:

$$WX = (WC + \delta_C) - (WS + \delta_S + \delta_{gr} + \delta_{dr}), \quad (1)$$

де: W_C – вологість, виміряна гігрометром, що калібрується; W_S – вологість, задана генератором вологого газу еталонним; δ_S – поправка, що враховує точність еталона із сертифіката калібрування; δ_C – поправка, що враховує роздільну здатність гігрометра, що калібрується; δ_{gr} – поправка на градієнт вологості у камері генератора вологого газу; δ_{dr} – поправка на дрейф еталонного генератора вологого газу з часу його попереднього калібрування.

Оцінювання вхідних величин.

Оцінкою відносної вологості, виміряної гігрометром, що калібрується, є середнє арифметичне його n_e показань W_{ci} , %:

$$\overline{WC} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n WC_i, \quad (2)$$

Поправка на роздільну здатність гігрометра, що калібрується, має нульове математичне сподівання: $\hat{\delta}_C = 0$.

Поправка на дрейф еталонного гігрометра з часу його попереднього калібрування має нульове математичне сподівання: $\hat{\delta}_{dr} = 0$.

Поправка на градієнт вологості в камері генератора вологості має нульове математичне сподівання: $\hat{\delta}_{gr} = 0$.

Оцінювання стандартних невизначеностей вхідних величин.

Стандартна невизначеність розсіювання показань гігрометра, що калібрується, визначається за формулою:

$$u_A(\overline{WC}) = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (WC_i - \overline{WC})^2}, \quad (3)$$

Стандартна невизначеність оцінки поправки, обумовлена роздільною здатністю гігрометра, що калібрується, характеризується прямокутним розподілом і розраховується за формулою:

$$u_B(\delta_C) = \frac{b}{2\sqrt{3}}, \quad (4)$$

де b – роздільна здатність гігрометра, що калібрується.

Стандартна невизначеність оцінки поправки, що враховує точність еталона розраховується за формулою:

$$u_B(\delta_S) = \frac{U_S}{k_S}, \quad (5)$$

де: U_S – розширена невизначеність генератора вологого газу еталонного, взята з сертифіката про калібрування для точки калібрування гігрометра, що калібрується (якщо значення U_S для точки калібрування

безпосередньо не зазначено у сертифікаті, його визначають шляхом лінійної інтерполяції між двома відомими сусідніми значеннями невизначеності для відповідного діапазону вимірювань генератора вологого газу еталонного); k_S – коефіцієнт покриття, взятий із сертифіката калібрування генератора вологого газу еталонного.

Стандартна невизначеність оцінки поправки, обумовленої дрейфом еталонного гігрометра, характеризується прямокутним розподілом та розраховується за формулою:

$$u_B(\delta_{dr}) = \frac{\theta_{dr}}{\sqrt{3}}, \quad (6)$$

де θ_{dr} – межа, що відповідає нормалізованій стабільності, зазначеній у специфікації еталонного гігрометра.

Стандартна невизначеність оцінки поправки, обумовленої градієнтом вологості в камері генератора вологості, характеризується прямокутним розподілом і розраховується за формулою:

$$u_B(\delta_{gr}) = \frac{\theta_{gr}}{\sqrt{3}}, \quad (7)$$

де: θ_{gr} – межі градієнта вологості в камері генератора вологості.

Обчислення сумарної стандартної невизначеності.

Оскільки модель вимірювань носить лінійний характер, а внески всіх вхідних величин не корелюють один з одним, сумарна невизначеність вимірюваної при калібруванні гігрометра розраховується за формулою:

$$u_c = \sqrt{u_A^2(\overline{WC}) + u_B^2(\delta_C) + u_B^2(\delta_S) + u_B^2(\delta_{dr}) + u_B^2(\delta_{gr})}. \quad (8)$$

Оцінювання розширеної невизначеності вимірювань.

Розширена невизначеність вимірювань для кожної точки калібрування визначається як:

$$U = k \cdot u_c \quad (9)$$

де k – коефіцієнт покриття.

У випадках, коли нормальний (гаусівський) розподіл можна віднести до вимірюваної величини і стандартна невизначеність, пов'язана з оцінкою вихідної величини, є достатньо надійною, використовують стандартний коефіцієнт покриття $k = 2$, що відповідає ймовірності охоплення приблизно 95%.

Ці умови виконуються в більшості випадків, які зустрічаються під час калібрування.

Бюджет невизначеності вимірювань для розглянутої процедури наведено в табл. 2.

Таблиця 2 – Бюджет невизначеності вимірювань при калібруванні гігрометра

Вхідна величина	Значення вхідної величини	Стандартні невизначеності вхідних величин	Коефіцієнти чутливості	Вклади невизначеності, % RH
W_c	\bar{W}_c	$u_A(\bar{W}_c)$	1	(3)
δ_C	0	$u_B(\delta_C)$	1	(4)
δ_S	U_S	$u_B(\delta_S)$	- 1	(5)
δ_{dr}	0	$u_B(\delta_{dr})$	- 1	(6)
δ_{gr}	0	$u_B(\delta_{gr})$	1	(7)
Вихідна величина	Оцінка результату вимірювання, % RH	Стандартна сумарна невизначеність, % RH	Коефіцієнт охоплення	Розширена невизначеність, % RH
W_X	(2)	(8)	k	(9)

3. Висновки

1. Розробка стандартизованих методик калібрування засобів вимірювання відносної вологості повітря є запорукою забезпечення єдності вимірювань у сфері вимірювання вологості.

2. Наведено процедуру оцінювання невизначеності вимірювань при калібруванні гігрометра.

3. Складено бюджет невизначеності вимірювань калібрування гігрометра.

Список літератури

1. Закон України від 05.06.2014 № 1314–VII «Про метрологію та метрологічну діяльність».
2. ДСТУ 7679:2015 Метрологія. Державна повірочна схема для засобів вимірювання вологості газів.
3. ДСТУ 8947:2019 «Метрологія. Гігрометри. Методика повірки».
4. ДСТУ EN ISO/IEC 17025:2019 «Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій».
5. ІЛАС-P14:09/2020 «Політика ІЛАС щодо невизначеності вимірювань в калібруванні».
6. ДСТУ EN ISO/IEC 17043 «Оцінка відповідності. Основні вимоги до проведення перевірки кваліфікації».
7. ДСТУ ISO/IEC Guide 98-3:2018 (ISO/IEC Guide 98-3:2008, IDT) «Невизначеність вимірювань. Частина 3. Наставна щодо подання невизначеності у вимірюванні».
8. ДСТУ 2681-94 «Метрологія. Терміни та визначення».

Надійшла (Received) 14.12.2024

Прийнята до друку (accepted for publication) 16.05.2025

Measurement uncertainty evaluation at air humidity measuring instruments calibrating

Abstract

The procedure for measurement uncertainty evaluation at humidity measuring instruments is considered. An expression for the deviations of hygrometer readings from the values set by the reference humid gas generator is written. Input quantities and their standard uncertainties are estimated. The calculation of the combined standard and expanded uncertainties when calibrating a hygrometer is performed. A budget for measurement uncertainty is compiled.

Key words: calibration, calibration method, humidity measurement tools, measurement uncertainty, uncertainty budget.

Відомості про авторів / About the authors

Новосьолов Олег – аспірант кафедри інформаційно-вимірювальних технологій, Харківський національний університет радіоелектроніки, E-mail: oanovoselov@ukr.net, ORCID: <http://orcid.org/0000-0001-7353-8408>

Novoselov Oleg – post-graduate student of the Department of Information and Measurement Technology of the Kharkiv National University of Radio Electronics, E-mail: oanovoselov@ukr.net, Number ORCID: <http://orcid.org/0000-0001-7353-8408>