

## ОЦЕНКА ТОЧНОСТИ ХИМИКО-АНАЛИТИЧЕСКИХ ПРИБОРОВ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ИХ ГРАДУИРОВКИ

В. Я. ДУБРОВИНСКИЙ

Вопросы оценки точности химико-аналитических приборов постепенно приобретают особую важность в связи с расширением их номенклатуры и интенсивным внедрением новых типов приборов в производственную практику контроля и регулирования технологических процессов.

Химико-аналитический прибор с метрологической точки зрения представляет совершенно особенное явление, так как в приложении к нему понятие точности измерений может иметь два аспекта: точность измерения аналитического признака, присущего веществу (электропроводность, теплопроводность, оптическая плотность и т. д.), и точность измерения количества определяемого вещества, причем переход от первой оценки ко второй часто требует сопоставления результата измерения прибором с количеством вещества, определяемым химическим анализом.

Возможность двух видов оценки точности измерений одним и тем же прибором привела к необходимости полного исследования как работы самого прибора (воспроизводимость и правильность показаний), так и оценки метрологических характеристик методик, принятых для его градуировки.

Подобные исследования, естественно, завершаются выяснением вопроса о взаимной связи погрешностей прибора и методики его градуировки и о совместном их влиянии на результаты измерения количества вещества прибором, для чего проводятся математические исследования типа задачи о переносе ошибок.

Выпускаемые серийно химико-аналитические приборы снабжаются инструктажной документацией Комитета стандартов, в которой отражено рекомендуемое решение перечисленных выше вопросов. При разработке новых приборов, согласно установившейся практике, для получения разрешения на их использование, приборы проходят лабораторные и производственные испытания в объеме, который преследует цель получения максимально полных и идеальных по точности сведений о метрологических характеристиках приборов, хотя достигнутые значения этих характеристик в дальнейшей эксплуатации прибора не используются.

В результате, огромные усилия, затраченные на создание базы для исследований и на проведение испытаний, оказываются бесполезными, а сроки доведения разработанных приборов до потребителя неоправданно удлиняются. Зачастую прибор морально стареет ранее, чем поступает на вооружение производства.

Причиной создавшегося положения, по нашему мнению, является отсутствие дифференцированной метрологической политики в отношении к химико-аналитическим приборам различного назначения, вследствие чего в методике градуировки и проверки химико-аналитических приборов переносятся приемы исследования, например, электроизмерительных, теплотехнических и др. приборов, где требования при оценке метрологических характеристик обусловлены необходимостью получения высокоточных сведений об измеряемой величине и оправданы возможностью строгого воспроизведения последней.

Вопрос об уровне требований к определяемым метрологическим характеристикам может быть решен, если к нему подходить с позиций эксплуатационных требований. В этом случае возможно свести к минимуму количества вариантов типовых требований на определение метрологических характеристик химико-аналитических приборов, ограничиваясь в каждом типе приборов получением только безусловно необходимых сведений.

Все химико-аналитические приборы, независимо от принципа их работы, можно разделить на две большие группы:

1. Абсолютные анализаторы.
2. Градулируемые приборы.

Приборы, отнесенные нами к группе абсолютных анализаторов, относительно немногочисленны. Их работа основана на приложении точных физических или физико-химических закономерностей для целей анализа. Примером подобных приборов могут служить кулонометры, а также хроматографы, работающие в режиме определения концентрации вещества по величине отношения нормированной площади пика определяемого вещества к сумме нормированных площадей всех компонентов анализируемой смеси. Как нетрудно видеть, эти приборы не нуждаются в проведении градуировки с привлечением результатов измерения исследуемого вещества независимым способом: воспроизводимость результатов измерений прибором в идентичных условиях является объективной и достаточной метрологической характеристикой точности работы прибора, аналогично тому, как это наблюдается при работе с физическими приборами.

Приборы, отнесенные нами к группе градулируемых, могут быть построены на основании корреляции свойств анализируемого объекта с непосредственно измеряемой величиной, т. е., в принципе, градулируемый прибор на шкале условных отметок содержит информацию о косвенно измеряемых величинах, находящихся в далекой связи с непосредственно измеряемой величиной. Примером таких приборов могут служить прежде всего потенциометрические приборы (рН-метры и оксидометры), спектрофотометрические приборы, используемые для измерений количества вещества и т. п.

В группе градулируемых приборов нами выделены три подгруппы по характеру решаемых с их помощью задач.

Приводимая ниже табл. 1 показывает, каким образом принятие характера решаемых прибором в эксплуатации задач в качестве классификационного признака позволяет предъявить к метрологическим характеристикам приборов логически последовательные требования.

Из табл. 1 следует, что во многих случаях разработки приборов узкоцелевого назначения число метрологических характеристик, необходимых для классификации прибора, можно уменьшить без сокращения возможностей его применения.

Сокращение числа метрологических характеристик существенно снижает требования к точности метода градуировки. В предельном случае (регулирующие анализаторы) точность метода градуировки может

Взаимосвязь метрологических характеристик градуируемых химико-аналитических приборов с характером решаемых с их помощью задач измерения

Требования	Образцовые аналитические приборы	Контрольно-измерительные аналитические приборы и индикаторы	Регулирующие анализаторы
1	2	3	4
Решаемая задача	Точное преобразование измеряемой величины и выходной сигнал; служат для проверки и градуировки по ним других приборов и мер	Получение сведений об измеряемой величине, пригодных для установления объективных связей данной измеряемой величины с другими характеристиками технологического процесса	Выработка сигнала при выходе измеряемой величины за пределы значений диапазона регулирования; обеспечивают поддержание технологического процесса при заданном режиме регулирования.
Характеристики, обеспечивающие решение поставленных задач	$\bar{A}; \Delta_A; \sigma_A$	$\bar{A}; \sigma_A; (\Delta_A)^*$	$\sigma_A; (\bar{A})^*$
Требования к виду градуировочной зависимости	Максимальное приближение к истинной связи измеряемой величины с величиной выходного сигнала	Возможность получения точных сведений об измеряемой величине в пределах диапазона измерения	Любая зависимость, дающая представление о связи условных отметок шкалы и значений измеряемой величины
Влияние составляющих погрешности метода градуировки	Учитывается или устраняется Оценивается	Учитывается Оценивается	Не учитывается Оценивается
Требуемое соотношение составляющих погрешности метода градуировки	$\Delta < \sigma$	$\Delta \approx \sigma$	$\Delta \geq \sigma$

1	2	3	4
<p>Требования к точности оценки составляющих погрешности метода градуировки и погрешности измерения</p> <p>Взаимосвязь характеристик результата измерения прибором с характеристиками работы прибора и метода градуировки.</p>	<p><math>\Delta</math> и <math>\sigma</math> определяются с максимальной точностью</p> $A_{\text{изм}} = f(\bar{A}_{\text{приб}}) = f(\bar{A}_{\text{град}})$ $(\Delta A)_{\text{изм}} = \varphi [(\Delta A)_{\text{приб}}; (\Delta A)_{\text{град}}]$ $(\sigma_A)_{\text{изм}}^2 = (\sigma_A)_{\text{приб}}^2 + (\sigma_A)_{\text{град}}^2$	<p><math>\sigma</math> в пределах требований эксплуатации; <math>\Delta</math> оценивается только при работе прибора в области значений измеряемой величины, сравнимой с <math>\sigma</math>. В остальных случаях влияние <math>\Delta</math> учитывается путем завышения пределов величины <math>\sigma</math>.</p> $A_{\text{изм}} = (\bar{A})_{\text{приб}} \pm (\Delta A)_{\text{приб}}$ $(\sigma_A)_{\text{изм}}^2 = (\sigma_A)_{\text{приб}}^2 + (\sigma_A)_{\text{град}}^2$ $(\sigma)_{\text{изм}}^2 \approx (\sigma_A)_{\text{приб}}^2$	<p><math>\sigma</math> в пределах требований эксплуатации</p>

вообще не учитываться, важно только, чтобы пределы регулирований измеряемой величины назначались по результатам измерений тем же методом.

Примечания:

1. Используемые в таблице символы имеют смысл:

$\bar{A}$  — верное значение измеряемой величины;

$\bar{A}$  — среднее значение измеряемой величины, устанавливаемое в результате измерения, либо градуировки;

$\sigma^2$  — дисперсия результатов измерения;

$\Delta$  — систематическая погрешность измерений.

2. Величины, обозначенные знаком \* — справочные; их оценка в ходе испытаний прибора обеспечивает резерв расширения возможностей использования прибора.

3. Во время подготовки данного сообщения к печати была опубликована работа [1], в которой указаны границы соотношений между  $\Delta$  и  $\sigma$ , при которых обязательно (с метрологической точки зрения) описание результатов измерений величинами:

а) только систематической погрешности, при  $\frac{\Delta}{\sigma} > 6$ ,

б) только случайной погрешности, при  $\frac{\Delta}{\sigma} < 2$ ,

в) обеими составляющими погрешности, при  $2 < \frac{\Delta}{\sigma} < 6$ .

Возможно, что такое деление результатов измерения по качеству их исполнения может быть положено в основу назначения количественных признаков разделения градуируемых приборов на подгруппы.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Е. Ф. Долинский, П. П. Кремлевский и К. П. Широков. «Измерительная техника» № 12, 6—7, 1967.