Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Общие положения 5
5 Экспериментально-расчетный способ 11
6 Установление неисключенной систематической составляющей погрешности (чистой воспроизводимости) 26
7 Установление показателя правильности МВИ 42
8 Установление интервальной оценки суммарной погрешности МВИ (показателя точности) 51
9 Экспериментальный способ установления характеристик погрешности МВИ 51
10 Особенности установления характеристик погрешности для разных видов МВИ 54
10.1 Методики количественного химического анализа 54
10.2 Методики испытаний 57
10.3 Методики контроля измерительного типа 59
10.4 Методики контроля измерительно-преобразовательного типа 60
10.5 Методики контроля альтернативного типа 60
10.6 Методики контроля дефектов материалов и изделий 63
10.7 МВИ с неустойчивой погрешностью 63
11 Расчетный способ аттестации МВИ 64
Приложение А (рекомендуемое) Примеры аттестации МВИ 65
Приложение Б (справочное) Проверка на нормальность по W-критерию 83
Приложение В (справочное) Проверка на нормальность по составному критерию 88
Приложение Г (справочное) Критерий Колмогорова 90
Приложение Д (справочное) Анормальные результаты 93
Приложение Е (справочное) Критерии проверки однородности дисперсий 95
Приложение Ж (справочное) Сравнение двух независимых выборок по Колмогорову и Смирнову 98
Приложение И (справочное) Построение функциональной зависимости между двумя величинами 100
Приложение К (справочное) Значения коэффициента æ, квантилей распределений Стьюдента, χ^2, Фишера, Кохрена и их аналогов 103
Приложение Л (справочное) Доверительные пределы некоторых классов распределений 109
Приложение М (справочное) Доверительные пределы для параметра распределения Пуассона 110
Приложение Н (рекомендуемое) Пример оценивания погрешности построения градуировочной характеристики 112
Библиография 115

Введение

0.1 ГОСТ Р 8.563 определяет термин «**аттестация МВИ**» как процедуру установления и подтверждения соответствия методики выполнения измерений (МВИ) предъявляемым к ней метрологическим требованиям. Данное определение нельзя считать удачным, поскольку нет четкости в понятиях «установление соответствия МВИ» не обозначенным требованиям и «подтверждение соответствия МВИ» тем же требованиям. Трудно даже уловить различие в этих понятиях. Но самая главная слабость данной трактовки, делающая бесполезным данное определение для практиков, занимающихся аттестацией МВИ, состоит не в этом, а в том, что в данном определении полностью игнорируется самая главная стадия при аттестации МВИ – стадия оценивания метрологических характеристик (МХ) МВИ. Поэтому в данном стандарте термин «**аттестация МВИ**» будет применяться согласно его определению по ОСТ 95 10351, т.е. как процедура установления и подтверждения соответствия МВИ предъявляемым к ней метрологическим требованиям, включающая экспериментальное и (или) теоретическое исследование и оценивание метрологических характеристик МВИ, и завершающаяся оформлением официального документа (свидетельства о метрологической аттестации). Данная редакция термина «**аттестация МВИ**» определяет процедуру оценки характеристик погрешности МВИ, как составляющую часть аттестации.

Одним из основополагающих терминов в российской метрологии является термин «**погрешность**». Однако данный термин имеет только теоретическое значение, поскольку в соответствии с его определением значение погрешности никогда не известно, из-за того, что никогда не известно истинное значение измеряемой физической величины. Практическое значение имеет термин «**характеристика погрешности**», т.е. некий параметр (это может быть точечная оценка в виде среднего квадратического отклонения или интервальная оценка для определенной доверительной вероятности), характеризующий рассеяние значений, которые могли бы быть обоснованно приписаны измеряемой величине. При данной трактовке термина «**характеристика погрешности**» его смысл полностью совпадает со смыслом термина «**неопределенность**». Но по сути дела это так и есть. При внимательном изучении ГОСТ 8.009 можно заметить, что термин «**погрешность**» при нормировании МХ средств измерений (СИ) в нем практически не употребляется, а употребляется в основном термин «**характеристика погрешности**». При этом она может нормироваться как в виде предела среднего квадратического отклонения, так и как предел допускаемого значения погрешности в виде интервальной оценки при доверительной вероятности (как это следует из МИ 1317) P = 1. Аналогичный вывод можно сделать из МИ 1317 и применительно к МВИ. Различие заключается лишь в том, что для МВИ нормирование характеристик погрешности может производиться для различных значений доверительной вероятности. Строго говоря, термин «**погрешность**», исходя из его определения, нельзя применять ни к СИ ни к МВИ, поскольку он имеет отношение только к результату измерения, т.е. само понятие – погрешность средства измерения – абсурдно. Однако данный термин

широко применяется в отечественной метрологической практике. Это связано с практическими удобствами при его написании и произношении из-за большей краткости и является просто метрологическим слэнгом. В данном стандарте по тем же соображениям удобства принято такое же сокращенное написание вместо термина «**характеристика погрешности**» - термин «**погрешность**», который, учитывая его смысловую нагрузку, эквивалентен термину «**неопределенность**».

В практике применения МВИ, в соответствии с МИ 1317, большое значение имеет термин «**приписанная характеристика погрешности**» (или как уже отмечалось выше - «**приписанная погрешность**»). Этот термин означает, что по результатам аттестации МВИ ей для каждого поддиапазона измерений приписываются значения погрешностей при определенной доверительной вероятности (наиболее часто P = 0,95) и в дальнейшем при ее использовании любому результату измерения в данном поддиапазоне будет приписываться одно и тоже значение погрешности, равное приписанной погрешности данного поддиапазона. При таком подходе наблюдается полная аналогия между нормированием погрешности МВИ и СИ. При использовании для измерений не МВИ, а СИ, точно также погрешность каждого конкретного результата измерений не оценивается, а принимается ее нормированное значение.

К числу неудачных и, по всей видимости, лишних терминов следует отнести термин «**прецизионность**», введенный ГОСТ Р ИСО 5725-1 (вообще данный стандарт очень неудачен с точки зрения терминологии). Искусственность данного термина подтверждается тем, что в отечественной метрологической практике данный термин и его аналоги никогда не употреблялись. В практической метрологии всегда обходились двумя терминами «**сходимость**» и «**воспроизводимость**» и не было потребности, по сути, просто в обобщающем их термине «**прецизионность**». Более того, не существует даже понятийного аналога данного термина в российских терминологических документах. Данный термин имеет смысл только в частном и на практике в редком случае полномасштабного межлабораторного эксперимента, когда характеристика воспроизводимости в полной мере проявляется как случайная величина. И если уж есть необходимость введения понятия, обобщающего термины «**сходимость**» и «**воспроизводимость**» то это никак не «**прецизионность**». Более удачным мог быть, например, термин «**повторяемость**», тем более что этот термин в ГОСТ Р ИСО 5725-1 дублируется термином «**сходимость**». И уж никак нельзя назвать удачными термины ГОСТ Р ИСО 5725-1 «**предел повторяемости**» и «**предел воспроизводимости**» да еще в привязке к конкретному значению доверительной вероятности P = 0,95. По сути, под этими терминами подразумеваются понятия нормативов контроля характеристик сходимости и воспроизводимости при доверительной вероятности P = 0,95, а вовсе не предел, который должен устанавливаться при доверительной вероятности P = 1.

Рассмотрим термины «**сходимость**» и «**воспроизводимость**». Понятие сходимости результатов измерений довольно простое. Под ним понимается степень повторяемости результатов измерений в одинаковых условиях измерений. Здесь нечего добавить, поскольку в этом понятии присутствует полная однозначность.

Иначе обстоят дела с понятием воспроизводимости результатов измерений. Характеристику воспроизводимости можно оценить только в условиях «*полной*» воспроизводимости, т.е. в условиях полномасштабного межлабораторного эксперимента. При этом, поскольку измерения в каждой отдельной лаборатории проводятся в условиях сходимости, то в значение характеристики воспроизводимости внесет свой вклад и характеристика сходимости. Причем, этот вклад будет тем меньше, чем больше параллельных измерений будет проведено в каждой лаборатории. В связи с этим практическое значение приобретает понятие «чистой воспроизводимости», которое используется в настоящем стандарте. Под «**чистой воспроизводимостью**» понимается значение характеристики воспроизводимости за вычетом значения характеристики сходимости. В ГОСТ Р ИСО 5725-1 характеристика чистой воспроизводимости обозначается как σ_L.

Если в межлабораторном эксперименте по ГОСТ Р ИСО 5725-1 не удается проварьировать все факторы, влияющие на характеристику воспроизводимости, то в результате будет получено ее заниженное значение. На практике такая ситуация встречается довольно часто, тем более, что РМГ 61 предусматривает возможность проведения эксперимента вообще только в одной лаборатории. В связи с этим появляется понятие «частичной» воспроизводимости, аналогом которого является понятие внутрилабораторной прецизионности, введенное в РМГ 61. При этом очевидно, что термин «**частичная воспроизводимость**» более четко и однозначно передает смысл данного понятия, чем термин «**внутрилабораторная прецизионность**». В данном стандарте при рассмотрении различных аспектов аттестации МВИ часть значения характеристики воспроизводимости, которая либо была оценена из эксперимента, либо используется для целей контроля качества измерений, обозначается термином «**частичная воспроизводимость**».

0.2 Процедура большинства измерений проста – достаточно посмотреть на шкалу средства измерений, а характеристика погрешности написана в паспорте на это средство измерений. Но во многих случаях, чтобы получить результат измерений, необходимо использовать несколько СИ, вспомогательное оборудование, использовать специальные приемы при подготовке и выполнении измерений, обрабатывать результаты промежуточных измерений. А какова в этом случае погрешность измерений? Если бы для каждого из вышеуказанных компонентов процедуры измерений были известны характеристики, позволяющие по ним рассчитать погрешность такого измерения, задача была бы решена.

Гигантский шаг к решению этой задачи сделал вышедший в 1984 г. ГОСТ 8.009. В этом документе впервые указано, что в общем случае погрешность измерений не тождественна понятию «характеристика погрешности средства измерений», и впервые приведены научно обоснованные требования к комплексу МХ средств измерений: «Комплекс метрологических характеристик …… средств измерений … должен быть достаточен для определения результатов измерений и расчетной оценки с требуемой точностью характеристик инструментальных составляющих погрешностей измерений, проводимых с помощью средств измерений данного вида или типа в реальных условиях применения».

Если бы требования ГОСТ 8.009 выполнялись, то поставленная выше задача была бы решена наполовину, т.к. на погрешность измерений влияют не только погрешности СИ, но и другие факторы. Для процедур химического анализа, например, в первую очередь – процедуры пробоподготовки. Именно по той причине, что далеко не все факторы удается учесть расчетным путем, при оценке погрешности измерений и появилось понятие «методика выполнения измерений». При оценке погрешности МВИ также частично можно использовать расчетные способы, а влияние факторов, которые не удается непосредственно учесть расчетным путем, определяется с помощью специальных экспериментов.

Но, к сожалению, даже относительно МХ средств измерений существует проблема. На практике комплексы МХ многих СИ, даже утвержденного типа, не соответствуют этому требованию. А кроме СИ утвержденного типа в отрасли разрабатывается, приобретается за рубежом и применяется множество специализированных средств измерений, комплексы МХ которых тем более не соответствуют требованиям ГОСТ 8.009. Наиболее трудной задачей является определение таких МХ, как характеристики взаимодействия СИ с объектом измерений. Примеры таких характеристик - входной импеданс вольтметра или теплоемкость термопары. Но для этих примеров и нормирование МХ, и расчет инструментальной составляющей погрешности не представляет большой трудности. Однако, во многих случаях даже нормирование характеристик взаимодействия непростое, а расчет инструментальной составляющей погрешности вообще невозможен. В этих случаях также необходима разработка и аттестация методик выполнения измерений.

Кроме того, следует учитывать, что в настоящее время в связи с бурным развитием вычислительной техники во многих СИ важнейшие измерительные преобразования выполняет компьютерная программа. Оценить расчетным путем погрешности измерительного преобразования, осуществляемого программными средствами, далеко не всегда возможно (но если такая возможность есть, это следует делать), поэтому для их оценки необходимо проводить специальные исследования, т.е. аттестацию МВИ.

Отдельно следует сказать о методиках, регламентированных государственными и отраслевыми стандартами. Далеко не всегда эти методики являются МВИ по определениям ГОСТ 8.563 и ОСТ 95 10351, даже если заголовок стандарта содержит слово «методика». На самом деле, если в такой методике отсутствуют характеристики погрешности измерений (или процедуры контроля качества измерений), - это не МВИ. В этом случае необходимо разработать и аттестовать МВИ. При этом разработка может быть и очень простой, например, заключаться в конкретизации используемого оборудования, средств измерений, параметров настройки аппаратуры и т.д.

0.3 Установленные при аттестации МВИ (приписанные) МХ используют при ее применении в целях:

- принятия решений по результатам измерений;
- обеспечения гарантированного соответствия фактических значений МХ приписанным значениям.

Таким образом, цели аттестации МВИ неразрывно связаны с целями самих измерений.

Рассмотрим сначала вторую цель, которая по отношению к назначению самого измерения является вспомогательной. Для ее реализации при использовании для измерений СИ, предусматривается процедура периодической поверки. Периодичность поверки устанавливается для каждого типа СИ и, как правило, составляет один раз в год. При этом, т. к. для СИ нормируется предел погрешности (при P = 1), бракуются все СИ, погрешность которых при поверке оказывается больше этого предела, т.е. ни один экземпляр СИ данного типа не может иметь погрешность больше установленного предела для данного типа СИ.

Аналогично дело обстоит и с МВИ, в которых предусмотрен контроль качества результатов измерений. Однако здесь существует два принципиальных различия. Во-первых, периодичность контроля качества результатов измерений по МВИ намного чаще, чем для СИ (он может проводиться несколько раз за рабочую смену). Во-вторых, поскольку значение погрешности МВИ приписывается, как правило, для P = 0,95, то в этом случае допускается, что 5 % контрольных результатов измерений по МВИ могут не удовлетворять соответствующим нормативам контроля.

Первой и главной целью измерений является принятие решения по их результату. Здесь следует выделить три принципиально различных типа решений:

- решения о качестве выпускаемой продукции или о безопасности того или иного объекта или технологического процесса;
- решения о совершенствовании технологического процесса;
- решения о возможном хищении при проведении учетных операций.

Рассмотрим последовательно эти три типа решений, для того чтобы установить, в чем заключаются различия между ними.

В первом случае для принятия решения необходимо применить ОСТ 95 10460. Согласно данному стандарту, если в нормативной документации (НД) на продукцию, на объект или на технологический процесс нормы точности не указаны, то «по умолчанию» принимается, что требуемая точность (максимально допустимая погрешность)

$$\Delta_T = 0{,}6r \text{ (но не более } 0{,}12D),$$

где r - цена единицы последнего разряда в значении нормы контролируемого параметра;

D - поле двустороннего допуска, или значение границы одностороннего допуска.

Если данное условие выполняется (т.е. погрешность контроля качества $\Delta_K \leq \Delta_T$), что довольно часто случается при инструментальном контроле с использованием СИ (например, при контроле геометрических величин), то никакие дополнительные процедуры, кроме прямого сравнения результата измерений со значением нормы на контролируемый параметр, не требуются.

В случае несогласования фактического значения погрешности контроля качества с этими нормами разработчик НД на продукцию или на технологический

процесс должен ввести внутренний допуск в виде приемочных значений.

Приемочные значения вычисляют по формулам

${}^{B}G_{Y} = {}^{B}G - Z$ - для верхней границы поля допуска и

${}^{H}G_{Y} = {}^{H}G + Z$ - для нижней границы поля допуска.

Значение величины Z (смещения приемочных границ): $Z = K_{Z} \cdot \Delta_{K}$ - зависит от вида распределения погрешности контроля Δ_K и доверительной вероятности P, с которой она определена. Например, в случае нормального распределения, P = 0,95 коэффициент K_Z равен 0,84.

Рассмотрим конкретный пример. Пусть в технических условиях на оболочечные трубы нормируется предел прочности (временное сопротивление разрыву) ${}^{H}G \geq 40$ кгс/см^2. Погрешность же методики механических испытаний, используемой для контроля данного параметра, Δ_K = 5 кгс/см^2. При такой норме $0{,}6 \cdot r$ = 0,6 кгс/см^2 и $0{,}12 \cdot D$ = 4,8 кгс/см^2. Из этих значений в качестве Δ_T принимается минимальное значение, т.е. Δ_T = 0,6 кгс/см^2. Поскольку $\Delta_K > \Delta_T$, то для проведения приемочного контроля необходимо введение приемочного значения ${}^{H}G_{Y}$. Смещение приемочной границы для $P = 0{,}95 \cdot Z = 0{,}84 \cdot 5$ кгс/см^2 = 4,2 кгс/см^2. Таким образом, приемочное значение ${}^{H}G_{Y}$ = 40 кгс/см^2 + 4,2 кгс/см^2 = 44 кгс/см^2.

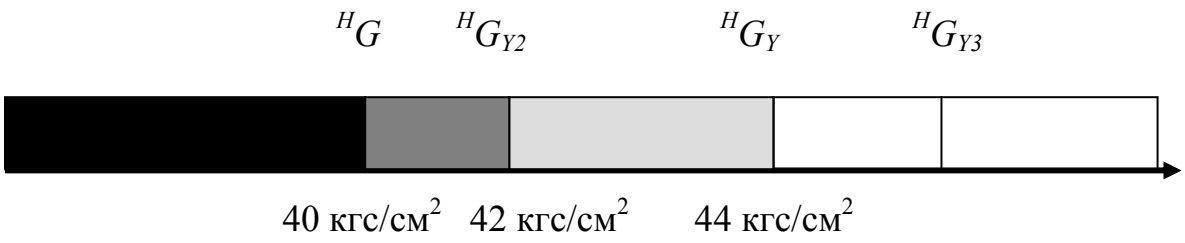


Рисунок 1 – Приемочные нормативы контроля оболочечных труб

Контроль качества оболочечных труб по пределу прочности на предприятии-изготовителе должен теперь осуществляться следующим образом. Если значения результатов механических испытаний контролируемых труб больше 44 кгс/см^2 (белая область на рисунке 1), то в этих случаях делается заключение о соответствии продукции техническим требованиям. Если значения результатов механических испытаний контролируемых труб меньше 40 кгс/см^2 (черная область на рисунке 1), то в этих случаях делается заключение о не соответствии продукции техническим требованиям, т.е. продукция бракуется. Если значения результатов механических испытаний контролируемых труб лежат в интервале от 40 до 44 кгс/см^2 (серые области на рисунке 1), включительно, то качество оболочечных труб вызывает сомнение и для принятия окончательного решения необходимо либо проводить дополнительные испытания, либо применить другую, более точную и поэтому более дорогую, методику механических испытаний. Смысл этих дейст-

вий и в том и в другом случае один и тот же – уменьшить погрешность результата испытаний, а, следовательно, уменьшить смещение приемочной границы, приблизив ее значение к значению нормы на данный параметр. Предположим, что увеличение количества параллельных результатов испытаний уменьшит значение погрешности результата контроля с 5 до 2 кгс/см^2. Это эквивалентно уменьшению смещения приемочной границы с 4,2 до 1,7 кгс/см^2 и, следовательно, значение ${}^{H}G_{Y}$ уменьшится с 44 кгс/см^2 до ${}^{H}G_{Y2}$ = 42 кгс/см^2. После этого, если полученный результат испытаний будет находиться в диапазоне (более светлая серая область на рисунке 1) между 42 и 44 кгс/см^2, то делается заключение о соответствии продукции техническим требованиям. Такой же результат будет достигнут, если при контроле данной «подозрительной на брак» партии применить другую методику испытаний с погрешностью 2 кгс/см^2.

Что произойдет, если при оценке характеристик погрешности данной методики испытаний были учтены не все факторы, влияющие на характеристику воспроизводимости. Это возможно при недостаточном количестве лабораторий, участвующих в межлабораторном эксперименте или при недостаточной квалификации эксперта, проводившего аттестацию методики экспериментально – расчетным способом. Погрешность в этом случае будет занижена. Пусть значение Δ_K оказалось равным при этом 2 кгс/см^2. Это означает, что все партии оболочечных труб, результаты испытаний которых при приемочном контроле находятся в более светлой серой области, вместо того, чтобы быть признаны сомнительными будут трактоваться как соответствие продукции техническим требованиям. При этом возникает большая вероятность принятия в качестве годной в действительности бракованной продукции.

Если при аттестации методики погрешность была несколько завышена, это означает, что рассчитанное значение ${}^{H}G_{Y3}$ будет несколько больше чем значение ${}^{H}G_{Y}$. При этом произойдет некоторое расширение области сомнительных решений при контроле. Расширение этой области может вызвать некоторое увеличение затрат на контроль, но не повлияет на безопасность продукции и технологических процессов. Поэтому с точки зрения принятия ответственных решений, влияющих на безопасность, предпочтительнее некоторое завышение погрешности МВИ при ее аттестации, чем ее занижение.

Из данного вывода вытекают два важных момента. Первый момент заключается в том, что при оценке значения показателя сходимости МВИ, набор статистического материала необходимо проводить на образцах именно той продукции, для контроля которой планируется применение МВИ. При этом в показатель сходимости будет вносить свой вклад неоднородность материала, которая, в свою очередь определяется технологией изготовления продукции. Определение показателя сходимости на однородных образцах при назначении измерений для контроля качества продукции и технологических процессов недопустима, т.к. это приведет к занижению погрешности за счет не учета составляющей от неоднородности

(ОСТ 95 10460 допускает не учитывать составляющую от неоднородности при аттестации МВИ, но указывает, что тогда эту составляющую необходимо определить и учитывать при приемке продукции).

Второй момент заключается в том, что поскольку объемы статистических выборок при аттестации МВИ ограничены, то при оценке характеристики сходимости ее неопределенность будет тем больше, чем меньше объем выборки. В связи с этим, при установлении приписанного значения характеристики сходимости МВИ, следует брать верхнюю оценку значения среднего квадратического отклонения, опять же исходя из принципа наибольшего возможного значения погрешности, как это предписывается МИ 1317.

Когда результат измерений используется для совершенствования технологического процесса, наоборот, оценивать характеристику сходимости МВИ необходимо на специально гомогенизированных пробах продукции в виде растворов, расплавов, стандартных образцов и т.д. В этом случае стоит задача исключения неоднородности материала продукции, т.е. оценки «чисто» методической погрешности МВИ как таковой без привязки к определенному виду продукции.

И, наконец, при учетных измерениях при аттестации МВИ необходимо отдельно оценивать составляющие характеристики воспроизводимости от тех факторов, которые могут оказаться неизменными в период между двумя инвентаризационными измерениями, поскольку для принятия решения о возможном хищении стоит обратная задача – минимизация характеристики погрешности МВИ. Минимизация характеристики погрешности увеличивает чувствительность инвентаризационной разницы между периодами инвентаризации, что собственно и является в этом случае целью измерений. Остальные факторы можно оценивать совместно, поскольку при расчете инвентаризационной разницы, которая представляет собой разность между двумя измерениями, эти составляющие будут вычитаться и не войдут в погрешность инвентаризационной разницы. В настоящем стандарте алгоритмы аттестации МВИ, используемых для учетных измерений, не рассматриваются.

Следовательно, если МВИ может применяться сразу для трех целей – контроль качества, совершенствование технологического процесса и для учетных измерений – то для этих МВИ необходимо нормирование сразу всех трех вариантов характеристик погрешности. Поэтому при аттестации МВИ необходимо с самого начала учитывать ее назначение.

Способы нормирования характеристик погрешности МВИ приведены в ОСТ 95 10351 (раздел 5), поэтому здесь остановимся только на основных принципах их нормирования в зависимости от назначения МВИ. Для методик контроля качества продукции и обеспечения безопасности технологических процессов в качестве характеристики сходимости целесообразно нормировать верхнюю доверительную границу среднего квадратического отклонения сходимости, с учетом неоднородности конкретной продукции, или соответствующее ей значение случайной погрешности сходимости. В качестве характеристики воспроизводимости нормируется верхняя оценка характеристики чистой воспроизводимости – значе-

ние неисключенной систематической составляющей погрешности МВИ.

Для методик, применяемых в целях совершенствования технологических процессов, нормируется верхняя доверительная граница среднего квадратического отклонения сходимости, без учета неоднородности конкретной продукции, или соответствующее ей значение случайной погрешности сходимости. В качестве характеристики воспроизводимости нормируется верхняя оценка характеристики чистой воспроизводимости – значение неисключенной систематической составляющей погрешности МВИ.

0.4 В общем случае погрешность результата измерений по МВИ можно представить в виде

$$f = f_{сх} * f_{вс-сх} \ldots + f_s$$

где $f_{сх}$ – часть погрешности измерений, обусловленная факторами, приводящими к разбросу результатов измерений в условиях сходимости (далее – факторами сходимости). Составляющая погрешности $f_{сх}$ имеет чисто случайный характер;

$f_{вс\text{-}сх}$ – чистая воспроизводимость, т.е. часть погрешности измерений, обусловленная факторами, приводящими к разбросу результатов измерений в условиях воспроизводимости, за исключением факторов сходимости (далее – факторами воспроизводимости). По отношению к измерениям, проводимым в условиях сходимости, составляющая погрешности $f_{вс\text{-}сх}$ имеет систематический характер, а по отношению к измерениям, проводимым в условиях воспроизводимости - случайный характер. Например, погрешность градуировки. Если градуировка СИ проводится при каждом измерении, то погрешность построения градуировочной характеристики будет проявляться как случайная составляющая погрешности в каждом измерении, а если после градуировки проводится серия измерений, то для всей серии измерений погрешность построения градуировочной характеристики будет проявляться как систематическая погрешность;

f_s – часть погрешности измерений, обусловленная факторами, приводящими к отклонениям результата измерений от фактического значения, за исключением факторов сходимости и воспроизводимости (далее – факторами правильности). Составляющая погрешности f_s имеет систематический характер, и ее исключают либо при разработке МВИ, либо при аттестации МВИ путем введения поправки к результатам измерений. Поэтому в дальнейшем рассмотрении данная составляющая погрешности не будет рассматриваться.

Тогда модель погрешности МВИ можно представить в виде

$$f = f_{сх} * f_{вс-сх} * f_c$$

где f_c - неисключенный остаток систематической составляющей погрешности. Значение неисключенного остатка систематической составляющей погрешности измерений f_c представляет собой значение критерия при оценке значимости систематической составляющей погрешности (ОСТ 95 10289).

Для целей данного рассмотрения более удобно представить характеристику чистой воспроизводимости в виде суммы ее составляющих, например,

$$f_{вс-сх} = f_{но} * f_{обр} * f_{пп} * f_{о} * f_{ус} * f_{гр} * f_{пи} * f_{СИ},$$

где $f_{но}$ – погрешность от неоднородности измеряемого объекта;

$f_{обр}$ – погрешность измерения исходных параметров пробы или образца (масса, объем, размеры и т.п.);

$f_{пп}$ – погрешность подготовки пробы или образца к измерениям;

$f_{о}$ – погрешность, обусловленная оператором;

$f_{ус}$ – погрешность, обусловленная условиями проведения измерений (время, температура, давление и т.п.);

$f_{гр}$ – погрешность градуировки СИ;

$f_{пи}$ – погрешность предварительных измерений (например, погрешность измерения фонового сигнала);

$f_{СИ}$ – инструментальные погрешности, и т.д.;

* – символ суммирования погрешностей, рассматриваемых как случайные величины.

Данное выражение представляет собой иллюстрацию того, что характеристика чистой воспроизводимости является сложной функцией от множества факторов, влияющих на ее значение. Каким образом можно наиболее правильно, с точки зрения полноты учета всех влияющих факторов, оценить значение характеристики чистой воспроизводимости и в результате наиболее правильно оценить характеристики погрешности измерений по МВИ?

Естественным способом оценивания характеристик погрешности измерений по МВИ является экспериментально-расчетный способ. В его основе лежит рекомендация МИ 1317. Очень близок к этому документу международный документ «Руководство по выражению неопределенности измерения» [1].

При использовании данного способа на первой стадии оценивается характеристика сходимости экспериментальным способом, при этом не вызывает сомнений, что это возможно осуществить и в одной лаборатории. На второй стадии необходимо выделить все без исключения факторы, которые могут влиять на характеристику чистой воспроизводимости. При этом следует определить, какие составляющие характеристики чистой воспроизводимости будут оцениваться экспериментально (аналогично неопределенности по типу А), а какие составляющие будут оцениваться расчетным способом из доступной априорной информации (аналогично неопределенности по типу В). Эта стадия в экспериментально-расчетном способе наиболее сложная и требует высокой квалификации эксперта по аттестации МВИ. В «Руководстве по выражению неопределенности измерения» (пункт 4.3.2) говорится, что: «Правильное использование фонда доступной информации для оценивания стандартной неопределенности по типу В требует интуиции, основанной на опыте и общих знаниях, и является мастерством, которое приходит с практикой».

Преимуществами данного экспериментально-расчетного способа являются, во-первых, возможность оценивания характеристик погрешности измерений по МВИ при любом количестве лабораторий (даже в одной лаборатории) без грубых ошибок в значениях приписанных характеристик погрешности и, во-вторых, при гораздо меньших временных и трудовых затратах, в отличие от способа межлабораторного эксперимента.

К недостаткам следует отнести высокие требования к квалификации экспертов, проводящих аттестацию МВИ, и некоторое возможное завышение значений приписанных характеристик погрешности МВИ. Однако, как это уже отмечалось, для ответственных измерений завышение погрешности уменьшает риск принятия в качестве годной в действительности бракованную продукцию, а это увеличивает только риск изготовителя по перебраковке продукции, не уменьшая в целом безопасность эксплуатации готовой продукции. При этом риск изготовителя может и не измениться при правильной организации приемочного контроля в соответствии с ОСТ 95 10460.

Второй способ (экспериментальный) заключается в проведении межлабораторного эксперимента и обработки его результатов методом многофакторного дисперсионного анализа. Он опирается на ГОСТ Р ИСО 5725-2 и на разработанные, на его основе рекомендации РМГ 61.

Данный способ при большом количестве лабораторий, участвующих в данном эксперименте, позволяет проварьировать все влияющие факторы и наиболее точно оценить значение характеристики чистой воспроизводимости. Еще одним преимуществом данного способа является простота обработки статистических результатов, получаемых в лабораториях, по стандартизованному алгоритму дисперсионного анализа, который легко поддается программированию для персональных компьютеров.

К недостаткам данного способа следует отнести то, что для проведения полномасштабного межлабораторного эксперимента, как это следует из ГОСТ Р ИСО 5725-1, необходимо привлечение порядка 25 лабораторий, и сам эксперимент потребует в связи с этим большого количества временных и трудовых затрат. Здесь уместно процитировать «Руководство по выражению неопределенности измерения» (пункт 3.4.1): «Если все величины, от которых зависит результат измерения, изменяются, то их неопределенность можно оценить статистическими средствами. Однако так как на практике это редко представляется возможным из-за ограниченного времени и ресурсов, неопределенность результата измерения обычно оценивают, используя математическую модель измерения и закон распространения неопределенности». Кроме того, даже при участии в эксперименте 25 лабораторий оценка характеристики воспроизводимости будет иметь неопределенность порядка 20 %. Однако ГОСТ Р ИСО 5725-1 не дает никаких рекомендаций по поводу того, как ее учитывать. С точки зрения определения «приписанные характеристики погрешности» необходимо использовать верхнюю оценку характеристики чистой воспроизводимости, поскольку для 95 % результатов измерений их погрешность не должна превышать приписанные значения. Поэтому при использовании алгоритма

ГОСТ Р ИСО 5725-1 к рассчитанным оценкам характеристик воспроизводимости и сходимости необходимо прибавлять неопределенность оцененных значений с учетом количества лабораторий, участвующих в межлабораторном эксперименте.

Вторым и самым существенным недостатком данного способа является то, что часто на практике, особенно в атомной промышленности, в принципе невозможно набрать необходимое количество лабораторий, проводящих измерения одного и того же параметра, да еще и по одной и той же МВИ. Применение же для случая, когда количества лабораторий недостаточно, подхода по оцениванию так называемой «промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности», предлагаемого в РМГ 61, является не совсем корректным, из-за неполного учета всех влияющих факторов что, как следствие, приводит к существенному занижению значения характеристики чистой воспроизводимости. Введение же некоторого коэффициента, значение которого по неизвестным причинам может быть от 1,2 до 2,0, еще более запутывает ситуацию, поскольку в РМГ 61 нет конкретных указаний о выборе данного коэффициента.

Введение понятия «промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности» позволяет упростить задачу внутреннего контроля качества измерений по МВИ, но занижение значения характеристики чистой воспроизводимости недопустимо для целей контроля качества продукции и технологических процессов. Занижение погрешности приводит к негативным последствиям при контроле показателей качества продукции, влияющих на безопасность ее эксплуатации, или при контроле безопасности технологических процессов. В этом случае может произойти рассогласование результатов выходного контроля изготовителя с результатами входного контроля потребителя; заниженные значения погрешности МВИ увеличивают, например, риск при эксплуатации изделий, нормируемые характеристики которых находятся вблизи предела. В этом случае занижение погрешности МВИ увеличивает вероятность принятия в качестве годного в действительности бракованного изделия, например, трубных оболочек твэлов по механической прочности. При использовании в атомном реакторе эти бракованные оболочки могут не выдержать срока эксплуатации, что приведет к их разгерметизации.

СТАНДАРТ ОТРАСЛИ

Отраслевая система обеспечения единства измерений Алгоритмы оценки метрологических характеристик при аттестации методик выполнения измерений

Дата введения 2008 – 01 – 06

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы оценки метрологических характеристик методик выполнения измерений (в т.ч. методик количественного химического анализа, методик выполнения испытаний и измерительного контроля).

Настоящий стандарт распространяется на методики выполнения измерений, применяющиеся на предприятиях Росатома при контроле показателей качества продукции (сырья, полуфабрикатов, веществ, материалов и изделий) в процессе ее производства, выпуска, приемки, хранения, переработки и утилизации, а также при контроле и исследовании других объектов, входящих в область деятельности предприятий. На методики, по которым проводятся измерения в целях учета и контроля ядерных материалов, настоящий стандарт не распространяется.

Настоящий стандарт предназначен для использования метрологическими службами, экспертами по аттестации методик и специалистами измерительных и испытательных лабораторий предприятий Росатома.

Настоящий стандарт разработан с учетом и в развитие требований ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ Р ИСО 5725-2, ГОСТ Р 8.563, ОСТ 95 10351, ОСТ 95 10430, ОСТ 95 10289 и РМГ 61.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 8.207-76 ГСИ. Прямые наблюдения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения

ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р 8.563-96 ГСИ. Методики выполнения измерений

ГОСТ 8.009-84 ГСИ. Нормируемые метрологические характеристики средств измерений

ГОСТ 8.051-81 ГСИ. Погрешности, допускаемые при измерении линейных размеров до 500 мм

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

МИ 1317-2004 ГСИ. Результаты и характеристики погрешности измерений. Формы представления. Способы использования при испытаниях образцов продукции и контроле их параметров

МИ 2083-90 Рекомендация. ГСИ. Измерения косвенные. Определение результатов измерений и оценивание их погрешностей.

РМГ 61-2003 Рекомендации по межгосударственной стандартизации. ГСИ. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

РМГ 29-99 Рекомендации по межгосударственной стандартизации. ГСИ. Метрология. Основные термины и определения

ОСТ 95 10351-2001 ОСОЕИ. Общие требования к методикам выполнения измерений

ОСТ 95 10430-2003 ОСОЕИ. Порядок проведения аттестации методик выполнения измерений

ОСТ 95 10289-2005 ОСОЕИ. Внутренний контроль качества результатов измерений

ОСТ 95 10460-2001 ОСОЕИ. Порядок определения и установления норм на контролируемые параметры в НД на продукцию и норм точности. Согласование норм точности

ОСТ 95 10597-2005 Учет и контроль ядерных материалов. Аттестация стандартных образцов методом передачи размера

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **методика выполнения измерений (МВИ):** Совокупность операций и правил, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений (испытаний) с известной погрешностью, или результатов контроля с известной достоверностью (ОСТ 95 10351).

3.2 **аттестация МВИ:** Процедура установления и подтверждения соответствия МВИ предъявляемым к ней метрологическим требованиям, включающая экспериментальное и (или) теоретическое исследование и оценивание метрологических характеристик МВИ и завершающаяся оформлением официального документа (свидетельства о метрологической аттестации) (ОСТ 95 10351).

3.3 **показатели качества измерений:** Точность, правильность, воспроизводимость, сходимость результатов измерений или испытаний (ОСТ 95 10351), достоверность контроля.

3.4 **точность измерений:** Показатель качества измерений, отражающий близость результатов измерений к истинным значениям.

3.5 **правильность измерений:** Показатель качества измерений, отражающий близость к нулю систематической составляющей погрешности результатов измерения(ОСТ 95 10351).

3.6 **воспроизводимость измерений:** Показатель качества измерений, отражающий близость друг к другу результатов измерений одной и той же величины, выполненных по одной и той же МВИ, но в разное время, на разных экземплярах средств измерений, разными исполнителями, в разных лабораториях (ОСТ 95 10351).

3.7 **сходимость измерений:** Показатель качества измерений, отражающий близость друг к другу результатов измерений, полученных на одном и том же образце (пробе) или однородных образцах в одинаковых условиях (практически в одно и то же время, на одном средстве измерений, одним исполнителем) (ОСТ 95 10351).

3.8 **характеристики погрешности:**

- среднее квадратическое отклонение (СКО) погрешности $\sigma(\overset{\circ}{\Delta})$ - точечная оценка;

- границы интервала ($\Delta_н$, $\Delta_в$; далее - Δ), в котором погрешность находится с заданной вероятностью Р - интервальная оценка; в тексте оценка Δ названа «суммарной погрешностью».

3.9 **характеристики систематической составляющей погрешности (показатели правильности):** Границы интервала ($\theta_{сн}$, $\theta_{св}$; далее - $\theta_с$), в котором систематическая составляющая погрешности измерений находится с заданной вероятностью Р (ОСТ 95 10289).

3.10 **характеристики воспроизводимости (показатель воспроизводимости и случайная составляющая погрешности в условиях воспроизводимости):**

- СКО воспроизводимости $\sigma_в$ - точечная оценка;

- границы интервала ($\varepsilon_{вн}$, $\varepsilon_{вв}$; далее - $\varepsilon_в$), в котором случайная составляющая погрешности МВИ в условиях воспроизводимости находится с заданной вероятностью Р - интервальная оценка (ОСТ 95 10289).

3.11 **характеристики сходимости (показатель сходимости и случайная составляющая погрешности в условиях сходимости):**

- СКО сходимости $\sigma_{сх}$ - точечная оценка;

- границы интервала ($\varepsilon_{схн}$, $\varepsilon_{схв}$; далее - $\varepsilon_{сх}$), в котором случайная составляющая погрешности МВИ в условиях сходимости находится с заданной вероятностью Р - интервальная оценка сходимости (ОСТ 95 10289).

3.12 **характеристики (показатели) достоверности контроля:** Наибольшая вероятность принятия годным в действительности дефектного образца P_{baM} (далее - $P_м$) и наибольшая вероятность принятия дефектным в действительности годного образца - P_{grM}.

3.13 **параллельные определения:** Многократное проведение в условиях сходимости всей совокупности операций (включая операции подготовки образца (навески) к измерению), предусмотренных МВИ, заканчивающееся вычислением результата.

3.14 **косвенное измерение:** Определение искомого значения физической величины на основании результатов прямых измерений других физических величин, функционально связанных с искомой величиной (РМГ 29).

3.15 **приписанная характеристика погрешности измерений:** Характеристика погрешности любого результата совокупности измерений, полученного при соблюдении требований и правил данной методики (как правило, приводимая в свидетельстве об аттестации МВИ) (ОСТ 95 10430).

3.16 **гистерезис:** Запаздывание изменения физической величины, характеризующей состояние вещества, от изменения другой физической величины, определяющей внешние условия.

3.17 **опорное значение:** Значение, которое служит в качестве согласованного для сравнения и получено как:

а) теоретическое или установленное значение, базирующееся на научных принципах;

б) приписанное или аттестованное значение, базирующееся на экспериментальных работах какой-либо национальной или международной организации;

в) согласованное или аттестованное значение, базирующееся на совместных экспериментальных работах под руководством научной или инженерной группы;

г) математическое ожидание измеряемой характеристики, то есть среднее значение заданной совокупности результатов измерений – лишь в случае, когда а), б) и в) недоступны (ГОСТ Р ИСО 5725-1);

д) значение, принятое по договоренности между пользователями МВИ.

3.18 **метролог** (в данном стандарте): Специалист (группа специалистов), осуществляющий планирование экспериментальных исследований, контроль за их проведением, обработку результатов, необходимые расчеты, и оформляющий отчет (протокол) об аттестации МВИ или осуществляющий метрологическую экспертизу материалов аттестации МВИ.

3.19 **чистая воспроизводимость:** Показатель качества измерений, характеризующий часть погрешности измерений, обусловленную факторами, приводящими к разбросу результатов измерений в условиях воспроизводимости, за исключением факторов сходимости (далее – факторами воспроизводимости).

3.20 **частичная воспроизводимость:** Показатель качества измерений, отражающий близость друг к другу результатов измерений одной и той же величины, выполненных по одной и той же МВИ, но в условиях, когда одни факторы, влияющие на погрешность результата измерения, остаются постоянными (например, прибор), а ряд других влияющих факторов варьируется (например, время и оператор).

3.21 **нормируемые метрологические характеристики:** Метрологические характеристики, устанавливаемые нормативно-техническими документами (РМГ 29).

4 Общие положения

4.1 Цель аттестации МВИ

4.1.1 Целью аттестации МВИ является установление ее метрологических характеристик, проверка их соответствия установленной норме точности в нормативной документации на объект измерения, установление процедур контроля качества измерений, а также расчет нормативов внутреннего оперативного контроля качества результатов измерений (ОСТ 95 10430).

4.1.2 Установленные при аттестации (приписанные) метрологические характеристики используют при применении МВИ для:

а) принятия решений:

- о качестве выпускаемой продукции (под качеством продукции в настоящем стандарте понимается соответствие этой продукции ГОСТ, ОСТ, ТУ и т.п.);
- о безопасности того или иного объекта или технологического процесса;
- о совершенствовании технологических процессов;
- о возможном хищении при проведении учетных операций;
- о достоверности характеристик надежности, долговечности и работоспособности ядерных реакторов и других объектов, разрабатываемых и применяемых в отрасли и других технических решений, вытекающих из назначения МВИ;

б) обеспечения гарантированного соответствия фактических значений МХ приписанным значениям.

4.2 Источники погрешности

4.2.1 В основную расчетную формулу

$$X = f(a_1, a_2, ...a_N) \qquad (4.1)$$

для получения результата измерений по МВИ – X – входит ряд величин a_1, a_2, … a_N, каждая из которых, в свою очередь, определена с некоторой погрешностью. Погрешности определения этих величин дают вклад в погрешность результата измерений по МВИ и их необходимо учитывать при оценке погрешности МВИ.

Однако, было бы неверным оценивать погрешность МВИ, исходя только из погрешностей величин a_1, a_2, … a_N, входящих в основную расчетную формулу, поскольку (в общем случае):

- расчетная формула (4.1) не учитывает влияния ряда факторов b_1, b_2, … b_L; например, влияния процедур пробоподготовки или влияния условий испытаний;
- сама основная расчетная формула (4.1) представляет собой некоторую математическую модель, не полностью адекватную реальной ситуации, что приводит к систематической погрешности измерений;
- даже в простейшем случае прямого измерения

$$X = a \qquad (4.2)$$

характеристики объекта стандартизованным средством измерений следует учитывать, что погрешность измерения величины a в общем случае определяется не только характеристиками погрешности, но и другими МХ средства измерений.

4.2.2 В самом общем случае МВИ включает ряд процедур:

- процедуры подготовки объекта к измерениям (пробоподготовки);
- процедуры воздействия на объект испытаний (для методик выполнения измерений при испытаниях - МВИс, ОСТ 95 10351);
- процедуры подготовки средств измерений (настройка, градуировка);
- процедуры проведения измерений, в результате которых будут получены результаты промежуточных измерений (измерительных преобразований);
- процедуры обработки результатов промежуточных измерений и получение итогового результата измерений.

Для методик выполнения измерений при измерительном контроле - МВИк (ОСТ 95 10351) к этим процедурам добавляется процедура принятия решения путем сравнения результата измерений с установленными нормами.

4.2.3 Каждая из указанных в 4.2.2 процедур содержит факторы, влияющие на погрешность результатов измерений. Поэтому можно было бы классифицировать источники погрешности результатов измерений, например, так:

- погрешности, вносимые процедурами пробоподготовки;
- погрешности, вносимые процедурами градуировки;
- инструментальные погрешности;
- погрешности, обусловленные влиянием условий измерений (испытаний) и т.д.

Однако может быть и взаимное влияние факторов. Наиболее часто встречается взаимное влияние на погрешность результатов измерений состава, свойств, структуры объекта измерений, с одной стороны, и таких МХ СИ, как функции влияния и характеристики взаимодействия между объектом измерений и СИ, с другой стороны. Погрешности, обусловленные таким взаимным влиянием, часто называют «технологическими» составляющими. Примеры оценки «технологических» составляющих погрешности приведены в приложении А.

4.3 Структура и нормирование погрешности

4.3.1 Структура погрешности МВИ разных видов – по ОСТ 95 10351.

4.3.2 Для целей применения МХ МВИ (перечисление а) 4.1.2) выделяют две компоненты (характеристики) погрешности измерений Δ:

- случайную составляющую погрешности измерений в условиях сходимости $\varepsilon_{сх}$;
- неисключенную систематическую составляющую погрешности θ, характеризующую чистую воспроизводимость и правильность измерений.

В зависимости от назначения МВИ θ может быть разбита на две или более компоненты.

4.3.3 Для целей контроля МХ МВИ (перечисление б) 4.1.2) факторы, влияющие на θ, чистой воспроизводимости $f_{вс\text{-}сх}$ и правильности $f_{пр}$ могут быть разбиты на несколько групп (ОСТ 95 10289).

Возможным, но не обязательным, примером такого разбиения является разбиение $f_{вс\text{-}сх}$ на факторы, действующие внутри данной лаборатории - $f_{вс\text{-}сх,вл}$, и факторы, действующие на множестве лабораторий, применяющих рассматриваемую МВИ, - $f_{вс\text{-}сх,\ мл}$

$$f_{вс-сх} = f_{вс-сх,вл} * f_{вс-сх,мл}\ . \qquad (4.3)$$

4.3.4 Общие способы нормирования и представления МХ МВИ - по ОСТ 95 10351.

4.3.5 МХ МВИ должны быть определены во всем аттестуемом диапазоне измерений. В случае разбиения диапазона на несколько поддиапазонов приписанные значения МХ МВИ должны, как правило, различаться для соседних поддиапазонов не более чем в три раза.

Для МВИк допускается нормирование и определение характеристик погрешности не во всем диапазоне, а только вблизи границ поля контрольного допуска.

4.3.6 Требования к диапазону измерений определяются назначением МВИ, в частности, для МВИ, предназначенных для приемки продукции, диапазон измерений ($^{н}D,\ ^{в}D$) должен перекрывать поле допуска ($^{н}G,\ ^{в}G$):

$$^{н}D < {}^{н}G\ ,\ \ {}^{в}D > {}^{в}G\ .$$

4.4 Способы определения характеристик погрешности

4.4.1 Руководство по выражению неопределенностей классифицирует составляющие погрешности измерений по способу их определения на два типа. Тип А – «составляющие, которые оцениваются путем применения статистических методов», тип В - «составляющие, которые оцениваются другими способами». В настоящем стандарте используется такой же подход к классификации составляющих погрешности измерений по способу их определения.

4.4.2 Способы определения случайной составляющей погрешности измерений в условиях сходимости $\varepsilon_{сх}$

4.4.2.1 Случайная составляющая погрешности измерений в условиях сходимости $\varepsilon_{сх}$ определяется по типу А.

4.4.2.2 Основным способом определения $\varepsilon_{сх}$ является способ прямого получения серий результатов измерений (параллельных определений) величин X (4.1) и

оценки характеристик случайной составляющей погрешности по рассеиванию этих результатов. Основанием для этого способа является то обстоятельство, что в большинстве случаев влияние многих факторов (см. 4.2.1) невозможно учесть расчетным путем. Этот способ описан в разделе 5.

4.4.2.3 На сходимость результатов измерений влияют неоднородность объектов измерений (проб, образцов, единиц продукции и т.д.), химический состав (мешающие примеси), структура, а в некоторых случаях – масса, форма и размеры образца. Поэтому экспериментальные исследования сходимости результатов измерений должны, как правило, проводиться на реальных объектах, а не на стандартных образцах, которые в большинстве случаев представляют собой гомогенизированные объекты, не содержащие мешающих примесей и других влияющих факторов. Кроме того, экспериментальные исследования должны проводиться в реальных условиях применения МВИ.

Определение показателя сходимости на стандартных образцах допускается, только в том случае, если стандартные образцы идентичны реальным объектам по указанным выше влияющим факторам.

Исключение составляют МВИ, специально предназначенные для определения характеристик неоднородности распределенных параметров (см. введение).

4.4.2.4 Возможен способ косвенного определения $\varepsilon_{сх}$ путем получения серий результатов измерений отдельных величин a_i, входящих в расчетную формулу, оценки характеристик случайной составляющей погрешности каждой из этих величин $\varepsilon_{сх,ai}$, и расчета $\varepsilon_{сх}$ по правилам косвенных измерений. Этот способ также описан в разделе 5. Способ косвенного определения $\varepsilon_{сх}$ применим только в случае отсутствия влияния процедур пробоподготовки и (или) влияния условий испытаний. Недостатком способа является необходимость учета корреляции величин $\varepsilon_{сх,ai}$.

4.4.3 Определение составляющей погрешности, обусловленной факторами воспроизводимости

4.4.3.1 Погрешность, обусловленная факторами чистой воспроизводимости $f_{вс\text{-}сх}$, может быть определена разными способами:

- полностью по типу А (полностью экспериментальным способом);
- полностью по типу В (полностью расчетным способом);
- комбинированным (расчетно-экспериментальным) способом: часть погрешностей, образующих θ (далее – «влияющих» погрешностей), определяется по типу А, часть – по типу В; затем эти погрешности, рассматриваемые как случайные величины, суммируют, как случайные величины.

4.4.3.2 Достоинством способа определения θ полностью по типу А является простота математических вычислений, легко поддающихся программированию. Недостатком схемы является необходимость полной рандомизации всех факторов, влияющих на величину θ, что требует очень большого объема экспериментов. Реальный же объем экспериментов не дает гарантии полной рандомизации, что при-

водит к занижению оценки погрешности. Примером определения θ полностью по типу А является изложенная в ГОСТ Р ИСО 5725-2 схема многофакторного дисперсионного анализа (см. раздел 9).

4.4.3.3 Способ определения θ полностью по типу В применим, если:

- все факторы, влияющие на погрешность, включены в основную расчетную формулу (4.1) (являются параметрами a_1, a_2, … a_N);
- известны систематические составляющие погрешности от каждого влияющего фактора;
- погрешность от каждого влияющего фактора носит чисто систематический характер;
- расчетная формула правильно отражает реальную ситуацию.

Это случай «расчетных» методик, описанный в разделе 11.

4.4.3.4 Комбинированный (расчетно-экспериментальный) способ, описанный в разделе 6, наиболее универсален.

4.4.4 Определение составляющей погрешности, характеризующей правильность измерений

4.4.4.1 Для определения составляющей погрешности, характеризующей правильность измерений, применяют универсальные и специализированные методы:

- метод сравнения результатов измерений стандартных образцов с аттестованными значениями (универсальный метод);
- метод сравнения результатов измерений, выполненных по аттестуемой МВИ, с результатами измерений, полученными по МВИ более высокой точности (универсальный метод);
- покомпонентный метод (универсальный метод);
- метод добавок, метод разбавления, метод варьирования навески, метод добавок в сочетании с методом разбавления (для МВИ характеристик делимых веществ и материалов);
- метод экспертных оценок (для МВИ, при аттестации которых нельзя использовать ни один из указанных выше методов).

Примечание - Указанные в 4.4.4 методы описаны в разделе 7.

4.5 Достоверность оценок погрешности

4.5.1 В настоящем стандарте принят подход, аналогичный подходу МИ 1317, – вероятность того, что истинное значение составляющей погрешности превысит приписанное значение, должна быть не более 5 %.

Примечание - Понятие достоверности оценок погрешности связано с тем, что составляющие погрешности не могут быть определены абсолютно точно. Практически всегда определяются лишь их оценки. Так, например, все оценки погрешности, определенные по типу А, сами являются случайными величинами и имеют отличную от нуля дисперсию. В связи с этим возникает вопрос, а какова должна быть «погрешность оценки погрешности»? Ответ на этот вопрос связан с понятием пренебрежимо малой погрешности – относительная «погрешность оцен-

ки погрешности» составляет от 5 % до 30 %. Эти цифры неявно присутствуют во множестве нормативных документов по метрологии («неписаное правило» метрологии). Данный («консервативный») подход принят в отрасли с 1988 года и успешно себя зарекомендовал. Этот подход учитывает, с одной стороны, особенности отрасли – важность получения и использования достоверных результатов измерений. С другой стороны этот подход коррелирован с «неписаным правилом» метрологии. Практически применение «консервативного» подхода заключается в том, что при оценивании погрешностей по типу А в качестве приписанного значения составляющей погрешности берется верхняя граница соответствующего доверительного интервала для P = 0,95 (в случае СКО сходимости это обеспечивается умножением оценки выборочного СКО на коэффициент *æ*, см. раздел 5). При оценивании погрешностей по типу В, если недостаточно данных, принимается наихудший случай (в качестве приписанного значения берется верхняя оценка погрешности; если неизвестен закон распределения погрешности, распределение считается равномерным и т.д.).

4.5.2 В настоящем стандарте рассмотрено большое количество разных распределений и приведены необходимые для оценки погрешностей и контроля качества измерений квантили этих распределений.

П р и м е ч а н и е - Почти все нормативные документы по метрологии рассматривают только нормальный закон распределения исходных результатов измерений. Возникающие из-за этого «погрешности оценки погрешности» для некоторых МВИ могут достигнуть 100 %.

4.5.3 Математически строгое суммирование погрешностей, определенных по типу В, - сложная и не всегда выполнимая процедура. Поэтому с учетом 4.5.1 и 4.5.2 настоящий стандарт допускает применение приближенных расчетных способов суммирования случайных величин.

4.5.4 Доверительная вероятность при определении границ суммарной погрешности измерений должна быть не менее («по умолчанию» должна быть равна) P = 0,95. Показатель достоверности измерительного контроля должен быть не более («по умолчанию» должен быть равен) P_{baM} = 0,05.

П р и м е ч а н и е - Данное положение соответствует ОСТ 95 10351.

4.6 Взаимосвязь с другими нормативными документами

4.6.1 Настоящий стандарт использует способы нормирования и использования МХ СИ, регламентированные ГОСТ 8.009.

4.6.2 Общие подходы к определению составляющих погрешности измерений аналогичны [1].

П р и м е ч а н и е – В настоящем стандарте используется традиционный термин «погрешность». Однако без всякого ущерба для смысла этот термин можно трактовать как «неопределенность». Применительно к настоящему стандарту термин «погрешность» следует переводить на английский язык как «uncertainty» (но не как «error»).

4.6.3 Настоящий стандарт соответствует ГОСТ Р ИСО 5725-1 по общей структуре погрешности результатов измерений (допуская бóльшую гибкость в конкретном структурировании погрешности). В отличие от ГОСТ Р ИСО 5725-1 настоящий стандарт может быть применен практически для всех видов методик, используемых в отрасли. ГОСТ Р ИСО 5725-1 применим в рамках ограничений, указанных в этом стандарте с учетом отраслевых требований к достоверности оценок погрешности (4.5).

4.6.4 Настоящий стандарт гармонизирован со стандартами отрасли по МВИ - ОСТ 95 10351, устанавливающим общие требования к МВИ, ОСТ 95 10430, устанавливающим организационный порядок аттестации МВИ. Стандарт также гармонизирован с ОСТ 95 10460 - в части использования МХ МВИ (перечисление а) 4.1.2), и ОСТ 95 10289 - в части контроля качества измерений (перечисление б) 4.1.2). Стандарт содержит дополнительную информацию (значения квантилей для различных распределений погрешности), позволяющую более эффективно использовать ОСТ 95 10289.

5 Экспериментально-расчетный способ

5.1 Алгоритм исследований

Экспериментально-расчетный способ аттестации МВИ используется в случаях, когда для определения случайной составляющей погрешности МВИ используются экспериментальные данные (характеристиками случайной составляющей погрешности МВИ являются характеристики сходимости), а для определения неисключенной систематической составляющей погрешности МВИ используются как экспериментальные, так и расчетные данные, или только расчетные. При использовании этого способа аттестации весь процесс аттестации можно характеризовать следующим алгоритмом:

а) определение количества объектов аттестации в зависимости от состава и агрегатного состояния объектов. Моделирование искусственных объектов, в случае необходимости;

б) сбор архивных данных в аттестуемом диапазоне МВИ;

в) определение точек диапазона для набора статистических данных;

г) набор статистических данных;

д) обработка статистических и архивных данных:

1) определение закона распределения результатов и исключение грубых промахов;

2) расчет дисперсий для точек диапазона, в которых набиралась статистика, и расчет дисперсий по архивным данным;

3) проверка однородности дисперсий по критериям Кохрена, Бартлета, Фишера для нормального закона, или непараметрическим критериям для других законов распределения;

4) разбиение аттестуемого диапазона на интервалы, характеризующиеся одним и тем же значением дисперсии результатов измерений, или описание зависимости дисперсии от величины определяемого параметра формулой;

5) расчет верхней границы среднего квадратического отклонения и интервальной оценки случайной составляющей погрешности для интервалов, определенных в перечислении 4) перечисления д);

е) расчет неисключенной систематической составляющей погрешности МВИ (в общем случае):

1) погрешность пробоподготовки;

2) инструментальная составляющая погрешности;

3) погрешность градуировочной характеристики;

4) погрешность констант, входящих в расчетные формулы;

5) погрешность от влияющих факторов;

ж) определение значимости систематической составляющей погрешности МВИ:

1) с помощью независимой, более точной МВИ;

2) с помощью стандартных образцов;

3) методом добавок;

4) методом пропорционального изменения измеряемого параметра;

5) комбинацией методов, приведенных в перечислениях 3) и 4) перечисления ж);

6) методом экспертных оценок;

7) косвенным методом;

и) расчет суммарной составляющей погрешности для интервалов, определенных в перечислении 4) перечисления д);

к) проверка согласования норм точности, расчет приемочных значений, в случае необходимости;

л) расчет нормативов оперативного контроля МВИ.

5.2 Определение количества объектов аттестации. Моделирование искусственных объектов

В том случае, если МВИ предназначена для измерений контролируемого параметра (параметров) в нескольких видах объектов, отличающихся степенью гомогенности, а также другими факторами, которые могут повлиять на погрешность результата измерений, необходимо принять решение о том, насколько характеристики погрешности МВИ для разных объектов измерений могут отличаться друг от друга. Такое решение принимают исходя из экспериментальных данных, полученных при разработке МВИ, - сравнивают характеристики погрешности, полученные для одной и той же величины измеряемого параметра в разных объектах измерений. В случае значимого отличия (степень значимости определяют, исходя из назначения МВИ, общим критерием является положение о том, что значимое отличие - это отличие более чем в 1,3 раза), характеристики погрешности устанавлива-

ют для каждого объекта измерений. В случае если аттестация МВИ происходит одновременно с разработкой МВИ, характеристики погрешности также устанавливают для каждого объекта измерений. Если отличие характеристик погрешности МВИ для разных объектов измерений МВИ незначимо (или есть теоретические основания полагать, что они незначимы), аттестацию проводят на одном объекте измерений.

П р и м е ч а н и е – Следует также учитывать, что возможна зависимость случайной составляющей погрешности МВИ от влияющего фактора (при этом величина измеряемого параметра не меняется). Примером такого влияющего фактора может быть примесь, искажающая сигнал, или условия выполнения измерений, не обозначенные в МВИ. Например, погрешность измерений изотопного состава урана или плутония с помощью переносного гамма-спектрометра при прочих идентичных условиях зависит от того, проводится измерение контейнера на складе или в лаборатории. Соседние контейнеры на складе создают мощный фон, искажающий гамма-спектр и приводящий к существенному увеличению погрешности за счет подложки, а между тем нигде в тексте подобных МВИ фон не ограничивается, ведь при обработке спектра величина фона вычитается из величины сигнала. Значения величин погрешности, полученные при обработке результатов измерений контейнера на складе и того же контейнера в лаборатории, могут отличаться очень существенно. При аттестации необходимо предусмотреть такие влияющие факторы и исследовать их влияние. После исследования либо принимают максимально возможные погрешности, либо устанавливают зависимость характеристик погрешности от величины влияющего фактора.

На практике часто бывают случаи отсутствия объектов измерений, в которых контролируемый параметр варьируется во всем аттестуемом диапазоне. В таком случае моделируют искусственные объекты измерений с необходимыми значениями измеряемой величины. Для МВИ количественного химического анализа обычно используют добавки анализируемого компонента в пробы реального объекта измерений или разбавление реального объекта измерений. Для МВИ свойств используют моделирование измеряемого свойства (например, дефекта топливной таблетки). При этом необходимо, чтобы искусственные объекты измерений обладали теми же влияющими на характеристики погрешности факторами, что и реальные объекты измерений (например, мешающими определению примесями).

5.3 Сбор архивных данных в аттестуемом диапазоне МВИ

Архивные данные представляют собой результаты измерений реальных объектов по аттестуемой МВИ. Для статистической обработки ценность представляют результаты параллельных определений (или их аналоги). При обработке этих данных с целью определения характеристик погрешности следует учесть, что каждый из них получен в условиях сходимости. Совместная обработка результатов архивных данных представляет собой определенную сложность, т.к. СКО сходимости, полученные на малом количестве параллельных определений, имеют большую погрешность. Объединяя в одну группу СКО архивных результатов измерений, мы тем самым делаем предположение о том, что интервал значений измеряемого па-

раметра, в который входят архивные данные, можно характеризовать одним значением дисперсии. В одну группу объединяются такие СКО, для которых значения измеряемых параметров отличаются не более чем в три раза. Использовать архивные данные для аттестации МВИ следует с особой осторожностью, т.к. вследствие большой погрешности рассчитанных по ним значений СКО (из-за малого количества параллельных определений) применение к этим СКО строгого математического подхода неэффективно, и метрологу необходимо принимать решения о возможности их использования самостоятельно, опираясь на опыт и знания о методе, лежащем в основе МВИ.

5.4 Определение точек диапазона для набора статистических результатов и набор статистических данных

При аттестации набор результатов измерений (выборок, состоящих из результатов параллельных определений) проводят во всем аттестуемом диапазоне, начиная с нижней границы. Рекомендуемое значение величины измеряемого параметра в каждой последующей точке набора статистики не должно отличаться более чем в три раза от предыдущего значения. Рекомендуемое количество результатов параллельных определений в одной выборке – 20-21. Эта рекомендация не является обязательной, можно оперировать и выборками меньшего объема, но при этом следует учитывать, что при уменьшении количества параллельных определений резко возрастает погрешность оценки характеристик погрешности. Для оценки характеристик погрешности сходимости используют выборки результатов параллельных определений, полученные в результате эксперимента, проведенного специально для аттестации, или группы архивных данных. При этом следует учитывать, что для выборок большого объема термин «сходимость» условен, т.к. по крайней мере один фактор, время, меняется. Но характеристики случайной погрешности, полученные в этих условиях, все равно считаются характеристиками сходимости.

5.5 Проверка гипотезы о законе распределения

Выдвигают гипотезу о законе распределения результатов параллельных определений по МВИ, исходя из информации о природе процесса, лежащего в основе метода измерений, и средстве измерений, используемого в МВИ.

Проверяют, отвергается или нет гипотеза о законе распределения (так называемая «нуль»-гипотеза) при определенном уровне значимости критерия (т.е. вероятности ошибки). Рекомендуемый уровень значимости критерия – от 5 % до 10 %. Наиболее часто встречающиеся законы распределения - нормальный, логарифмический нормальный, равномерный, Пуассона. Возможны и другие законы распределения.

Нормальный закон является наиболее распространенным. Для проверки гипотезы о соответствии экспериментального и теоретического распределений реко-

мендовано использовать:

- для выборок с числом степеней свободы $k = n$-1 (n – количество параллельных определений в выборке) от 2 до 15 – W-критерий (приложение Б);

- для выборок с числом степеней свободы k от 15 до 50 – составной критерий по ГОСТ 8.207 (приложение В);

- для выборок с числом степеней свободы свыше 50 – χ^2–критерий.

χ^2–критерий хорошо известен и в настоящем стандарте не приводится.

Для логарифмически нормального распределения по отношению к результатам логарифмов параллельных определений применяют соответствующие критерии нормального распределения.

Для проверки гипотезы о других законах распределения рекомендовано применять критерии непараметрической статистики, в частности критерий Колмогорова, приведенный в приложении Г.

Основанием для предположения о законе распределения, помимо указанных выше соображений, могут являться гистограммы экспериментальных данных.

В таблице 5.1 приведены формулы теоретических функций распределения некоторых законов и параметры этих распределений.

Дискретное ассиметричное распределение Пуассона имеет плотность распределения $p(x) = \frac{\lambda^x}{x!} e^{-\lambda}$. Параметр λ для этого распределения является одновременно и средним значением, и, для больших $x = n$, значением дисперсии (оценка дисперсии S^2 для закона Пуассона выражается формулой $S^2 = \lambda(1 - \frac{\lambda}{n})$).

Поэтому, если при больших n среднее для выборки отличается от оценки дисперсии не более чем на 10 %, можно принимать гипотезу о распределении экспериментальных данных по закону Пуассона. По-поводу распределения Пуассона следует отметить, что хотя радиоактивный распад соответствует именно этому распределению, результаты измерений, основанные на регистрации частиц радиоактивного распада, могут не подчиняться ему из-за влияющих факторов: фактора средства измерений, геометрического фактора, эффекта самопоглощения и т.п. Поэтому нельзя априори полагать такие результаты измерений подчиняющимися закону Пуассона. Если у метролога есть основания полагать, что распределение результатов измерений подчиняется закону Пуассона, то нет необходимости проводить набор экспериментальных данных для всего аттестуемого диапазона, т.к. и точечная, и интервальная оценки погрешности могут быть вычислены непосредственно из результатов измерений. Поэтому необходим набор данных для проверки гипотезы о законе распределения в двух-трех точках аттестуемого диапазона с $n > 100$.

Гипотезу о законе распределения результатов параллельных определений проверяют во всех выбранных точках аттестуемого диапазона.

Т а б л и ц а 5.1 – Значения параметров распределений

Вид распределения	Показатель степени, α	Эксцесс, ε	Контрэксцесс, æ	Энтропийный коэффициент, k
$p(x)=\frac{1}{48}e^{-\sqrt[4]{\lvert x\rvert}}$	1/4	458	0,0467	0,085
$p(x)=\frac{1}{12}e^{-\sqrt[3]{\lvert x\rvert}}$	1/3	107,25	0,0966	0,424
$p(x)=\frac{1}{4}e^{-\sqrt{\lvert x\rvert}}$	1/2	25,2	0,199	1,35
$p(x)=\frac{1}{2}e^{-\lvert x\rvert}$ (распределение Лапласа)	1	6	0,408	1,92
$p(x)=\frac{1}{\sqrt{\pi}}e^{-x^2}$ (распределение Гаусса - нормальное)	2	3	0,577	2,066
Равномерное распределение	∞	1,8	0,745	1,73
Треугольное распределение	∞	2,4	0,645	2,02

5.6 Исключение «промахов»

В случае получения отрицательного результата при проверке гипотезы о виде закона распределения параллельных определений, выдвигается гипотеза о том, что в выборке содержится так называемый «грубый промах», т.е. результаты определения, не соответствующие обычным и попавшие в выборку совершенно случайно, в результате форс-мажорных обстоятельств. Такие результаты требуется обнаружить и исключить, но перед этим необходимо проанализировать условия и причины появления аномальных результатов и, если этот анализ не дал никаких результатов, проводить исключение (наличие отклонений может быть характерно для МВИ и в таком случае эти результаты – не «промахи»; примером таких МВИ являются МВИ с неустойчивой погрешностью). Формальным признаком промаха является его аномально большое удаление от центра распределения, оценкой которого является среднее арифметическое. Исключают результаты, не попадающие в интервал

$$\bar{x} \pm t_{гр} \cdot \sigma_{гр}, \qquad (5.1)$$

где $t_{гр}$ - коэффициент, зависящий от объема выборки, уровня значимости критерия и вида закона распределения;

$\sigma_{гр}$ - оценка СКО с учетом ее погрешности.

Методика исключения промахов для нормального распределения приведена в приложении Д, однако для распределений, отличных от нормального, ее использовать нельзя. Относительная погрешность границы отсечения промахов, прежде всего, обусловлена относительной погрешностью $\delta(\sigma)$ оценки σ и имеет близкое к ней значение. Для распределений, приведенных в таблице 5.1, при уровне значимости критерия α = 0,1 рекомендуются следующие формулы для вычисления коэффициентов, входящих в формулу (5.1)

$$t_{гр} = 1{,}55 + 0{,}8\sqrt{\varepsilon_{гр} - 1} \cdot \lg(n/10), \tag{5.2}$$

$$\sigma_{гр} = S \cdot (1 + 0{,}8\sqrt{(\varepsilon - 1)/n}), \tag{5.3}$$

$$\varepsilon_{гр} = \varepsilon \cdot (1 + 3{,}2\sqrt[4]{(\varepsilon^2 - 1)^3} / \sqrt{29n}), \tag{5.4}$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}, \tag{5.5}$$

где x_i – результат параллельного определения;

$\bar{x}$ - среднее арифметическое по выборке из x_i ;

ε - в соответствии с таблицей 5.1.

Этими же формулами можно пользоваться и для нормального закона.

Количество промахов не должно превышать 5 % от общего объема выборки, в противном случае сразу можно делать предположение о том, что реальный закон распределения отличается от проверяемого.

В случае обнаружения, промах исключается, и проверка гипотезы о виде закона распределения повторяется. В случае повторного отрицательного результата проверки, следует предположить другой закон распределения.

П р и м е ч а н и е - На практике бывают случаи, когда результаты измерений в одной выборке представляют собой совокупность из одного, двух или трех чисел, например: 5; 5; 5… или 1, 2, 1, 1, 2, … . Это может быть вызвано тем, что цена деления прибора больше случайной составляющей погрешности. Математические критерии по отношению к подобным малым выборкам дискретных случайных величин неприменимы. В таких случаях считают закон распределения равномерным, доверительные границы его определяют как размах, деленный пополам, а если все числа в выборке одинаковы, то доверительные границы случайной составляющей погрешности принимают равными цене деления, деленной пополам.

5.7 Определение выборочных дисперсий в точках

После того как определен закон распределения измеряемого параметра и исключены «грубые» промахи, вычисляют значения выборочных дисперсий и среднее квадратическое отклонение.

Дисперсия и квадратный корень из нее (СКО) являются точечными характеристиками погрешности.

СКО для любого закона распределения оценивается по формуле (5.5).

После вычисления дисперсий необходимо рассчитать относительные значения СКО для каждой k-ой выборки: $S_{rk} = \frac{S_k}{\overline{X}_k}$. После этого определяют, в каких единицах, относительных или абсолютных, будут рассчитывать характеристики погрешности МВИ, в зависимости от того, как сильно изменяются S_k или S_{rk}. Выбирают те единицы, в которых СКО менее зависит от величины измеряемого параметра, и все последующие расчеты выполняют для характеристик, выраженных в выбранных единицах.

При использовании архивных данных рекомендуется в одну группу объединять не менее m = 20 архивных дисперсий, каждая из которых получена в соответствии с МВИ. Значения СКО в группе не должны отличаться более чем в два раза. Рекомендуется, чтобы значения СКО в группе не отличались более чем в 1,3 раза. Вычисляется средняя дисперсия в k-ой выборке по формуле

$$\overline{S}_k^2 = \sum_{j=1}^{m} S_j^2 / m , \qquad (5.6)$$

где j = 1,….., m;

m - число выборок в группе,

или в относительных единицах

$$\overline{S}_{rk}^2 = \sum_{j=1}^{m} S_{rj}^2 / m . \qquad (5.7)$$

Рассчитанное таким образом значение СКО ставится в соответствие среднему по группе значению измеряемого параметра - $\overline{x}_k$. Число степеней свободы, соответствующее выборочному СКО, рассчитанному по n параллельным определениям, равно (n-1). Для СКО, полученного по архивным данным в соответствии с формулой (5.6), число степеней свободы равно (mn-m).

В результате обработки специального эксперимента или архивных данных, имеется ряд значений СКО: S_1, S_2, …, S_k, …, S_q (или их относительных значений),

соответствующих различным значениям аттестуемого диапазона МВИ X_1, X_2, ..., X_k, ..., X_q. В последующем тексте все, что относится к абсолютным СКО, если это не оговорено специально, относится и к относительным СКО. Далее метролог выбирает один из двух вариантов: либо выражать СКО для МВИ в виде функциональной зависимости $S = F(X)$, где аргумент X - величина измеряемого параметра; либо разбивать весь аттестуемый диапазон на интервалы (поддиапазоны), которые можно будет характеризовать одним общим для этого интервала значением. Если зависимость СКО от величины измеряемого параметра гладкая, то допускается аппроксимировать ее линейно-кусочной функцией. Тогда СКО для промежуточных значений величины измеряемого параметра (внутри интервала между точками) можно оценить методом линейной интерполяции.

Разбиение аттестуемого диапазона МВИ на интервалы происходит следующим образом. Значения выборочных дисперсий проверяют на однородность: для нормального закона по критериям Фишера, Кохрена или Бартлетта (см. приложение Е), для других законов распределения – по критерию Смирнова (см. приложение Ж). Для законов распределения, отличных от нормального, можно также использовать их аналоги, квантили которых приведены в таблице 5.2. Если число степеней свободы выборочных дисперсий примерно 20 (часто встречающийся случай), то в группу для проверки однородности включают дисперсии, отличающиеся не более чем в три раза. Если используется непараметрический критерий Смирнова (распределение отлично от нормального), который основан на сравнении двух статистик, то однородными признаются дисперсии, значения которых попали в интервал между значениями выборочных дисперсий, признанных однородными.

Тому интервалу значений измеряемого параметра, для которого выборочные дисперсии признаны однородными, приписывается средневзвешенное значение дисперсии по выборкам, признанным однородными, вычисленное по формуле

$$S^2_{взвеш} = \frac{\sum_{i=1}^{N} S_i^2 \cdot f_i}{\sum_{i=1}^{N} f_i}, \qquad (5.8)$$

где f_i – число степеней свободы i-той дисперсии;

N- число дисперсий, признанных однородными.

Количество степеней свободы у средневзвешенного значения дисперсии равно $k = (\sum_{i=1}^{N} f_i - N)$.

В случае отсутствия однородных дисперсий поступают следующим образом: методом наименьших квадратов (в соответствии с приложением И) строят зависи-

мость $S^2 = f(x)$ – обычно она не линейна, как правило, для аппроксимации необходим полином. Находят значения S^2_{F1}, отличающиеся от максимального значения дисперсии в количество раз, равное табличному значению критерия Фишера F для того же числа степеней свободы: $S^2_{F1} = \frac{S^2_{\max}}{F}$. По построенной зависимости находят соответствующее S^2_{F1} значение измеряемого параметра X_{F1}. Интервалу от $X_{\max}$, соответствующему $S_{\max}$, до X_{F1} приписывают значение $S^2_{\max}$. Далее проверяют на однородность по критерию Фишера значение S^2_{F1} и, следующее за максимальным, значение выборочной дисперсии S^2_2. В случае выполнения критерия интервалу от X_{F1} до X_2 приписывают средневзвешенное по S^2_{F1} и S^2_2 значение дисперсии. В случае невыполнения критерия этому интервалу приписывают значение S^2_{F1}, определяют значения X_{F2}, соответствующее выполнению критерия Фишера для дисперсий S^2_{F1} и S^2_{F2} и т.д.

В случае если метролог выбирает вариант выражения СКО в виде функциональной зависимости от величины измеряемого параметра, то она строится методом наименьших квадратов в соответствии с приложением И. При этом номером точки j является номер оценки СКО; в качестве X_j берут оценки средних значений измеряемой величины; в качестве Y_j - оценки СКО S_j; σ_{xj} принимают равными нулю; в качестве σ_{yj} - величины $S_j / \sqrt{2f_j}$. Проверяют адекватность выбранной модели функциональной зависимости СКО $S = F(X, a)$; если модель нельзя считать адекватной, выбирают другую модель. Одновременно с построением зависимости строится и ее доверительный интервал для вероятности P = 0,95: $I_X(X)$, верхнюю границу которого, описанную формулой $F(X, a) + I_X(X)$ принимают в качестве предварительной характеристики погрешности сходимости МВИ.

Примечание - Несколько вариантов построения такой зависимости приведены в ГОСТ Р ИСО 5725-2, но там отсутствует алгоритм построения доверительного интервала. Эти варианты являются частными случаями общего случая.

5.8 Расчет верхней границы среднего квадратического отклонения и интервальной оценки случайной составляющей погрешности МВИ

Если МВИ предназначена для контроля качества продукции или объектов окружающей среды, то для оценки характеристик сходимости принимают консервативный подход. Поскольку СКО сходимости, как уже отмечалось выше, оценивается с погрешностью, обусловленной ограниченным числом степеней свободы в

выборке, то в качестве характеристики сходимости принимают верхнюю границу выборочного среднего квадратического отклонения ${}^{в}S$ (или относительного СКО – ${}^{в}S_r$), которое вычисляется по формуле

$$ {}^{в}S = æ \cdot S_{взвеш.}, \qquad (5.9) $$

где $æ$ - коэффициент, зависящий от вероятности, с которой определяют доверительный интервал погрешности $S_{взвеш.}$ (обычно выбирается P = 0,95), числа степеней свободы выборочной дисперсии для различных точек диапазона $S_{взвеш.}$ и закона распределения результатов измерений.

Коэффициент $æ$ для нормального закона распределения вычисляется по формуле

$$ æ = \sqrt{k / \chi^2_{P,k}}, \qquad (5.10) $$

где P - односторонняя доверительная вероятность;

$k = (\sum_{i=1}^{N} f_i - N)$ – число степеней свободы, по которым рассчитывалось значение $S_{взвеш.}$.

Значения $æ$ для вероятности P = 0,95 для различных законов распределения приведены в приложении К.

Если СКО выражено в виде функциональной зависимости, то верхняя граница СКО выражается формулой

$$ {}^{в}S(x) = S(x) + \Delta S(x), \qquad (5.11) $$

где $\Delta S(x)$ - полуширина доверительного интервала математической модели, вычисленного по формуле (И.15)

Интервальная оценка характеристики сходимости (доверительные границы случайной погрешности МВИ в условиях сходимости) вычисляется по формуле

$$ \varepsilon = \pm G \cdot {}^{в}S / \sqrt{n}, \qquad (5.12) $$

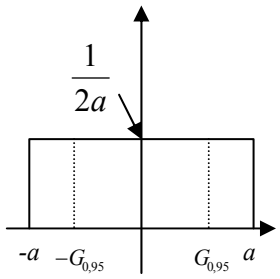
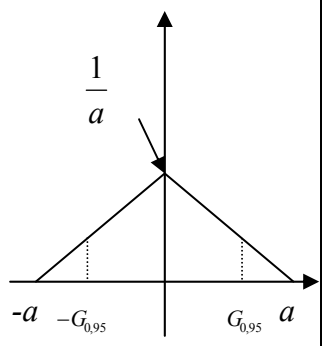
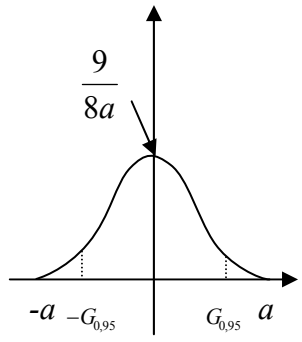
где G - коэффициент, зависящий от вида закона распределения и доверительной вероятности;

n - количество параллельных определений по МВИ.

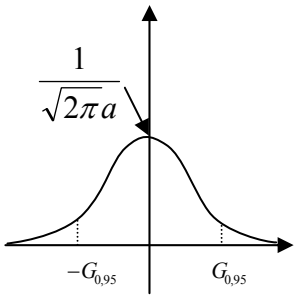
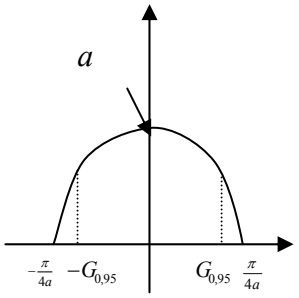
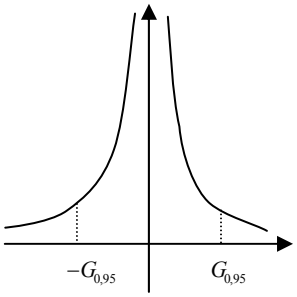
Для интервальной оценки в виде функциональной зависимости значение G умножается на функцию (5.11).

Значения G для различных законов распределения при P = 0,95 приведены в таблице 5.2.

Т а б л и ц а 5.2

Плотность распределения	Граница G_1	СКО	$G_{0,95}$	Графическое представление
Равномерный закон $f(x)=\frac{1}{2a}$	$\pm a$	$\sigma=\frac{a}{\sqrt{3}}\approx$ $\approx 0{,}577a$	$G_{0,95}=\frac{19}{20}\sqrt{3}\approx$ $\approx 1{,}645$	
Треугольный закон $f(x)=\frac{x}{a^2}+\frac{1}{a}$ $[-\alpha;0]$ $f(x)=\frac{1}{a}-\frac{1}{x^2}$ $[0;a]$	$\pm a$	$\sigma=\frac{a}{\sqrt{6}}\approx$ $\approx 0{,}408a$	$G_{0,95}=$ $=\frac{\left(10-\sqrt{5}\right)\sqrt{6}}{10}\approx$ $\approx 1{,}902$	
Колоколообразный закон $f(x)=\frac{27}{16a}\left(1+\frac{x}{a}\right)^2$ $\left[-a;-\frac{a}{3}\right]$ $f(x)=\frac{9}{8a}\left(1-\frac{3x^2}{a^2}\right)$ $\left[-\frac{a}{3};\frac{a}{3}\right]$ $f(x)=\frac{27}{16a}\left(1-\frac{x}{a}\right)^2$ $\left[\frac{a}{3};a\right]$	$\pm a$	$\sigma=\frac{a}{3}\approx$ $\approx 0{,}333a$	$G_{0,95}=$ $=3\left(1-\sqrt[3]{\frac{8}{9}(1-P)}\right)\approx$ $\approx 1{,}937$	

Продолжение таблицы 5.2

Плотность распределения	Граница G_1	СКО	$G_{0,95}$	Графическое представление
Нормальный закон $f(x)=\frac{1}{\sqrt{2\pi}a}e^{-\frac{x^2}{2a^2}}$	$\pm\infty$	$\sigma = a$	$G_{0,95} = 1{,}96$	
Косинусоидальный закон $f(x)=a\times\cos(2ax)$	$\pm\frac{\pi}{4a}$	$\sigma=\frac{\sqrt{\pi^2-8}}{4a}$ $\sigma\approx 0{,}342a^{-1}$	$G_{0,95}=$ $=\arcsin\left(\sqrt{\frac{20-\sqrt{39}}{40}}\right)\times$ $\times\frac{4}{\sqrt{\pi^2-8}}$ $G_{0,95}\approx 1{,}833$	
Экспоненциальный закон $f(x)=a\times e^{-2a\lvert x\rvert}$	$\pm\infty$	$\sigma=\frac{1}{\sqrt{2}a}$ $\sigma\approx 0{,}707a^{-1}$	$G_{0,95}=\frac{\ln(20)}{\sqrt{2}}\approx$ $\approx 2{,}118$	

В приложении Л приведены формулы для расчета коэффициента G практически для любого закона распределения (кроме закона Пуассона) в диапазоне доверительных вероятностей от 0,90 до 0,99, что дает возможность не пользоваться таблицей (удобно для программирования). В приложении М приведены значения доверительных границ для закона Пуассона при вероятности P = 0,95.

5.9 Расчет характеристики сходимости для косвенных измерений

5.9.1 При косвенных измерениях искомое значение физической величины A находят на основании результатов измерений аргументов $a_1,\ldots, a_i,\ldots, a_m$, связанных с искомой величиной уравнением $X = f(a_1, a_2, ...a_i, ...a_m)$.

Функция f должна быть известна из теоретических предпосылок или установлена экспериментально с погрешностью, которой можно пренебречь.

Основные положения установлены для оценивания косвенно измеряемой величины и погрешности результата измерений:

- при линейной зависимости и отсутствии корреляции между погрешностями измерений аргументов;
- при нелинейной зависимости и отсутствии корреляции между погрешностями измерений аргументов;
- для коррелированных погрешностей измерений аргументов при наличии рядов отдельных значений измеряемых аргументов.

5.9.2 Косвенные измерения при линейной зависимости выражаются уравнением

$$X = b_1 a_1 + b_2 a_2 + ... + b_m a_m , \qquad (5.13)$$

где b_1, b_2,…, b_m – постоянные коэффициенты при аргументах a_1, a_2,…, a_m соответственно.

Оценку среднего квадратического отклонения результата косвенного измерения $S(X)$ вычисляют по формуле

$$S(X) = \sqrt{\sum_{i=1}^{m} b_i^2 \cdot S^2\left(a_i\right)} , \qquad (5.14)$$

где $S(a_i)$ – среднее квадратическое отклонение результата измерений аргумента a_i.

5.9.3 Доверительные границы случайной погрешности результата косвенного измерения при условии, что распределения погрешностей результатов измерений аргументов не противоречат нормальным распределениям, вычисляют (без учета знака) по формуле

$$\varepsilon(p) = t_q \cdot S(X) , \qquad (5.15)$$

где t_q – коэффициент Стьюдента, соответствующий доверительной вероятности P = 1-q и числу степеней свободы $f_{эф}$, в соответствии с МИ 2083, определяемого по формуле

$$f_{эф} = \frac{\left(\sum_{i=1}^{m} b_i S^2(\widetilde{a}_i)\right)^2 - 2\left(\sum_{i=1}^{m} \frac{b_i^4 S^2(\widetilde{a}_i)}{n_i + 1}\right)}{\sum_{i=1}^{m} \frac{b_i^4 S^4(\widetilde{a}_i)}{n_i + 1}} , \qquad (5.16)$$

где $\widetilde{a}_i$ - результат измерения аргумента a_i в формуле (5.13);

m - число аргументов;

n_i – количество параллельных определений при измерении аргумента a_i;

$S(\widetilde{a}_i)$ – СКО результата измерения $\widetilde{a}_i$.

Если распределения погрешностей косвенных величин отличны от нормального, то для вычисления t_q пользуются аппроксимирующими функциями (см. приложение Л).

5.9.4 Для косвенных измерений при нелинейных зависимостях и некоррелированных погрешностях измерений аргументов используют метод линеаризации.

Метод линеаризации предполагает разложение нелинейной функции в ряд Тейлора

$$f(a_1,...,a_m) = f(\widetilde{a}_1,...,\widetilde{a}_m) + \sum_{i=1}^{m} \frac{\partial f}{\partial a_i} \Delta a_i + R , \qquad (5.17)$$

где $f(a_1,...a_m)$ - нелинейная функциональная зависимость измеряемой величины $\widetilde{A}$ от измеряемых аргументов a_i;

$\frac{\partial f}{\partial a_i}$ - первая производная от функции f по аргументу a_i, вычисленная в точке $(\widetilde{a}_1,...\widetilde{a}_m)$;

Δa_i - отклонение результата измерения аргумента a_i от его среднего арифметического;

$R = \frac{1}{2} \sum_{i,j=1}^{m} \frac{\partial^2 f}{\partial a_i \partial a_j} (\Delta a_i \Delta a_j)$ - остаточный член.

Метод может быть применен, если остаточным членом R можно пренебречь.

Остаточным членом R пренебрегают, если

$$R < 0{,}8 \sqrt{\sum_{i=1}^{m} \frac{\partial f}{\partial a_i} S^2(\widetilde{a}_i)} , \qquad (5.18)$$

где $S(\widetilde{a}_i)$ - среднее квадратическое отклонение случайных погрешностей результата измерения a_i аргумента.

Для вычисления остаточного члена R выбирают наихудшие значения погрешностей.

Среднее квадратическое отклонение случайной погрешности результата косвенного измерения $S(X)$ вычисляют по формуле

$$S(X) = \sqrt{\sum_{i=1}^{m} \left(\frac{\partial f}{\partial a_i} \right)^2 S^2(\widetilde{a}_i)} \,. \qquad (5.19)$$

5.9.5 Доверительные границы случайной погрешности результата косвенного измерения при условии, что распределения погрешностей результатов измерений аргументов не противоречат нормальным распределениям, вычисляют так же, как при косвенных измерениях при линейной зависимости аргументов, подставляя вместо коэффициентов $b_1, b_2, \ldots, b_m$ первые производные $\partial f / \partial a_i$.

При наличии корреляции между погрешностями измеряемых параметров, значение среднего квадратического отклонения вычисляется по формуле

$$S(\widetilde{A}) = \sqrt{\sum_{i=1}^{m} \left(\frac{\partial f}{\partial a_i} \right)^2 \cdot S^2(\widetilde{a}_i) + \sum_{i=1}^{m} \sum_{j=1}^{m} r_{ij} \cdot (\frac{\partial f}{\partial a_i}) \cdot (\frac{\partial f}{\partial a_j}) \cdot S(a_i) \cdot S(a_j)} \,, \qquad (5.20)$$

где коэффициент корреляции

$$r_{ij} = \frac{\sum_{i=1, j=1}^{m} (a_i - \widetilde{a}_i) \cdot (a_j - \widetilde{a}_j)}{(n-1) \cdot S(\widetilde{a}_i) \cdot S(\widetilde{a}_j)} \qquad (5.21)$$

6 Установление неисключенной систематической составляющей погрешности (чистой воспроизводимости)

6.1 Общая схема

6.1.1 Если в соответствии с 4.4.3.1 определены все факторы, значимо влияющие на систематическую составляющую погрешности, и определены характеристики распределений «влияющих» погрешностей (см. 4.4.3.1), рассматриваемых как случайные величины, то могут быть вычислены и характеристики распределения систематической составляющей погрешности. Наиболее часто используют приближенные способы оценки систематической погрешности, вычисляя ее математическое ожидание M и доверительные границы G по формулам

$$M = \sum_{i=1}^{N} \frac{\partial f}{\partial a_i} M_i + \sum_{k=1}^{L} M_k \,, \qquad (6.1)$$

$$G = K_{\Sigma} \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^{N}\left[\frac{\partial f}{\partial a_i}\sigma_i\right]^2 + \sum_{k=1}^{L}\sigma_k^2}\ , \qquad (6.2)$$

где M_i и M_k - математические ожидания;

σ_i и σ_k – СКО, σ_i^2 и σ_k^2 – дисперсии «влияющих» погрешностей;

N - количество величин a_i, входящих в основную расчетную формулу (4.1);

L - количество факторов b_k, не входящих в основную расчетную формулу, но влияющих на погрешность измерений (4.2.1).

Коэффициент K_{Σ} зависит от принятой доверительной вероятности («по умолчанию» P = 0,95, см. 4.5.5), вида распределений «влияющих» погрешностей и способов выражения их границ. Если все влияющие погрешности имеют одно и тоже распределение, то вместо СКО можно использовать границы «влияющих» погрешностей. В часто встречающемся на практике случае, когда распределения всех «влияющих» погрешностей равномерные с математическими ожиданиями, равными нулю и границами $\pm\,\theta_i$, хорошее приближение дает формула (6.2), в которой вместо СКО подставлены значения границ влияющих погрешностей, а коэффициент K_{Σ} принимают равным 1,1 для вероятности P = 0,95 (ГОСТ 8.207).

«Влияющие» погрешности, рассматриваемые как случайные величины, не должны быть взаимно коррелированны. В противном случае формула (6.2) должна включать корреляционные члены. Пример исключения корреляции приведен в А.8 (приложение А).

6.1.2 В тексте МВИ основная расчетная формула может быть приведена в сокращенном виде. Поэтому необходимо учитывать, что некоторые из величин a_i в свою очередь могут являться функциями других величин. Например, определяемый при механических испытаниях предел прочности равен

$$\sigma_{в} = F_{\max} / S\ , \qquad (6.3)$$

где F_{max} - максимальная нагрузка;

S - площадь сечения образца, равная (для плоских образцов)

$$S = A \cdot B\ , \qquad (6.4)$$

где A – ширина образца;

B – толщина образца.

6.1.3 Значения некоторых из величин a_i могут быть определены заранее, до выполнения измерений (например, величина ускорения свободного падения, объем мерной колбы). Значения других величин могут измеряться при выполнении измерений. В первом случае в качестве границ «влияющих» погрешностей надо брать суммарную погрешность определения этих величин, во втором случае – только

систематическую составляющую.

6.1.4 Математическое ожидание M систематической составляющей погрешности в случае значимости его величины можно ввести с обратным знаком как поправку к результатам измерений. В этом случае соответственно должен быть скорректирован текст МВИ. Если не вводить поправку, то надо учитывать, что тогда границы суммарной погрешности будут асимметричными, что неудобно при практическом использовании.

Примечание - Математическое ожидание M может оказаться отличным от нуля по разным причинам, например, из-за того, что присутствие в пробе мешающего элемента приводит к завышению результатов измерений. Величина M по сути представляет исключаемую систематическую погрешность, но в общем случае, не всю. Во многих случаях при аттестации МВИ необходимо экспериментальное установление показателя правильности МВИ (оценка значимости систематической погрешности МВИ), см. раздел 7.

6.1.5 В случае, если нет никаких сведений о распределении «влияющей» погрешности, ее распределение принимают равномерным с пределами, равными установленным при ее оценке значениям.

6.1.6 Для целей оценки «влияющих» погрешностей удобно разбить факторы, приводящие к погрешности результата измерений, на несколько групп:

- погрешности входящих в расчетную формулу величин, считаемых константами;
- инструментальные погрешности измерений;
- погрешности градуировки (настройки) средств измерений;
- погрешности от влияющих факторов.

6.2 Определение погрешности величин, считаемых константами

6.2.1 Такими величинами могут быть мировые константы (например, гравитационная постоянная), справочные данные о составе и свойствах веществ и материалов (например, зависимость плотности воды от температуры, коэффициент линейного расширения стали).

6.2.2 Источник информации о величинах, считаемых константами, должен содержать сведения о погрешности определения этих величин - Δ_{con}.

6.2.3 Если источник информации о величинах, считаемых константами, не содержит сведений о распределении погрешности, оно считается равномерным с математическим ожиданием, равным нулю, и пределами, равными $\pm \Delta_{con}$, $P = 1$.

6.2.4 В отчете (протоколе) об аттестации МВИ обязательна ссылка на источник информации.

6.3 Определение инструментальной составляющей погрешности измерений

6.3.1 Предварительные замечания

Инструментальная (приборная) составляющая погрешности представляет собой погрешность средства измерений в реальных условиях его применения. В соответствии с ГОСТ 8.009 инструментальная составляющая погрешности (ИСП) описывается моделью

$$\Delta_{инстр} = \Delta_{ос} * \Delta_{о} * \Delta_{он} * (\sum_{i=1}^{l} \Delta_{СИ}) * \Delta_{дин} , \qquad (6.5)$$

где $\Delta_{ос}$ – систематическая составляющая погрешности СИ (основная);

$\Delta_{о}$ – случайная составляющая погрешности СИ (основная);

$\Delta_{он}$ – характеристика случайной составляющей погрешности от гистерезиса;

$\sum_{i=1}^{l} \Delta_{СИ}$ – объединение дополнительных погрешностей $\Delta_{СИ}$ СИ, обусловленных действием влияющих величин и неинформативных параметров входного сигнала СИ, определяющих взаимодействие СИ с объектом измерений;

$\Delta_{дин}$ – динамическая погрешность СИ, обусловленная влиянием скорости (частоты) изменения входного сигнала СИ.

Примечание - Символом * здесь обозначено объединение составляющих погрешности СИ. В зависимости от способов нормирования МХ СИ способы объединения могут быть разными: от арифметического суммирования до сложения как случайных величин.

В общем случае расчет ИСП по формуле (6.5) сложен; для разных видов СИ имеет свои особенности, но в общем случае возможен, если комплекс нормируемых МХ СИ соответствует требованию ГОСТ 8.009, т.е. комплекс МХ СИ должен быть достаточен для определения результатов измерений и расчетной оценки с требуемой точностью характеристик инструментальных составляющих погрешностей измерений, проводимых с помощью СИ данного вида или типа в реальных условиях применения.

Основные способы расчета ИСП приведены в методическом материале по применению ГОСТ 8.009, поэтому в настоящем стандарте рассматриваются только наиболее часто встречающиеся при аттестации МВИ способы расчета (в частности, не рассматриваются динамические характеристики СИ и гистерезис).

Учитывая ситуацию со средствами измерений, описанную во введении, начальным этапом аттестации МВИ должна являться метрологическая экспертиза технической документации (ТД) на применяемые СИ. В случае соответствия

комплекса нормируемых МХ СИ требованиям ГОСТ 8.009 задачей метролога при аттестации МВИ является расчет ИСП измерений в реальных условиях применения, регламентированных аттестуемой МВИ.

В противном случае метролог при аттестации МВИ должен сначала определить отсутствующие МХ СИ, чтобы комплекс МХ соответствовал требованиям ГОСТ 8.009, а затем рассчитать ИСП. Поэтому в данном разделе приводятся основные способы определения МХ СИ, наиболее часто отсутствующие в технической документации на СИ, а затем способы расчета погрешности, обусловленной этими МХ.

Наиболее трудной задачей является определение характеристик взаимодействия СИ с объектом измерений. В общем случае даже нормирование характеристик взаимодействия СИ с объектом измерений (не говоря о расчете ИСП) представляет значительную трудность. В этих случаях проводят специальные исследования и определяют дополнительную погрешность, обусловленную этими характеристиками. Примеры определения такой дополнительной погрешности приведены в А.6, А.7 (приложение А).

6.3.2 Основная систематическая составляющая погрешности СИ

6.3.2.1 Основная систематическая составляющая погрешности $\Delta_{ос}$, как правило, всегда нормируется в ТД на СИ. При экспертизе ТД на СИ необходимо учесть особенности, изложенные в 6.3.2.2 – 6.3.2.4.

6.3.2.2 Если в ТД нормируется и контролируется при поверке (калибровке) только «суммарная» погрешность СИ при значимой случайной составляющей, ТД, включая методику поверки, целесообразно переработать, в результате чего должны быть установлены раздельные нормы на систематическую и случайную составляющие погрешности в соответствии с ГОСТ 8.009. В случае невозможности этого, за систематическую составляющую, поскольку она неизвестна, принимают «суммарную» погрешность, что приведет к завышению погрешности МВИ.

Примечание – По ГОСТ 8.009 «суммарную» погрешность СИ нормируют только в случае незначимости случайной составляющей погрешности.

6.3.2.3 Если в ТД систематическая составляющая погрешности нормирована в виде симметричных пределов ($\pm\ \Delta_{ос}$), то для целей дальнейших расчетов ее распределение считается равномерным с математическим ожиданием, равным нулю, и пределами, равными ($\pm\ \Delta_{ос}$) при P = 1.

6.3.2.4 Если в ТД систематическая составляющая погрешности нормирована в виде асимметричных пределов ($-\Delta_{ocL}$, $+\Delta_{ocR}$), то для целей дальнейших расчетов ее распределение считается равномерным с математическим ожиданием, равным $M = (\Delta_{ocR} - \Delta_{ocL})/2$, и пределами, равными $\pm(\Delta_{ocR} + \Delta_{ocL})/2$ при P = 1.

6.3.2.5 Если в ТД систематическая составляющая погрешности нормирована для данного типа СИ в виде математического ожидания $M[\Delta_{ос}]$ и СКО $\sigma[\Delta_{ос}]$, то

для дальнейших расчетов ее распределение считается колокольным с математическим ожиданием, равным $M = M[\Delta_{oc}]$, и пределами, равными ($\pm 1{,}937 \cdot \sigma[\Delta_{oc}]$) при P = 0,95.

6.3.3 Случайная составляющая погрешности СИ

6.3.3.1 Для СИ, у которых случайная составляющая погрешности зависит от времени, в течение которого ГОСТ 8.009 предусматривает нормирование наряду с пределом $\sigma[\Delta_o]$ допускаемого СКО еще и автокорреляционной функции или функции спектральной плотности, зная которые можно рассчитать ИСП, эту характеристику нормируют очень редко. Но, тем не менее, если они не нормированы, то можно разделить случайную составляющую на две легко экспериментально определяемые компоненты – высокочастотную (в условиях сходимости) и низкочастотную - временной дрейф СИ, знание которых также позволяет рассчитать ИСП.

6.3.3.2 Для определения временного дрейфа СИ в течение характерного периода времени применения СИ (как правило, рабочей смены) проводят m = 4-8 серий измерений по n измерений в серии, вычисляют средние значения $\overline{X}_k$ и СКО σ_k величины выходного сигнала для каждой (k-ой) серии и определяют индексы *max* и *min*, соответствующие максимальному и минимальному по всем сериям значениям $\overline{X}_k$.

6.3.3.3 Временной дрейф СИ считают незначимым, если при $n \geq 20$

$$R = \overline{X}_{\max} - \overline{X}_{\min} < t_{0,95,n-1}\sqrt{(\sigma^2_{\max} + \sigma^2_{\min})/n}\,, \qquad (6.6)$$

где $t_{0,95,n\text{-}1}$ – квантиль распределения Стьюдента для P = 0,95 (или его аналога, если исходное распределение не является нормальным) с (n-1) степенями свободы.

В противном случае временной дрейф СИ считают равным R.

6.3.3.4 Для целей дальнейших расчетов распределение временного дрейфа считается равномерным с математическим ожиданием, равным нулю, и пределами, равными ($\pm R/2$) при P = 1.

Примечание – Временной дрейф включается в неисключенную систематическую составляющую погрешности, поскольку его действие происходит в течение достаточно длительного времени и не соответствует условиям сходимости.

6.3.3.5 При отсутствии сведений о функции преобразования СИ временной дрейф определяют не менее чем в трех точках – в начале, середине и конце диапазона измерений. Если известно, что функция преобразования СИ линейная или описывается двумя параметрами, временной дрейф определяют в двух точках – в начале и конце диапазона измерений. Если известно, что функция преобразования СИ линейная и проходит через начало координат, временной дрейф достаточно

определить в одной точке – в конце диапазона измерений.

6.3.4 Дополнительные погрешности, обусловленные влияющими факторами

6.3.4.1 Чаще всего нормируются функции влияния на систематическую составляющую погрешности (или дополнительная систематическая составляющая погрешности), поэтому здесь рассмотрена именно эта ситуация (возможно нормирование функций влияния и на случайную составляющую, см. ГОСТ 8.009).

6.3.4.2 Если в ТД на СИ нормированы дополнительные погрешности, обусловленные влияющими факторами, и условия применения МВИ таковы, что диапазон значений влияющего фактора выходит за пределы нормальных условий, то основную погрешность $\Delta_{ос}$ арифметически суммируют с дополнительной погрешностью $\Delta_{СИ}$. Для целей дальнейших расчетов распределение суммы считается равномерным с математическим ожиданием, равным нулю, и пределами, равными $\pm (\Delta_{ос} + \Delta_{СИ})$, P = 1.

Пример – В ТД на СИ нормирована основная систематическая составляющая погрешности - $\Delta_{ос}$ ***= ± 1 % при температуре (20 ± 2)*** ^{o}***C, и дополнительная погрешность, обусловленная влиянием температуры окружающей среды в пределах (20 ± 10)*** ^{o}***C,*** $\Delta_{СИ}$ ***= ± 0,5 %. Возможное изменение температуры по условиям применения МВИ составляет (20 ± 6)*** ^{o}***C. Систематическую составляющую погрешности принимают равной*** Δ_{c} ***= ± 1,5 %.***

6.3.4.3 Если в ТД на СИ нормированы функции влияния $\psi(\zeta-\zeta_0)$ (ζ - влияющий фактор; ζ_0 - его номинальное значение), то основную погрешность арифметически суммируют с частью дополнительной погрешности, определяемой значениями функции влияния в крайний точках диапазона значений влияющего фактора.

Пример – Те же условия, что и в предыдущем примере, но вместо дополнительной погрешности нормирована линейная функция влияния температуры окружающей среды t, ^{o}***C, в пределах (20 ± 10)*** ^{o}***C:***

$$\psi(\zeta-\zeta_0) = b\cdot(\zeta-\zeta_0) = \pm\, 0{,}05\cdot(t-20)\ \%. \qquad (6.7)$$

Если возможное изменение температуры по условиям применения МВИ составляет (20 ± 6) ^{o}***C, то систематическую составляющую погрешности принимают равной ± 1,3 %.***

6.3.4.4 Рассмотренный в 6.3.4.3 пример предполагает детерминированный характер отклонений влияющего фактора ζ от номинального значения ζ_0. В некоторых случаях изменения влияющего фактора при проведении измерений можно рассматривать как случайные с плотностью распределения $\varphi(\zeta)$. Тогда, зная функцию влияния $\psi(\zeta)$, необходимо вычислить функцию распределения дополнитель-

ной погрешности. В дальнейшем дополнительную погрешность суммируют с другими составляющими систематической погрешности, рассматривая ее как случайную величину (6.1.1).

Пример – В простейшем случае линейной функции влияния сразу можно вычислить математическое ожидание $M(\Delta_{СИ})$ и дисперсию $D(\Delta_{СИ})$ дополнительной погрешности от изменений температуры, которые соответственно равны

$$M(\Delta_{СИ}) = b \times \int_{-\infty}^{+\infty} \varphi(\zeta) \cdot \zeta \, d\zeta \qquad (6.8)$$

$$D(\Delta_{СИ}) = b^2 \times \int_{-\infty}^{+\infty} \varphi(\zeta) \cdot (\zeta - M(\Delta_{СИ}))^2 d\zeta \qquad (6.9)$$

Пусть для рассмотренного выше примера влияющий фактор (температура) распределен нормально с математическим ожиданием 20 °С и СКО 3 °С; коэффициент b, определяющий функцию влияния, также равен 0,05 %. Тогда, вычисляя интегралы, получим математическое ожидание дополнительной погрешности $M(\Delta_{СИ}) = 0$, а СКО $\sigma(\Delta_{СИ}) = \sqrt{D(\Delta_{СИ})} = 0{,}15$ °С.

Если же распределение влияющего фактора равномерное, то будет получен тот же результат, что и в 6.3.4.3.

6.3.5 Дополнительные погрешности, обусловленные взаимодействием с объектом измерений

6.3.5.1 Характеристики взаимодействия с объектом измерений можно разделить на две группы:

а) характеристики, приводящие к дополнительным погрешностям, зависящим как от значений этих характеристик, так и от свойств объекта измерений;

б) характеристики, значения которых должны приводиться вместе с требованиями к измеряемому параметру, поскольку без их указания последний не имеет смысла.

6.3.5.2 Примером характеристики по перечислению б) 6.3.5.1 является размер зоны усреднения при измерениях распределенных параметров. Например, требование к однородности распределения урана по длине твэла может быть сформулировано как: «Локальная (усредненная на длине 10 мм) линейная плотность урана должна быть…», и без указания длины зоны усреднения это требование не имеет смысла: при разных ее значениях, естественно, будут разными и погрешности измерений. Размер зоны усреднения может быть не только линейным, но и двумерным (площадь зоны усреднения – при измерениях плоскостных параметров) и трехмерным (объем или масса пробы – для МКХА).

Значения таких характеристик обычно фиксируют и определяют их при аттестации МВИ, а характеристики погрешности измерений определяют при фиксированных значениях этих характеристик. Поэтому здесь такие характеристики не рассматриваются.

6.3.5.3 Определение дополнительных погрешностей, обусловленных взаимодействием с объектом измерений, представляет собой задачу, для которой в общем виде невозможно сформулировать алгоритм. Наиболее часто встречаются следующие способы определения дополнительных погрешностей:

- эксперимент на образцах продукции (или стандартных образцах), имеющих крайние значения характеристик состава или свойств, оказывающих влияние на результаты измерений данным СИ;

- исследование неоднородности образцов продукции по влияющей характеристике состава или свойств.

Некоторые примеры оценки таких погрешностей приведены в приложении А.

6.3.6 Простые примеры для СИ широкого применения

6.3.6.1 Меры

Для мер (гири, мерные колбы, магазины сопротивлений и т.д.) нормируется номинальное значение меры и погрешность его воспроизведения $\pm \Delta_м$. Остальные МХ нормируют очень редко. Поэтому распределение погрешности принимают равномерным с математическим ожиданием, равным нулю, и пределами, равными ($\pm \Delta_м$) при P =1.

6.3.6.2 Весы

ГОСТ 24104 предусматривает нормирование погрешности (суммарной) и СКО случайной погрешности, не позволяя выделить систематическую составляющую погрешности. Поэтому за систематическую составляющую погрешности весов принимается их суммарная погрешность.

6.3.6.3 Средства линейно-угловых измерений

Погрешность стандартизованных средств линейно-угловых измерений (штангенциркули, микрометры, рычажные скобы и т.д.) представляет собой погрешность нанесения мерных делений. Эту величину и следует брать в качестве систематической составляющей погрешности. Если необходимо оценить погрешность измерений, то в случае измерений размеров объектов, изготовленных из металла, надо использовать значения погрешностей, приведенные в ГОСТ 8.051, которые учитывают погрешность отсчета, а также погрешности средств настройки (концевых мер длины). Однако, в случае измерений неоднородных объектов эти значения использовать нельзя (см. А.7, приложение А).

6.3.7 Простые нестандартизованные СИ

Во многих МВИ применяются нестандартизованные СИ, которые в соответствии с ОСТ 95 10351 могут не проходить испытания с целью утверждения типа и не поверяться. Такие СИ являются неотъемлемой частью МВИ и аттестуются вместе с МВИ. В этих случаях допускается вместо нормирования МХ этих СИ в соот-

ветствии с ГОСТ 8.009 нормирование и определение при аттестации инструментальных составляющих погрешности в реальных условиях применения данного СИ, указанных в МВИ.

6.3.8 Оценка погрешности измерительного преобразования, осуществляемого программным средством

6.3.8.1 В некоторых случаях в разработанных нестандартизованных СИ применяются программные средства, осуществляющие измерительные преобразования. При необходимости оценки погрешности таких преобразований практически единственным способом является программное моделирование входного сигнала с известными метрологу параметрами (например, в виде файлов, содержащих модельные спектры или изображения) и сравнения выходного сигнала с этими параметрами.

6.3.8.2 Таким способом могут быть исследованы как систематическая, так и случайная составляющие погрешности. Для исследования случайной составляющей погрешности необходимо вносить во входной сигнал случайный шум с известными параметрами.

6.3.8.3 Примером таких исследований является оценка систематической составляющей погрешности измерений, обусловленной некорректностью алгоритма обработки бинарной сетки границ зерен в методике выполнения измерений среднего размера зерна в топливных таблетках – см. ОСТ 95 10289 (раздел Б.2, приложение Б). Часто такие исследования проводятся при оценке погрешностей средств обработки спектров в спектрометрических методиках. Путем программного моделирования спектров с различным уровнем шумов, содержащих линии с разным разрешением, разной амплитудой и т.д., можно провести исследования метрологических характеристик (систематической и случайной составляющих погрешности, функций влияния содержания мешающих элементов, разрешения спектрометра и т.д.) программных средств обработки спектров.

6.4 Погрешности градуировки СИ

6.4.1 Во многих МВИ применяются СИ, требующие градуировки. Задачей градуировки является построение градуировочной характеристики – функциональной зависимости выходного сигнала СИ от величины входного сигнала. Источником входного сигнала (ИВС) могут быть аттестованные значения стандартных образцов, мер, аттестованных смесей и т.д. В дальнейшем градуировочная характеристика используется или для получения результатов измерений, или для внесения в них поправок, исключающих систематическую составляющую погрешности. Для методик контроля (МВИк) градуировочная характеристика используется для правильного установления величины выходного сигнала, соответствующей границе поля контрольного допуска. Если строится индивидуальная градуировочная характеристика данного СИ, то необходимо оценить погрешность ее построения.

6.4.2 В общем случае на погрешность градуировочной характеристики влияют следующие факторы:

а) неправильность математической модели (вид функции, описывающей градуировочную характеристику);

б) погрешности источника входного сигнала;

в) погрешности определения величин выходного сигнала;

г) возможная некорректность алгоритма построения градуировочной характеристики.

6.4.3 Для построения градуировочной характеристики обычно в нескольких точках диапазона, задаваемых аттестованными значениями ИВС (стандартных образцов, мер, аттестованных смесей и т.д.; совокупность ИВС, используемых для градуировки, далее называется комплектом ИВС), - X_j проводят многократные измерения величины выходного (аналитического) сигнала Y_{jk}, вычисляют их средние значения Y_j

$$Y_j = (1/L)\sum_{k=1}^{L} Y_{jk} \ , \qquad (6.10)$$

где j – порядковый номер точки диапазона: j = 1, 2, ……, n (n – количество точек диапазона);

k – порядковый номер результата измерений величины выходного сигнала в данной точке диапазона;

L – количество результатов измерений в данной точке диапазона,

и по полученным парам значений (X_j, Y_j) строят градуировочную характеристику.

6.4.4 Выполняют процедуры по 6.4.3 в соответствии с аттестуемой МВИ (величины k и L должны быть равны значениям, регламентированным МВИ) и вычисляют СКО средних значений Y_j по формуле

$$\sigma_{yj} = \sqrt{\frac{1}{L(L-1)}\sum_{k=1}^{L}(Y_{jk} - Y_j)^2} \qquad (6.11)$$

6.4.5 Определение некоррелированных СКО σ_{xj} значений X_j

6.4.5.1 Для корректной оценки погрешности градуировочной характеристики СКО σ_{xj} должны быть некоррелированны. На практике погрешности ИВС, используемых для градуировки, коррелированны почти всегда. Пример разделения погрешности ИВС на общую, одинаковую для всего комплекта ИВС - $\delta_{общ}$, - и индивидуальные, некоррелированные друг с другом, погрешности каждого ИВС комплекта - δ_j , приведен в ОСТ 95 10597 (раздел 7).

6.4.5.2 СКО σ_{xj} значений X_j вычисляют по формуле

$$\sigma_{xj} = \delta_j / 1{,}96 . \qquad (6.12)$$

6.4.5.3 Если разделить погрешность ИВС невозможно вследствие недостатка информации, то для всех ИВС некоррелированные СКО σ_{xj} полагают равными нулю, а в качестве общей погрешности комплекта ИВС берут максимальное значение

$$\delta_{общ} = \max\{\delta_j\}. \qquad (6.13)$$

6.4.6 Обработка данных в соответствии с алгоритмом, приведенным в приложении И

6.4.6.1 Если в ТД на МВИ приведен вид градуировочной характеристики в аналитическом виде, алгоритм ее построения соответствует описанному в приложении И и метрологу доступны значения Y_{jk}, выраженные в единицах величины выходного сигнала, то в качестве модельной функции $Y = F(X,a)$ принимают функцию, приведенную в МВИ. В противном случае - см. 6.4.7.

6.4.6.2 Вычисляют в нескольких точках диапазона в соответствии с приложением И значения ширины доверительного интервала $I_x(X)$ для P = 0,95, выраженные в единицах измеряемой величины.

6.4.6.3 Вычисляют в нескольких точках X диапазона величину

$$\theta_{гр}(X) = \sqrt{\delta_{общ}^2 + I_x^2(X)} , \qquad (6.14)$$

где $\delta_{общ}$ - общая погрешность комплекта ИВС (см. 6.4.5);

$I_x(X)$ - ширина доверительного интервала для градуировочной характеристики (см. И.15, приложение И).

Для целей дальнейшего рассмотрения погрешность градуировки считают распределенной нормально с математическим ожиданием, равным нулю, и шириной доверительного интервала, равной $\theta_{гр}(X)$.

6.4.6.4 Описанный алгоритм учитывает все влияющие на погрешность градуировки факторы, описанные в 6.4.2, за исключением низкочастотной случайной составляющей выходного сигнала, т.е. временного дрейфа, который определяют по 6.3.3.

6.4.7 Случай недоступности алгоритма построения градуировочной характеристики

6.4.7.1 Если алгоритм построения градуировочной характеристики скрыт от метролога, или отличен от описанного в приложении И, то сначала градуируют прибор (установку) в соответствии с МВИ, а затем выполняют операции 6.4.3 при

количестве ИВС n не менее трех. В этом случае величины выходного сигнала по сути будут являться результатами измерений аттестованных значений ИВС. Для дальнейших расчетов в качестве величин Y_j берут разности между средними значениями, вычисленными по формуле (6.1), и аттестованными значениями ИВС X_j, т.е. в этом случае новые значения величин Y_j будут представлять собой оценки погрешности градуировки в нескольких точках диапазона.

6.4.7.2 В качестве модельной функции принимают линейную функцию $Y = kX + b$. Возможно и более детальное исследование, предполагающее иную модельную функцию, однако в большинстве случаев линейной модели оказывается достаточно. Полученные значения параметров линейной функции k и b в этом случае будут представлять собой соответственно оценки пропорциональной и постоянной систематической погрешности градуировки, а сама функция $Y = kX + b$ дает оценку зависимости математического ожидания погрешности градуировки от измеряемой величины.

6.4.7.3 Если значения параметров линейной функции не превышают соответствующие погрешности, вычисляемые по формуле (И.13) (приложение И)

$$|k| \le \varepsilon_k , \tag{6.15}$$

$$|b| \le \varepsilon_b , \tag{6.16}$$

то систематическая погрешность градуировки является незначимой и ее не учитывают.

6.4.7.4 Значимость систематической погрешности градуировки может быть обусловлена либо факторами, указанными в перечислении а) или г) 6.4.2, или временным дрейфом. Для выяснения причин значимости необходимо оценить временной дрейф R по 6.3.3.2-6.3.3.5. Если в начале, средине и конце диапазона выполняется условие

$$|kX + b| \le R , \tag{6.17}$$

то значимость систематической погрешности обусловлена временным дрейфом и ее не учитывают при дальнейших расчетах (но учитывают дрейф), принимая математическое ожидание равным нулю. В противном случае систематическая погрешность градуировки считается значимой и ее математическое ожидание принимают равным $kX+b$.

6.4.7.5 Ширину доверительного интервала погрешности градуировки вычисляют по 6.4.6.2, 6.4.6.3.

П р и м е ч а н и е - Для того, чтобы оценить погрешность градуировки, обусловленную неправильностью математической модели и некорректностью алгоритма построения градуиро-

вочной характеристики (перечисления а), г) 6.4.2), необходимо, чтобы количество ИВС было больше количества параметров, описывающих модельную функцию: $n > m$ (см. приложение И). Но во многих случаях разработчики методик предусматривают для градуировки количество ИВС равным количеству параметров: $n = m$. Это допустимо, но при аттестации условие $n > m$ должно быть выполнено. Равенство $n = m$ допускается только, если для применяемого СИ погрешность преобразования известна и указана в ТД.

6.4.7.6 Пример оценивания погрешности построения градуировочной характеристики приведен в приложении Н.

6.5 Погрешности от влияющих факторов

6.5.1 Исследование погрешностей от влияющих факторов, как правило, представляет собой самостоятельную задачу.

6.5.2 Наиболее часто исследуют влияние фактора при его граничных значениях, т.е. оценивают погрешность при номинальном (среднем) значении влияющего фактора, максимальном и минимальном значениях. В этом случае алгоритм оценивания аналогичен описанному в 6.3.4 для СИ (единственная разница заключается в том, что для СИ предполагаются функции влияний внешних условий, например, температуры воздуха, напряжения питания сети и т.д., а для МВИ влияющие факторы более разнообразны).

6.5.3 В простейшем случае проводят n измерений (параллельных определений) значения определяемого параметра при минимально допустимом значении влияющего фактора f_{min} - $A_{min,i}$ и n измерений при максимально допустимом значении влияющего фактора f_{max} - $A_{max,i}$. Все измерения следует проводить в одинаковых условиях при фиксированных значениях остальных влияющих факторов.

Вычисляют значения

$$A_{\min} = \frac{\sum_{i=1}^{n} A_{\min,i}}{n}, \tag{6.18}$$

$$A_{\max} = \frac{\sum_{i=1}^{n} A_{\max,i}}{n}, \tag{6.19}$$

$$\frac{\Delta_A}{\Delta_{f_i}} = \left| \frac{A_{\max} - A_{\min}}{f_{\max_i} - f_{\min_i}} \right|, \tag{6.20}$$

Значение погрешности от влияющего фактора θ_ϕ определяется по формуле

$$\theta_{\phi} = \frac{1}{2} \cdot \frac{\Delta_A}{\Delta_{fi}} \cdot \Delta_{g\phi} \ , \tag{6.21}$$

где $\Delta_{g\phi}$ - допускаемое методикой варьирование влияющего фактора.

При этом необходимо, чтобы величины

$$E_{A\max} = 2\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(A_{\max,i} - A_{\max})^2}{n(n-1)}} \ , \tag{6.22}$$

$$E_{A\min} = 2\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(A_{\min,i} - A_{\min})^2}{n(n-1)}} \ , \tag{6.23}$$

удовлетворяли неравенствам

$$E_{A\max} \le \frac{1}{3}\left|A_{\max} - A_{\min}\right| , \tag{6.24}$$

$$E_{A\min} \le \frac{1}{3}\left|A_{\max} - A_{\min}\right| . \tag{6.25}$$

В формулах (6.22) – (6.25) $E_{A\max}, E_{A\min}$ - значения случайных погрешностей определения $A_{\max}$ и $A_{\min}$ соответственно.

Если условия (6.24) и (6.25) не выполняются, то необходимо увеличивать количество параллельных определений n.

6.6 Суммирование составляющих погрешности

6.6.1 Суммирование «влияющих» погрешностей, определенных в соответствии с настоящим разделом, может быть выполнено тремя способами.

6.6.2 Последовательное аналитическое интегрирование функций распределения «влияющих» погрешностей

6.6.2.1 Если x_1 и x_2 – независимые случайные величины, имеющие интегральные функции распределения $\Phi_1(X)$ и $\Phi_2(X)$, то интегральная функция распределения их суммы равна

$$\Phi_{\Sigma}(X) = \int_{-\infty}^{+\infty} \Phi_1(X - x_2)\, d\Phi_2(x_2) \ . \tag{6.26}$$

6.6.2.2 Выполняя последовательное аналитическое интегрирование для всех «влияющих» погрешностей, можно вычислить функцию распределения суммы и затем вычислить математическое ожидание и границы погрешности для заданной доверительной вероятности.

6.6.2.3 Достоинством этого способа является правильность конечного результата.

6.6.2.4 Недостаток способа – сложность вычислений, кроме того, далеко не всегда можно вычислить интегралы (6.26).

6.6.2.5 Способ может быть рекомендован в случае, когда количество суммируемых «влияющих» погрешностей не более трех для получения более точной оценки погрешности.

6.6.3 Приближенный расчет по компьютерной программе, реализующей численное интегрирование (например, MathCad), или моделирование суперпозиции «влияющих» погрешностей с помощью генератора случайных чисел

6.6.3.1 Способ может быть применен, если относительная погрешность вычисления квантилей результирующего распределения не превышает 2 %.

6.6.3.2 Достоинство способа – высокая точность вычислений, универсальность применимости (практически для любых распределений «влияющих» погрешностей).

6.6.3.3 Недостаток способа – необходимость наличия специальной компьютерной программы.

6.6.4 Приближенный расчет по формулам вида (6.1) и (6.2)

6.6.4.1 Наиболее часто для суммирования «влияющих» погрешностей применяется формула ГОСТ 8.207, представляющая собой формулу (6.2) с коэффициентом $K_{эфф} = 1{,}1$.

6.6.4.2 При применении формулы ГОСТ 8.207 необходимо учитывать, что она дает приемлемые результаты, если:

- суммируемые «влияющие» погрешности распределены равномерно (необходимо отметить, что даже если исходная погрешность распределена равномерно, но входит в расчетную формулу (6.2) через частную производную, она влияет на результат не как распределенная равномерно);
- количество суммируемых погрешностей – не менее трех;
- суммируемые погрешности близки друг к другу.

6.6.4.3 Достоинство способа – простота, недостаток – ограниченность применения и вынужденное завышение результирующей оценки погрешности.

6.6.4.4 При применении формул вида (6.2) рекомендуются следующие правила:

- отбросить все «влияющие» погрешности, которые в пять или более раз меньше наибольшей погрешности;
- если количество суммируемых погрешностей – две, то рекомендуется арифметическое суммирование

$$G = 0{,}95 \cdot (G_1 + G_2)\,; \qquad (6.27)$$

- если хотя бы одна «влияющая» погрешность распределена равномерно, следует использовать формулу ГОСТ 8.207;

- если не выполнено ни одно из указанных выше условий, границы результирующей погрешности для P = 0,95 вычислить по формуле

$$G = 1{,}96 \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^{N}\left[\frac{\partial F}{\partial a_i}\sigma_i\right]^2 + \sum_{k=1}^{L}\sigma_k^2}\ . \qquad (6.28)$$

6.6.4.5 Для конкретных законов распределения влияющих погрешностей возможно применение формул вида (6.2), отличных от формулы ГОСТ 8.207. Известен широкий спектр таких формул, в частности, формула для суммирования равномерного и нормального закона распределений.

6.6.5 Определенные в соответствии с разделом 6 границы G характеризуют чистую воспроизводимость, в общем случае представляющую собой часть неисключенной систематической составляющей погрешности (НСП) методики. Далее предполагается, что границы G вычислены для заданной доверительной вероятности (4.5.4), приведены к симметричным (см. 6.1.4) и обозначаются как ± θ. Полная НСП $\theta_{МВИ}$ в общем случае включает также показатель правильности МВИ θ_c, определяемый в соответствии с разделом 7. Для вычисления $\theta_{МВИ}$ величину показателя правильности МВИ θ_c суммируют с другими влияющими на НСП погрешностями в соответствии с формулой (6.28).

Примечание – В большинстве случаев при суммировании θ и θ_c может быть применена простая формула (7.7).

7 Установление показателя правильности МВИ

7.1 Установление показателя правильности МВИ (оценку значимости систематической погрешности МВИ) проводят в случаях, когда:

- понятие «правильности» для МВИ существует, т.е. существует само понятие «истинного» значения результата измерений (для методик выполнения испытаний это понятие как таковое отсутствует);

- возможно существование фактора, не учтенного при расчете НСП МВИ. Как в случае оценивания неисключенной систематической составляющей погрешности в соответствии с разделом 6, так и в случае оценивания показателя воспроизводимости в соответствии с разделом 9, возможна ситуация, когда какой-либо влияющий на погрешность фактор не будет учтен. Особенно опасно, если влияние этого фактора приведет к систематическому сдвигу результатов измерений. Такая ситуация может возникнуть, например, вследствие неполного выделения анализируемого компонента при процедуре пробоподготовки, несоответствия по влияю-

щим факторам стандартных образцов, по которым проводится градуировка аппаратуры, реальным объектам и т.д. В таких случаях необходимо проверить правильность измерений

7.2 При аттестации МВИ расчетным способом считается, что все факторы, влияющие на погрешность МВИ, учтены, поэтому установление показателя правильности не проводится

7.2.1 Установление показателя правильности МВИ проводят для интервалов (поддиапазонов), характеризуемых одними значениями установленных ранее (в соответствии с 5.7, 5.8) характеристик погрешности. Если характеристики погрешности были рассчитаны как функция от величины измеряемого параметра, то показатель правильности МВИ определяют как минимум в трех точках: для значений контролируемых параметров, соответствующих началу, середине и концу аттестуемого диапазона МВИ. В последнем случае полученные результаты анализируют и принимают решение или о достаточности результатов, или о более подробном изучении зависимости показателя правильности от величины контролируемого параметра.

7.2.2 Установление показателя правильности МВИ проводят путем постановки специального эксперимента, условия проведения которого должны быть таковы, чтобы погрешность измеряемых значений была минимально возможной: случайная составляющая погрешности измерений минимизируется за счет большого количества параллельных определений (эта составляющая погрешности должна быть незначима по сравнению со случайной составляющей погрешности МВИ, поэтому число параллельных определений в эксперименте должно быть, как правило, больше 20), НСП минимизируется путем применения специальных приемов, устраняющих влияние влияющих факторов (если это возможно).

7.2.3 При планировании эксперимента по оценке значимости систематической составляющей погрешности МВИ следует исходить из условия экономической целесообразности, т.е. предусматривать то количество параллельных определений, которое приведет к эффективной оценке показателя правильности по формулам (7.1) – (7.8) с наименьшими трудозатратами.

7.3 Установление показателя правильности с использованием СО

7.3.1 СО при установлении показателя правильности МВИ должны обладать теми же, влияющими на погрешность результата измерений, факторами, что и реальные объекты измерения по МВИ. Погрешность аттестованного значения стандартного образца, как правило, не должна превышать одной трети погрешности МВИ, в которой он применяется.

7.3.2 Статистическая модель

7.3.2.1 Результат измерений стандартного образца представляют в виде суммы трех составляющих

$$X = m + \Delta_x + \Delta_c , \qquad (7.1)$$

где m – опорное (истинное) значение;

Δ_c – систематическая составляющая погрешности результата измерений (систематическая погрешность МВИ);

Δ_x – погрешность результата измерений, за исключением систематической, которую можно представить в виде

$$\Delta_x = \varepsilon_э * \theta_э , \qquad (7.2)$$

где $\varepsilon_э$ – случайная составляющая погрешности результата измерения;

$\theta_э$ – НСП результата измерений - остаток неисключенной НСП МВИ, который не удалось сделать равным нулю при постановке эксперимента (индекс «Э» подчеркивает, что приведенные характеристики относятся к данному специальному эксперименту, а не к МВИ, символ «*» означает суммирование погрешностей).

Переходя к математическим ожиданиям и оценкам погрешности результата измерений по n-параллельным определениям, получим:

- оценка X – ($\bar{X}$) – среднее по n-параллельным определениям;

- оценка m – ($A \pm \Delta_a$), где A - аттестованное значение СО, Δ_a - оценка погрешности A;

- оценка Δ_x – $(\hat{\varepsilon}_{э} * \hat{\theta}_{э})$, где $\hat{\varepsilon}_э$ - оценка случайной погрешности эксперимента, $\hat{\theta}_э$ - оценка НСП результата измерений;

- оценка Δ_c - $(\hat{\Delta}_c)$ – оценка систематической погрешности МВИ.

В результате из (7.1) имеем следующее выражение

$$b = \overline{X} - A = \Delta_a * \hat{\varepsilon}_{э} * \hat{\theta}_{э} + \hat{\Delta}_{с} . \qquad (7.3)$$

7.3.2.2 Оценка значимости систематической погрешности МВИ на языке математики означает поиск критической области для гипотезы о том, что оценка систематической погрешности равна нулю. Как это следует из уравнения (7.3), граница критической области $\hat{\Delta}_c = 0$ соответствует условию

$$|b| = \left|\overline{X} - A\right| \le \Delta_a * \hat{\varepsilon}_{э} * \hat{\theta}_{э} = \theta_{с} \qquad (7.4)$$

при уровне значимости (1-Р), где Р - доверительная вероятность оценки погрешностей в правой части неравенства. Формула (7.4) имеет общий характер и справедлива для любых законов распределения.

7.3.2.3 Если принять для погрешностей Δ_a и $\hat{\theta}_{\dot{y}}$ равномерный закон распределения, как наиболее часто встречающийся случай, то формула (7.4) преобразуется к виду

$$|b| = |\overline{X} - A| \le K_{эфф} \sqrt{\sigma_э^2 + \frac{\theta_э^2}{3} + \frac{\Delta_a^2}{3}} = \theta_c , \qquad (7.5)$$

где $\sigma_э^{\,2} = \sqrt{\dfrac{\sum_{i=1}^{n}(x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$ - оценка СКО результата эксперимента;

$K_{эфф}$ – коэффициент, зависящий от закона распределения погрешностей, входящих в формулу, и уровня значимости гипотезы (см. также 6.6).

При большом количестве степеней свободы (> 20) и нормальном распределении случайной погрешности при P = 0,95 формула (7.5) преобразуется к виду

$$|b| = |\overline{X} - A| \le \sqrt{\varepsilon_э^2 + \Delta_a^2 + \theta_э^2} = \theta_c , \qquad (7.6)$$

где $\varepsilon_{\dot{y}}^2 = \dfrac{t^2{}_{0,95,n-1}\sigma^2}{n}$ - интервальная оценка случайной погрешности результата измерений, $t_{0,95,n\text{-}1}$ - коэффициент Стьюдента.

Это частный случай, дающий хорошую оценку только при соблюдении вышеперечисленных условий.

7.3.2.4 Показателем правильности МВИ θ_c в точке диапазона соответствующей $x = A$ является либо значение $b = (\overline{X} - A)$, в случае невыполнения неравенства (7.4) имеющее знак, либо правая часть неравенства, т.е. значение $\theta_c = K_{эфф}\sqrt{\sigma_э^2 + \dfrac{\theta_э^2}{3} + \dfrac{\Delta_a^2}{3}}$ или $\theta_c = \sqrt{\varepsilon_э^2 + \Delta_a^2 + \theta_э^2}$.

При незначимости величины $|b| = |\overline{X} - A|$ величина критерия θ_c учитывается как составляющая неисключенной систематической погрешности методики в соответствии с 6.6. В большинстве случаев для суммирования θ_c и θ, может быть применена простая формула

$$\theta_{МВИ} = \pm\sqrt{\theta^2 + \theta_c^2} , \qquad (7.7)$$

где θ – значение НСП МВИ, характеризующее чистую воспроизводимость и оцененное в соответствии с разделом 6.

7.3.2.5 В случае невыполнения неравенства (7.5) или (7.6), т.е. значимости расхождения, границы НСП МВИ становятся несимметричными

$$\theta_{МВИ} = \left[-\sqrt{\theta^2 + \theta_c^2} - b; +\sqrt{\theta^2 + \theta_c^2} - b \right]. \qquad (7.8)$$

Пример - Пусть в результате эксперимента установлено, что результат измерений $\overline{X}$ ***= 10 при значении A = 11 (т.е. b = -1) и величине критерия*** θ_c ***= 0,5. Разность b является значимой, т.е. происходит систематическое занижение истинного значения. Пусть оцененное в соответствии с 6.6 значение*** θ ***= 1. Тогда границы НСП равны*** $\left[-\sqrt{1^2 + 0{,}5^2} + 1; +\sqrt{1^2 + 0{,}5^2} + 1 \right]$ ***или*** $[-0{,}1; +2{,}1]$.

В случае значимости систематического сдвига b, его величину можно учесть в результирующей формуле, по которой вычисляется результат измерений, внеся соответствующее изменение в текст МВИ. В этом случае НСП оценивается по формуле (7.7).

7.3.2.6 Такие расчеты проводят для интервалов аттестуемого диапазона МВИ, которые можно характеризовать одними и теми же значениями метрологических характеристик.

7.3.2.7 В случае, если НСП МВИ была рассчитана как функция от величины измеряемого параметра, то после определения показателя правильности в трех точках, метролог должен проанализировать полученные значения и принять решение либо о достаточности результатов, либо о продолжении эксперимента с целью установления зависимости показателя правильности от величины измеряемого параметра методом МНК в соответствии с 6.4.

7.4 Установление показателя правильности с использованием метода добавок и пропорционального изменения величины измеряемого параметра, а также комбинированным методом

7.4.1 Перечисленные методы применяются в условиях отсутствия стандартных образцов. Область применения этих методов ограничена – применять их можно для методик, позволяющих выполнить условия, описанные в 7.4.2-7.4.4. При применении этих методов предполагается, что систематическая погрешность МВИ зависит от величины измеряемого параметра по линейному закону: $\theta_c = a + bx$. Если зависимость носит более сложный характер, эти методы применять нельзя.

Поскольку методы имеют ограниченный характер, то последующие формулы не универсальны, а относятся к наиболее распространенному варианту нормального распределения погрешностей и оценке доверительных границ погрешности при P = 0,95 при количестве параллельных определений не менее 20.

7.4.2 Оценка значимости пропорциональной систематической составляющей (ПСС) погрешности методики

Проверка отсутствия у МВИ только значимой ПСС основывается на методе

добавок. При этом важно, чтобы при измерениях по МВИ была обеспечена минимизация вклада в результат измерений влияющих факторов пробы (образца). Измерения проводят попарно, чередуя анализ пробы и пробы с добавкой.

При проверке отсутствия значимой ППС для измерений используют две пробы материала, в одну из которых вводится добавка D аттестуемого компонента в таком количестве, чтобы его содержание стало примерно в полтора-два раза больше, чем в исходной пробе. Количество измерений в условиях сходимости пробы и пробы с добавкой должно быть одинаковым.

Результат измерений пробы представляют в виде суммы двух составляющих

$$X = m + e\,, \tag{7.9}$$

а результат измерений пробы с добавкой в виде

$$X' = m + D + b \cdot D + e'\,, \tag{7.10}$$

где m – общее среднее результатов (математическое ожидание) в исходном материале (без добавки);

$e,\ e'$ – погрешности результатов измерений в условиях сходимости с математическими ожиданиями равными нулю;

$b \cdot D$ - пропорциональная составляющая систематической погрешности.

В формулы (7.9) и (7.10) не входит постоянная составляющая систематической погрешности результатов измерений ввиду того, что при вычитании результатов измерений пробы и пробы с добавкой эта составляющая исчезнет.

Усредняя результаты в пробах без добавки и в пробах с добавкой и заменяя погрешности для средних результатов в условиях сходимости их математическими ожиданиями, получим систему уравнений с двумя неизвестными

$$\begin{cases} \overline{X} = m \\ \overline{X}' = m + D + b \cdot D \end{cases}. \tag{7.11}$$

Оценку значимости ПСС с использованием метода добавок устанавливают по критерию

$$\left|\overline{X}' - \overline{X} - D\right| \le \sqrt{\varepsilon^2_{\overline{X}'} + \varepsilon^2_{\overline{X}} + (\theta_{\overline{X}'} - \theta_{\overline{X}})^2 + \Delta^2_D}\,, \tag{7.12}$$

где $\varepsilon^2_{\overline{O}',\overline{O}} = \dfrac{t^2{}_{0,95,n-1}\sigma^2_{\overline{X}',\overline{X}}}{n}$;

Δ_D – погрешность добавки, обусловленная процедурой ее приготовления и введения;

$\theta_{\overline{X}}, \theta_{\overline{X'}}$ - НСП результатов измерений пробы и пробы с добавкой.

Используя систему (7.11) и неравенство (7.12), можно оценить коэффициент b по формулам

$$b = \frac{\overline{X}' - \overline{X}}{D} - 1, \tag{7.13}$$

в случае, когда неравенство (7.12) не выполняется, или

$$b = \frac{\sqrt{\varepsilon^2_{\overline{X}} + \varepsilon^2_{\overline{X'}} + (\theta_{\overline{X}} - \theta_{\overline{X'}})^2 + \Delta^2_D}}{D} \tag{7.14}$$

в случае выполнения неравенства.

Пользуясь формулами (7.13) или (7.14) в произвольной точке аттестуемого диапазона x вычисляют $\theta_{cb} = bx$. Как видно из формулы (7.13), в относительном виде $\theta_{cb}(\delta) = b$.

7.4.3 Оценка значимости постоянной составляющей систематической погрешности (СП) методики

Способ проверки отсутствия у МВИ только значимой постоянной составляющей систематической погрешности основан на методе изменения измеряемого параметра в известное количество раз. Для МВИ КХА обычно используют разбавление или варьирования навески. Для исходной пробы и измененной пробы количество параллельных определений n должно быть одинаковым. Все остальные условия измерений (средства измерений, оператор, градуировочная характеристика и т.п.) также должны быть неизменными. Получают в соответствии с МВИ n результатов в исходной пробе (пробах) и n результатов в пробах, с параметром, измененным в k раз.

Исходная модель следующая

$$\begin{cases} \overline{X} = m \\ \overline{X}^* = km + a \end{cases}. \tag{7.15}$$

Оценку значимости постоянной СП с использованием метода варьирования измеряемого параметра устанавливают по критерию

$$\left| k\overline{X}^* - \overline{X} \right| \le \sqrt{\varepsilon^2_{\overline{X}} + k^2 \varepsilon^2_{\overline{X}^*} + \left(\theta_{\overline{X}} - k\theta_{\overline{X}^*}\right)^2}, \tag{7.16}$$

где $\varepsilon^2_{\overline{X},\overline{X}^*} = \dfrac{t^2_{n-1,P} \cdot \sigma^2_{\overline{X},\overline{X}^*}}{n}$;

$\theta_{\overline{X}}, \theta_{\overline{X}^*}$ - НСП результатов измерений пробы и измененной пробы.

За величину постоянной составляющей показателя правильности МВИ θ_{ca} принимают или значение $(k\overline{X}^* - \overline{X})$ - в случае невыполнения неравенства (7.16) или значение $\sqrt{\varepsilon_{\overline{X}}^2 + k^2\varepsilon_{\overline{X}^*}^2 + \left(\theta_{\overline{X}} - k\theta_{\overline{X}^*}\right)^2}$.

Для метода варьирования навесок $k = 1$.

Показатель правильности МВИ в точке x принимают равным $\theta_c = \theta_{ca} + \theta_{cb}$.

Показатель правильности затем учитывают при расчете неисключенной систематической погрешности МВИ $\theta_{МВИ}$ по правилам, изложенным в 7.3, или вводят поправки в расчетные формулы МВИ. Поправки в расчетные формулы МВИ вводят только в случае невыполнения неравенств (7.12) и (7.16): $X_{\text{исправл.}} = X_{\text{результата}} + \Delta_c$, при этом погрешности оценки коэффициентов a и b в модели систематической погрешности должны быть определены и учтены в качестве составляющих НСП МВИ.

В исключительных случаях, когда нет возможности оценить обе составляющие систематической погрешности МВИ, в качестве показателя правильности принимают ту составляющую (θ_{ca} или θ_{cb}), оценить которую возможно, но такая оценка приемлема только в качестве временной меры до разработки соответствующих стандартных образцов.

7.4.4 Оценка значимости систематической погрешности методики комбинированным методом

Комбинированный метод состоит в сочетании метода добавок и метода изменения измеряемого параметра в известное число раз. Измеряют исходную пробу X, изменяют в ней величину измеряемого параметра в k раз и получают пробу kX', которую также измеряют, делают в нее добавку D, получают пробу X''_D, которую также измеряют. Количество параллельных определений при каждом измерении – n.

Оценку значимости систематической погрешности с использованием комбинированного метода устанавливают по критерию

$$\left|X''_D + (k-1)X' - X - D\right| \le \sqrt{\varepsilon_{X''_D}^2 + (k-1)^2\varepsilon_{X'}^2 + \varepsilon_X^2 + \left(\theta_{X''_D} - (k-1)\theta_{X'} - \theta_X\right)^2} \quad (7.17)$$

За величину показателя правильности МВИ принимают либо левую (с учетом знака), либо правую часть неравенства (7.17) аналогично 7.4.3.

7.4.5 Используя модель $\theta_c = \theta_{ca} + \theta_{cb}$ можно получить значение показателя правильности в любой точке аттестуемого диапазона. Если аттестуемый диапазон МВИ разбит на интервалы, внутри которых характеристики погрешности можно считать постоянными, то для каждого из таких интервалов в качестве показателя правильности принимают его максимальное для данного интервала значение.

7.5 Оценка значимости систематической погрешности методики с использованием другой аттестованной МВИ

7.5.1 «Образцовая МВИ» должна измерять ту же величину, что и аттестуемая МВИ. Например, МВИ плотности топливных таблеток гидростатическим методом и МВИ плотности топливных таблеток газовым пикнометрическим методом по сути измеряют разные величины, т.к. первая МВИ (гидростатика) не включает в объем таблетки объем открытых пор, а вторая МВИ их включает, т.е. фактически эти МВИ измеряют разные величины.

7.5.2 «Образцовая МВИ» выполняет в данном случае функции стандартного образца. Для того чтобы измеренное в соответствии с ней значение контролируемого параметра можно было считать опорным и сравнивать с ним значение, измеренное по аттестуемой МВИ, необходимо, чтобы «образцовая МВИ» имела метрологические характеристики в несколько раз лучшие, чем аттестуемая (желательно не менее чем в три раза, при этом погрешность «образцовой» МВИ сравнивают с оценкой погрешности аттестуемой МВИ без учета показателя правильности, поскольку на этой стадии аттестации он не известен).

Оценку значимости СП с использованием другой МВИ с установленными характеристиками погрешности проводят аналогично формулам, изложенным в 7.3, но при этом роль аттестованного значения СО играет результат измерения по образцовой МВИ: $A \to \overline{X}_{МВИ}$; $\Delta_a \to \Delta_{МВИ}$.

7.6 Метод экспертных оценок

В некоторых случаях (для МВИ, при аттестации которых нельзя использовать ни один из указанных выше методов) для оценки значимости систематического сдвига может быть применен метод экспертных оценок. Примером этого метода является МВИ размеров зерна в топливных таблетках (ОСТ 95 10289, приложение Б). Экспертные оценки измеряемого параметра должны выполняться ведущими специалистами отрасли по данному виду измерений. При этом не следует стремиться к увеличению количества специалистов в ущерб качеству экспертных оценок. Достаточно двух квалифицированных специалистов.

Критерий оценки правильности аналогичен описанному в 7.3, где в качестве «аттестованного» значения СО берется среднее арифметическое результатов, полученных экспертами, а в качестве «погрешности» - половина размаха этих результатов

7.7 Покомпонентный метод

Покомпонентный метод может быть применен, если процедуры контроля правильности установлены для всех без исключения влияющих факторов. Тогда значимость систематического сдвига оценивают для каждого фактора одним из

способов, описанных в разделе 7. В частности, при аттестации «расчетных» МВИ (раздел 11) считается, что все факторы, влияющие на погрешность МВИ, учтены, поэтому установление показателя правильности не проводится.

8 Установление интервальной оценки суммарной погрешности МВИ (показателя точности)

8.1 Если в соответствии с разделом 5 определены доверительные границы случайной составляющей погрешности в условиях сходимости $\varepsilon_{сх}$, в соответствии с разделами 6 и 7 определены доверительные границы неисключенной систематической составляющей погрешности $\theta_{МВИ}$, то суммарную погрешность МВИ Δ для доверительной вероятности 0,95 вычисляют в соответствии с правилами, изложенными в 6.6. В большинстве случаев применима формула

$$\Delta = \sqrt{\varepsilon_{сх}^2 + \theta_{МВИ}^2} \ . \qquad (8.1)$$

8.2 Основанием для применения формулы (8.1) является то обстоятельство, что практически всегда в величину $\theta_{МВИ}$ дает вклад несколько (не менее двух) случайных факторов и, следовательно, распределение суммарной погрешности близко к нормальному. В противном случае доверительные границы могут быть рассчитаны способами, описанными в 6.6.2, 6.6.3.

8.3 Если диапазон разбит на поддиапазоны, в которых приписанное значение случайной составляющей погрешности в условиях сходимости $\varepsilon_{сх}$ считается постоянным (см. раздел 5), то величины $\theta_{МВИ}$ и Δ рассчитывают на границах каждого поддиапазона и в качестве приписанных значений берут максимальные значения для каждого поддиапазона.

8.4 Если приписанное значение случайной составляющей погрешности в условиях сходимости $\varepsilon_{сх}$ аппроксимировано функцией, то величины $\theta_{МВИ}$ и Δ рассчитывают в нескольких точках диапазона и далее также аппроксимируют их функциями, или разбивают на поддиапазоны, соблюдая условия:

- в качестве приписанных значений берут максимальные значения для каждого поддиапазона;
- приписанные значения должны различаться для соседних поддиапазонов, как правило, не более чем в 1,5 раза.

9 Экспериментальный способ установления характеристик погрешности МВИ

9.1 Этот способ применяется в случае возможности проведения многофакторного эксперимента, т.е. проведения измерений одной и той же пробы в условиях варьирования влияющих на погрешность измерений факторов. Алгоритм атте-

стации по этому способу изложен в ГОСТ Р ИСО 5725-2. В настоящем стандарте этот способ назван «межлабораторной аттестацией», чем подчеркивается то обстоятельство, что в условиях одной лаборатории достичь варьирования влияющих факторов очень трудно. Поскольку повторять алгоритм, изложенный в ГОСТ Р ИСО 5725-2, не имеет смысла, то в данном разделе приведены его основные положения с учетом подхода, принятого в отрасли.

В тексте данного раздела термин «уровень вариации», принятый при постановке многофакторного эксперимента, заменен на термин «лаборатория».

9.2 Установление характеристик погрешности МВИ

9.2.1 Установление характеристик случайной составляющей погрешности МВИ

Объекты для установления характеристик случайной составляющей погрешности МВИ должны соответствовать требованиям, приведенным в разделе 5. Пробы с различными значениями контролируемого параметра измеряют в различных лабораториях, причем количество параллельных определений в каждой лаборатории – n. Количество лабораторий – p.

Количество лабораторий должно быть как можно больше, но не менее 8, количество параллельных определений должно соответствовать принятому в МВИ, или превосходить его.

Таким образом, каждой пробе ставится в соответствие матрица из ($n \cdot p$) результатов измерений, характеристиками которой являются:

- S_L^2 - оценка межлабораторной дисперсии – оценка «чистой» воспроизводимости;

- S_W^2 - оценка внутрилабораторной дисперсии;

- S_r^2 - среднее арифметическое значение случайной величины S_W^2, являющееся также оценкой дисперсии сходимости; данное среднее арифметическое значение берется по всем лабораториям, принимающим участие в эксперименте по оценке точности, которые остались после исключения выбросов;

- S_R^2 - оценка дисперсии полной воспроизводимости, $S_R^2 = S_L^2 + S_r^2$.

Закон распределений случайных погрешностей принимается нормальным. Перед вычислением величины S_r^2 оценки внутрилабораторной дисперсии проверяются на однородность по критерию Кохрена (раздел 5). В случае его невыполнения за величину оценки S_r^2 принимается максимальное значение

Таким образом, получив для q проб с различным значением измеряемого параметра ряд оценок S_{rq}^2, все дальнейшие действия по установлению характеристик сходимости МВИ проводят в соответствии с разделом 5, с учетом того, что каждая из q оценок показателя сходимости получена по $p \cdot (n\text{-}1)$ степеням свободы.

Дисперсию «чистой» воспроизводимости в каждой из q точек аттестуемого диапазона МВИ рассчитывают по формуле

$$S_L^2 = S_R^2 - S_r^2 . \qquad (9.1)$$

Для установления характеристик погрешности «чистой» воспроизводимости для всего аттестуемого диапазона МВИ по отношению к этой дисперсии применяют ту же последовательность действий, что и для дисперсий сходимости. При этом способе аттестации аналогом значения НСП МВИ в точке j аттестуемого диапазона является значение

$$\theta_j = 1{,}96 \cdot S_{Lj} * æ, \qquad (9.2)$$

где æ – рассчитывается в соответствии с 5.8 для (p-1) числа степеней свободы.

9.2.2 Установление показателя правильности МВИ

Показатель правильности МВИ, θ_c, определяют путем постановки эксперимента по измерению стандартных образцов, при этом схема эксперимента аналогична изложенной в 9.2.1.

При этом аналогично 7.3.2 проверяется выполнение неравенства

$$\left|\overline{\overline{Y}} - A\right| \le \sqrt{\Delta_э^2 + \Delta_a^2} , \qquad (9.3)$$

где Δ_a – погрешность аттестации стандартного образца;

$\Delta_э$ – погрешность измерения аттестованного значения;

A – аттестованное значение СО;

$\overline{\overline{Y}}$ - измеренное значение СО.

Оценку S_r^2 дисперсии сходимости для p участвующих в эксперименте лабораторий рассчитывают следующим образом

$$S_r^2 = \frac{1}{p}\sum_{i=1}^{p} S_i^2 , \qquad (9.4)$$

$$S_i^2 = \frac{1}{n-1}\sum_{k=1}^{n} (y_{ik} - \bar{y}_i)^2 , \qquad (9.5)$$

$$\bar{y}_i = \frac{1}{n}\sum_{k=1}^{n} y_{ik} , \qquad (9.6)$$

где S_i^2 и $\bar{y}_i$ - соответственно дисперсия и среднее значение n результатов измерений y_{ik}, полученных в лаборатории i.

Оценку S_R^2 дисперсии воспроизводимости для p участвующих в эксперименте лабораторий рассчитывают следующим образом

$$S_R^2 = \frac{1}{p-1}\sum_{i=1}^{p}(\bar{y}_i - \bar{\bar{y}})^2 + \left(1 - \frac{1}{n}\right)S_r^2 \qquad (9.7)$$

$$\text{при } \bar{\bar{y}} = \frac{1}{p}\sum_{i=1}^{p}\bar{y}_i \,. \qquad (9.8)$$

Значение погрешности результата измерений рассчитывают по формуле

$$\Delta_{\acute{y}} = t_{p-1,P}\frac{S_R}{\sqrt{p}}, \qquad (9.9)$$

где $t_{p\text{-}1,P}$ – коэффициент Стьюдента для (p-1) числа степеней свободы при доверительной вероятности Р.

Последующие действия по установлению показателя правильности МВИ проводят в соответствии с 7.3.2.

9.2.3 Установление суммарной погрешности МВИ проводят аналогично процедуре, изложенной в разделе 8.

10 Особенности установления характеристик погрешности для разных видов МВИ

10.1 Методики количественного химического анализа

10.1.1 На практике понятие «параллельные определения» для методик количественного химического анализа (МКХА) может быть неоднозначно: под параллельными определениями может подразумеваться ряд результатов анализа навесок из одной большой пробы; результаты анализа нескольких аликвот раствора большой пробы, или, для методик неразрушающего анализа, результаты многократной регистрации сигнала от одной и той же пробы. Статистику для установления показателей сходимости следует набирать для тех результатов измерений, которые считаются параллельными в тексте МВИ.

10.1.2 Для МКХА характерно наличие факторов, формирующих НСП методики, не определяемых непосредственно из расчетной формулы, чаще всего фактор пробоподготовки.

10.1.3 При расчете погрешности, обусловленной пробоподготовкой, суммируются погрешности, вносимые всеми операциями по пробоподготовке. Все составляющие погрешности должны быть в относительной форме.

10.1.4 Пусть методика предусматривает проведение следующих операций:

- взвешивание тары (m_1);
- взвешивание тары вместе с пробой (m_2);
- вычисление массы пробы ($m_n = m_2 - m_1$);
- растворение пробы и перенос ее в мерную колбу вместимостью V_1;

- разбавление раствора: отбор пипеткой вместимостью V_{n1} аликвоты объемом V_2, перенос в мерную колбу вместимостью V_3 и доведение раствора до метки**;**

- отбор аликвоты объемом V_4 пипеткой вместимостью V_{n2} для непосредственного выполнения анализа.

Значение неисключенной систематической погрешности (относительной) в этом случае рассчитывается по формуле

$$\theta_n = \sqrt{\frac{2\Delta_в^2}{(m_2 - m_1)^2} + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{n1}}{V_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_3}{V_3}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{n2}}{V_4}\right)^2}, \qquad (10.1)$$

где $\Delta_в$ – погрешность весов;

ΔV_1, ΔV_3 – погрешности мерных колб;

ΔV_{n1}, ΔV_{n2} – погрешности пипеток.

10.1.5 При определении погрешности, обусловленной использованием градуировочной характеристики, в качестве составляющих учитываются погрешность образцов для градуировки, систематическая составляющая погрешности средства измерений, погрешность построения градуировочной характеристики:

$$\theta_{гр}(x) = \sqrt{\theta_{ог}^2 + \theta_{вр.др}^2 + \theta_{постр.гр}^2}, \qquad (10.2)$$

где $\theta_{вр.др}$ - относительная составляющая погрешности, обусловленная временным дрейфом средства измерений (см. 6.3.3.3 и примечание к А.3.2.1, приложение А);

$\theta_{постр.гр}$ – погрешность построения градуировочной характеристики;

$\theta_{ог}$ - относительная погрешность образцов для градуировки; она должна учитываться отдельно, если расчет $\theta_{гр}$ проводился без ее учета (по 6.4.5.3).

При этом следует иметь в виду, что по формуле (10.2) вычисляется погрешность использования градуировочной характеристики в точке, где значение контролируемого параметра X равно значению этого параметра в образце для градуировки.

Значение $\theta_{ог}$ – это либо относительная погрешность аттестованного значения СО, либо, если образцы для градуировки готовятся специально, относительная погрешность, рассчитанная по типу следующей формулы

$$\theta_{ог} = \sqrt{\sum_{i=1}^{m}\left(\frac{\Delta V_i}{V_i}\right)^2 + \left(\frac{\Delta C}{C}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2}, \qquad (10.3)$$

где V_i – вместимости мерных колб и пипеток, используемых для приготовления образцов;

ΔV_i – соответственно, погрешности мерных колб и пипеток;

С – аттестованное значение СО, используемого для приготовления образцов;

ΔС – погрешность аттестованного значения СО;

m – масса навески СО;

Δm – погрешность взвешивания (при наличии этой процедуры).

Пример использования этой формулы приведен в А.3.2.3 (приложение А).

Значение $\theta_{постр.гр}$ равно ширине доверительного интервала, выраженной в единицах измеряемой величины (формула (И.15) приложения И).

10.1.6 В простейшем случае при линейной зависимости $y = a + bx$, построенной по методу наименьших квадратов (МНК) для равноточных измерений, оценка относительной неисключенной систематической погрешности (ОНСП) $\theta_{постр.гр}$, обусловленной построением градуировочной характеристики, вычисляется по формуле

$$\theta_{постр\ .гр}(x = X_к) = 1{,}96 \cdot æ \cdot \frac{S_{хк}}{X_к} = 1{,}96 \cdot æ \cdot \frac{S_a}{b \cdot X_k} \sqrt{\frac{1}{N} + \frac{(X_к - \overline{X})^2}{\sum_{i=1}^{m} X_i^2 - m\overline{X}^2}}, \quad (10.4)$$

где X_K - значение аргумента, соответствующее границе поддиапазона;

$æ$ – коэффициент, учитывающий ограниченность выборки, при $k = N$-1;

$N = n \cdot m$ (n - число параллельных определений каждого образца для градуировки);

m - число образцов для градуировки;

b - значение коэффициента из уравнения регрессии $y = a + bx$;

$$\overline{X} = \frac{\sum_{i=1}^{m} X_i}{m};$$

$$S_a = \sqrt{\sum_{i=1}^{m} \frac{(\overline{Y_i} - \hat{y}_i)^2}{m - 2}},$$

где $\overline{Y_i} = \frac{\sum_{i=1}^{n} y_{ij}}{n}$ - усредненное по n измерениям значение аналитического сигнала для содержания определяемого компонента X_i;

$\hat{y}_i$ - значение аналитического сигнала соответствующее содержанию определяемого компонента X_i.

10.1.7 Составляющую НСП МКХА, обусловленную влияющим фактором, рассчитывают в том случае, если этот фактор не варьировался при наборе статис-

тики для определения показателя сходимости. Если эта составляющая определяется экспериментально, то выполняют многократные (n) измерения пробы с влияющим фактором на минимальном уровне и той же самой пробы с влияющим фактором на максимальном уровне

$$A_{\min} = \frac{\sum_{i=1}^{n} A_{\min_i}}{n}, \qquad A_{\max} = \frac{\sum_{i=1}^{n} A_{\max_i}}{n}, \tag{10.5}$$

где n - количество измерений;

A - значение контролируемого по МКХА параметра.

В этом случае составляющая НСП рассчитывается по формуле

$$\theta_{\phi} = \frac{\left|A_{\max} - A_{\min}\right|}{2} + 1{,}96 \cdot \sqrt{\frac{S^2_{\max}}{4n} + \frac{S^2_{\min}}{4n}}, \tag{10.6}$$

где $S^2_{\max}$, $S^2_{\min}$ - значения дисперсий для значений, соответствующих максимальному и минимальному уровню параметра.

10.2 Методики испытаний

10.2.1 При оценке сходимости результатов испытаний наиболее сложным является получение однородных образцов для испытаний. Это необходимо потому, что в методиках испытаний испытываемые образцы разрушаются и невозможно выполнить параллельные определения. В некоторых случаях уменьшить влияние неоднородности на оценку сходимости удается специальным планированием экспериментальных исследований. Но чаще приходится специально изготавливать образцы, стремясь к их максимальной однородности, исходя из физико-химических особенностей методики. В остальном методы оценки сходимости не отличаются от описанных в разделе 5.

10.2.2 Погрешность методик испытаний не включает факторов правильности, но включает факторы влияния условий испытаний. При этом влияние ряда факторов часто даже невозможно предвидеть. Поэтому при аттестации этих методик для определения чистой воспроизводимости следует применять или схему многофакторного дисперсионного анализа в соответствии с разделом 9, стремясь обеспечить максимальную рандомизацию влияния факторов, или схему, приведенную в 10.2.3.

10.2.3 Схема оценки чистой воспроизводимости с учетом влияющих факторов

10.2.3.1 Фиксируют, по возможности, значения всех влияющих факторов условий испытаний, задавая их равным номинальным значениям. На однородных образцах проводят серию из $n \geq 20$ испытаний (количество испытываемых в серии образцов n выбирают таким образом, чтобы факторы сходимости не оказывали значимого влияния на рассеяние результатов испытаний). Вычисляют среднее значение x_0, СКО σ_0 и верхнюю доверительную границу СКО ${}^{в}\sigma_0$

$$x_0 = \frac{1}{n}\sum_{j=1}^{n} x_j \,, \tag{10.7}$$

$$\sigma_0 = \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{j=1}^{n}(x_j - x_0)^2} \,, \tag{10.8}$$

$${}^{в}\sigma_0 = æ \cdot \sigma_0 . \tag{10.9}$$

10.2.3.2 Проводят серию испытаний, фиксируя в ней значение влияющего фактора f_1 равным максимально возможному значению f_{1max} и также вычисляют среднее значение x_{1max} и СКО σ_{1max}. Аналогично определяют среднее значение x_{1min} и СКО σ_{1min} при минимально возможном значении f_{1min} фактора f_1. Такие процедуры проводят для всех m влияющих факторов.

10.2.3.3 Влияние фактора f_k считают незначимым, если выполняются оба условия

$$\left|R_{k\max}\right| = \left|\overline{X}_{k\max} - \overline{X}_0\right| < t_{0,95,n-1}\sqrt{(\sigma^2_{k\max} + \sigma^2_0)/n} \,, \tag{10.10}$$

$$\left|R_{k\min}\right| = \left|\overline{X}_{k\min} - \overline{X}_0\right| < t_{0,95,n-1}\sqrt{(\sigma^2_{k\min} + \sigma^2_0)/n} \,, \tag{10.11}$$

где $t_{0,95,n\text{-}1}$ – 95 % квантиль распределения Стьюдента (или его аналога, если исходное распределение не является нормальным) с (n-1) степенями свободы.

В противном случае считают, что погрешность, обусловленная влиянием фактора f_k, имеет равномерное распределение с пределами, равными ($R_{k\,min}$, $R_{k\,max}$), P = 1.

10.2.3.4 Доверительные границы для неисключенной систематической составляющей погрешности вычислят в соответствии с 6.6, учитывая инструментальные составляющие погрешности измерений, СКО чистой воспроизводимости при номинальных значениях условий испытаний (10.2.3.1) и погрешности, обусловленные влиянием условий испытаний (10.2.3.3).

10.2.4 Сравнительные испытания

10.2.4.1 Для МВИс довольно часто возникает ситуация, когда уже аттестованную МВИс начинает применять предприятие, не участвовавшее в аттестации (или на том же предприятии начинает применяться новое испытательное оборудование). В этом случае обязательна процедура подтверждения несмещенности результатов испытаний (эту процедуру часто называют также сравнительными испытаниями).

10.2.4.2 Процедура подтверждения несмещенности аналогична проверке незначимости влияющего фактора по 10.2.3.3. В случае выполнения критерия незначимости МВИс можно считать аттестованной с теми же характеристиками погрешности. В противном случае необходимы дополнительные исследования причин смещенности результатов и, возможно, доработка или переаттестация МВИс.

10.2.5 Контрольные образцы

10.2.5.1 Хотя для МВИс, вследствие структуры погрешности, и не могут быть созданы стандартные образцы, очень желательным является создание «контрольных» образцов, которые могли бы служить для контроля несмещенности результатов испытаний.

10.2.5.2 Для получения контрольных образцов партию однородных образцов (10.2.1) изготавливают в увеличенном объеме и часть однородных образцов не подвергают испытаниям. Эти образцы называют контрольными. Контрольным образцам приписывают «аттестованное» значение x_0, вычисленное по формуле (10.7).

10.3 Методики контроля измерительного типа

10.3.1 В МВИк измерительного типа на показатели достоверности контроля влияет не только погрешность измерения, но и погрешность сравнения. Такая ситуация возникает в двух случаях:

а) выходное средство контроля сравнивает результат измерения с установленной границей поля контрольного допуска G_γ и принимает решение без участия оператора, например, об отнесении контролируемого объекта к годным или дефектным;

б) выходное средство контроля, сообщающее результат измерения, имеет цену деления e, сравнимую с погрешностью измерения Δ.

10.3.2 Погрешность МВИк представляет собой композицию погрешности измерения и погрешности сравнения, вычисляемую по правилам изложенным в 6.6. Для случая, приведенного в перечислении б) 10.3.1, погрешность сравнения равна $\pm e/2$ и распределена равномерно. Для случая, приведенного в перечислении а) 10.3.1, погрешность сравнения в общем случае необходимо определить как инструментальную составляющую (см. 6.3).

10.3.3 Необходимо учитывать, что погрешность сравнения не равна погрешности устройства сравнения (компаратора).

Пример – В МВИк компаратором служит микросхема, осуществляющая сравнение напряжения выходного аналогового сигнала с напряжением опорного сигнала. При превышении напряжения опорного сигнала на выходе микросхемы появляется цифровой двоичный сигнал «1», в противном случае – «0». Микросхема имеет очень малую погрешность – доли микровольт, но в качестве источника опорного сигнала используется обычный стабилитрон, для которого погрешность воспроизведения напряжения составляет доли вольта. В данном случае погрешность сравнения равна погрешность воспроизведения напряжения стабилитроном.

10.3.4 Характеристики погрешности измерительного контроля достаточно нормировать и определять в интервале от границы зоны риска изготовителя до границ поля допуска.

10.4 Методики контроля измерительно-преобразовательного типа

10.4.1 МВИк измерительно-преобразовательного типа не выводят (не сообщают) результат измерений контролируемого параметра и представляют результат контроля в альтернативной форме. Тем не менее для таких МВИк выходной сигнал доступен для метролога и поэтому можно выразить все составляющие погрешности в единицах контролируемой величины, т.е. можно нормировать характеристики погрешности измерительного контроля.

10.4.2 Алгоритмы определения характеристик погрешности для МВИк аналогичны описанным в 10.3, но в них необходимо строить функцию преобразования (градуировочную характеристику) выходного измерительного преобразователя и оценивать погрешность ее построения в соответствии с 6.4.

10.4.3 В результате часть полученных значений влияющих погрешностей будет выражена в единицах контролируемой величины, а часть – в единицах выходного сигнала. Все влияющие погрешности, а также параметры методики контроля, необходимо выразить в единицах контролируемой величины, используя построенную функцию преобразования, а затем вычислить характеристики погрешности МВИ.

10.4.4 Для МВИк измерительно-преобразовательного типа возможно нормирование как характеристик погрешности, так и показателей достоверности (или и тех и других). Показатели достоверности контроля – вероятности неверного отнесения P_{baM} и P_{grM} вычисляют в соответствии с ОСТ 95 10351 (приложение Г).

10.5 Методики контроля альтернативного типа

10.5.1 Для МВИк альтернативного типа единственным способом определения показателей достоверности P_{baM} и P_{grM} (все обозначения соответствуют ОСТ 95 10351 (приложение Г) является прямой альтернативный эксперимент.

10.5.2 На стандартном образце с аттестованным значением, соответствующем границе поля допуска для контролируемого параметра G, выполняют n «прогонов» и фиксируют количество отрицательных результатов

эксперимента k.

10.5.3 Истинное значение показателя достоверности находится внутри доверительного интервала

$$ {}^{н}P_{baM} \le P_{baM} \le {}^{в}P_{baM}. \qquad (10.12) $$

Значения границ доверительного интервала ${}^{н}P_{baM}$ и ${}^{в}P_{baM}$ для доверительной вероятности P = 0,95 находят путем решения уравнений

$$ \sum_{m=0}^{k} C_n^m \, {}^{н}P_{baM} \, (1-{}^{н}P_{baM})^{n-m} = \text{P}, \qquad (10.13) $$

$$ \sum_{m=k}^{n} C_n^m \, {}^{в}P_{baM} \, (1-{}^{в}P_{baM})^{n-m} = 1-\text{P}, \qquad (10.14) $$

где C_n^m – число сочетаний из n по m.

В качестве приписанного значения показателя достоверности ${}^{в}P_{baM}$ берется верхняя граница доверительного интервала ${}^{в}P_{baM}$.

10.5.4 Показатель достоверности ${}^{в}P_{grM}$ определяют аналогично, но используют стандартный образец с аттестованным значением, соответствующем границе зоны риска изготовителя G_{β}.

10.5.5 Для часто встречающегося случая k = 0 имеем

$$ {}^{н}P_{baM} = 0, \qquad (1-{}^{в}P_{baM})^{n} = 1-\text{P} \qquad (10.15) $$

$$ \text{или} \qquad {}^{в}P_{baM} = 1 - exp[ln(1 - \text{P})/n]. \qquad (10.16) $$

10.5.6 Для МВИк альтернативного типа часто задают требуемое значение показателя достоверности P_{baM} в нормативной документации на продукцию (по ОСТ 95 10351 это значение не должно превышать 0,05). Тогда аттестация сводится к подтверждению гипотезы, что истинное значение P_{baM} не превышает заданного. Часто нормативное значение задают равным 0,05. В таблице 10.1 приведено количество «прогонов» n, которые нужно выполнить для подтверждения гипотезы $P_{baM} < 0{,}05$, в зависимости от количества отрицательных результатов альтернативного эксперимента k (даже верхняя граница ${}^{в}P_{baM} < 0{,}05$). В таблице 10.2 приведено количество отрицательных результатов альтернативного эксперимента k, при котором гипотезу $P_{baM} < 0{,}05$, следует считать опровергнутой (даже нижняя граница ${}^{н}P_{baM} > 0{,}05$).

Т а б л и ц а 10.1

k	0	1	2	3	4	5
n	59	93	124	153	181	208

Т а б л и ц а 10.2

k	2	3	4	5	6	7
n	7	16	28	49	53	67

Таблицы 10.1 и 10.2 можно использовать для проведения последовательного альтернативного эксперимента.

Пример – В НД на МВИк задано требование: «Вероятность обнаружения дефекта размерами … - не менее 0,95». Это требование эквивалентно требованию $P_{baM} < 0,05$. Для аттестации выполняют прогоны стандартного образца с дефектом размерами, соответствующими требованиям НД.

Если выполнено $n = 59$ прогонов и количество отрицательных результатов альтернативного эксперимента $k = 0$ (т.е. дефект обнаружен во всех прогонах), то требование НД выполнено. В противном случае надо продолжить эксперимент, увеличивая n до тех пор, пока не будет достигнуто соответствие таблице 10.1.

Если при $n = 7$ уже получено $k = 2$ отрицательных результата (необнаружения дефекта), гипотезу $P_{baM} < 0,05$, следует считать опровергнутой и эксперимент надо прекратить.

10.5.7 При аттестации МВИк альтернативного типа невозможно строго учесть влияние многих факторов: инструментальной составляющей погрешности, погрешности стандартного образца, влияние условий и т.д. Поэтому при аттестации таких МВИк необходимо применять специальные меры:

- альтернативный эксперимент проводить на каждом экземпляре средства контроля, использующемся в данной МВИк;

- альтернативный эксперимент проводить в начале и конце временного интервала между операциями настройки средства контроля;

- стандартные образцы изготавливать партиями - в нескольких экземплярах, один из них называют контрольным, остальные – рабочими. Стандартные образцы должны быть близкими друг к другу по своему воздействию на средство контроля, например, для стандартных образов дефектов, применяемых для вихретокового контроля несплошностей, измеряют не только размеры дефектов, но и величину выходного сигнала от вихретокового преобразователя на частоте, соответствующей регламентированной в МВИк. В качестве контрольного образца берут образец с наименьшим сигналом. Аттестацию МВИк проводят на контрольном образце при настройке по рабочему образцу. В дальнейшем контрольный образец используют только в целях сличения с ним новых рабочих образцов.

10.5.8 МВИк альтернативного типа существуют на практике, однако вследствие указанных выше недостатков при разработке новой аппаратуры для применения в МВИк следует стремиться к доступности выходного сигнала, т.е. исключать МВИк альтернативного типа.

10.6 Методики контроля дефектов материалов и изделий

МВИк часто используются для контроля наличия дефектов (царапин, рисок, вмятин и других несплошностей) в материале изделий. Дефекты в реальных изделиях могут иметь самую разнообразную форму и размеры и практически невозможно охватить все встречающиеся виды реальных дефектов и исследовать на них МХ МВИк. Поэтому в таких случаях допускается формализация видов дефектов, сведение их видов к ограниченному количеству искусственных дефектов, которые легко воспроизвести. Такие дефекты изготавливают на стандартных образцах, на которых и определяют МХ МВИк. При этом по всем остальным влияющим факторам стандартные образцы должны удовлетворять требованиям 4.4.2.3.

П р и м е ч а н и е - Формализация видов дефектов, включая полное описание требований к искусственным дефектам, осуществляется ведущей материаловедческой организацией, разрабатывающей требования к контролю изделий.

10.7 МВИ с неустойчивой погрешностью

10.7.1 У некоторых МВИ при измерении характеристик отдельных объектов наблюдается резкое увеличение случайной и (или) систематической погрешности. При этом важно отметить, что такая неустойчивость погрешности обусловлена не промахами, а свойствами самой МВИ. Примеры МВИ с неустойчивой погрешностью рассмотрены в А.9, А.10 (приложение А).

10.7.2 Теория оценки погрешности для МВИ с неустойчивой погрешностью в настоящее время отсутствует. «Классические» статистические методы оценки погрешности в данном случае не подходят. ГОСТ Р ИСО 5725-1 такие методики не рассматривает.

10.7.3 Практически единственным способом оценки погрешности МВИ с неустойчивой погрешностью является получение максимальной оценки, исходя из набора такого большого количества статистических данных, чтобы количество неустойчивых ситуаций было достаточно представительным.

10.7.4 Для определения неустойчивых ситуаций рекомендуется алгоритм последовательного исключения аномальных результатов из общей совокупности оценок погрешности: для случайной составляющей погрешности – по критерию Кохрена; для систематической составляющей погрешности – по критерию исключения промахов, до тех пор пока соответствующий критерий не будет выполнен. Результаты, признанные аномальными, представляют неустойчивые ситуации.

10.7.5 Значения оценок случайной погрешности (СКО сходимости), относящиеся к неустойчивым ситуациям, обрабатывают в соответствии с 5.4.3, строя функциональную зависимость оценок от измеряемой величины.

10.7.6 Положительные и отрицательные оценки систематической погрешности обрабатывают отдельно друг от друга, также строя функциональные зависимости оценок от измеряемой величины. Полученные границы будут являться границами неисключенной систематической составляющей погрешности, обусловленной неустойчивостью.

11 Расчетный способ аттестации МВИ

Этот способ аттестации применяется в том случае, если контролируемый параметр является расчетной величиной, представляющей функцию от ряда других параметров, которые также не измеряются непосредственно в момент проведения расчета, а представляют собой некие константы, определенные с известными погрешностями ранее, например, в виде стандартных справочных данных. Таким образом, расчетная МВИ представляет собой частный случай МВИ косвенных измерений (см. раздел 7), но при том, что отдельно случайную и систематическую составляющие погрешности определить невозможно. Если контролируемый параметр выражается формулой

$$Y = F(a_1, a_2, ...a_n) \tag{11.1}$$

и известны границы погрешностей G_i параметров a_i, то границы погрешности параметра Y вычисляются по формуле

$$G = K_\Sigma \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^{N} \left[\frac{\partial F}{\partial a_i} G_i \right]^2} , \tag{11.2}$$

которая представляет собой модифицированную формулу (6.2).

Коэффициент K_Σ зависит от принятой доверительной вероятности («по умолчанию» P = 0,95, см. 4.5.5), вида распределений погрешностей и способов выражения их границ. Для расчетных методик принято считать распределения всех погрешностей как равномерные с математическими ожиданиями, равными нулю и границами $\pm \theta_i$. В этом случае коэффициент K_Σ принимают равным 1,1 (ГОСТ 8.207).

Приложение А
(рекомендуемое)

Примеры аттестации МВИ

А.1 Методика гравиметрического с пероксидным осаждением определения содержания урана в уране и его соединениях

А.1.1 Суть метода

Данный метод основан на осаждении урана в виде этилендиаминтетраацетата уранила, который полностью превращается в пероксид урана через 10 - 15 минут после добавления перекиси водорода. Последующее введение формиатного буферного раствора обеспечивает создание оптимального значения pH, равного 3,5 - 4,0, при котором происходит количественное осаждение урана. Измерение содержания урана заканчивают прокаливанием полученного осадка при температуре (950 ± 50) ^{0}C и взвешиванием полученной при этом закиси-окиси урана. Учет массы золы используемых при отделении осадка фильтров обеспечивается путем проведения с каждой серией измерений «холостого» опыта.

Массовую долю урана X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot F \cdot 100}{M}, \qquad (А.1.1)$$

где m_1 - масса закиси-окиси урана после прокаливания, г;

m_2 - масса золы «холостого опыта», г;

M - масса навески пробы, г;

F - коэффициент пересчета закиси-окиси на уран:

$$F = 0{,}8480085 - 0{,}000016\,P, \qquad (А.1.2)$$

где P – атомная доля U-235 в уране, %.

А.1.2 Оценка неисключенной систематической составляющей погрешности (способ 1)

А.1.2.1 В соответствии с формулой расчета результата измерений (А.1.1) неисключенная систематическая составляющая погрешности методики (θ) обусловлена погрешностью взвешивания навески пробы ($\theta_{пр}$), погрешностью установления массы закиси-окиси урана ($\theta_{тз.о}$) по разности масс (m_1–m_2), погрешностью коэффициента F, являющегося константой (θ_F), и ее значение в относительных единицах рассчитывается по формуле

$$\theta = 1{,}1 \cdot \sqrt{\theta_{пр}^2 + \theta_{тз.о.}^2 + \theta_F^2}\ . \qquad (А.1.3)$$

А.1.2.2 Масса отобранной для анализа пробы устанавливается как разность результатов двух взвешиваний – тары с навеской и пустой тары. Оценка погрешности взвешивания навески пробы проводится по формуле

$$\Delta_{пр} = \sqrt{\Delta_B^2 + \Delta_B^2} = 1{,}4 \cdot \Delta_B\ , \qquad (А.1.4)$$

где Δ_B - предел допустимой погрешности взвешивания весов, мг;

или в относительных единицах $\theta_{пр} = \frac{1{,}4 \cdot \Delta_B}{M}$, (А.1.5)

где M – масса навески пробы, мг.

В соответствии с текстом МВИ отбирается такая навеска пробы, в которой содержится 500 мг урана. Наименьшая масса навески и, соответственно, наибольшее значение относительной погрешности взвешивания навески будет для диоксида урана (навеска порядка 570 мг). Таким образом, значение $\theta_{пр}$ для весов с погрешностями взвешивания $\Delta_в = \pm 0{,}1$ мг и $\Delta_в = \pm 0{,}2$ мг не превысит 0,00025 и 0,00049 относительных единиц, соответственно.

А.1.2.3 Оценка погрешности установления массы $m_{з.о.} = m_1 - m_2$ закиси-окиси урана $\theta_{mз.о}$ проводилась по формуле

- в абсолютных единицах $\Delta m_{з.о.} = \sqrt{\Delta m_1^2 + \Delta m_2^2}$ (А.1.6)

- в относительны единицах $\theta_{mз.о.} = \frac{\sqrt{\Delta_{m1}^2 + \Delta_{m2}^2}}{(m_1 - m_2)}$, (А.1.7)

где Δm_1 – абсолютная погрешность взвешивания массы закиси-окиси, мг;

Δm_2 – абсолютная погрешность определения массы золы «холостого» опыта, мг.

Масса закиси-окиси m_1 определяется по разности результатов двух взвешиваний - взвешивания массы осадка с тиглем и взвешивания массы тигля и значение ее погрешности рассчитывается аналогично погрешности $\Delta_{пр}$ (см. формулу (А.1.4)).

Значение Δm_1 не превысит 0,14 мг для весов с погрешностью взвешивания $\Delta_в = \pm 0{,}1$ мг и 0,28 мг – для весов с $\Delta_в = \pm 0{,}2$ мг.

Значение погрешности «холостого» опыта Δm_2 определяется случайной составляющей (ε_{m2}) и неисключенной систематической составляющей погрешности определения массы золы «холостого» опыта (θ_{m2}) и рассчитывается по формуле

$$\Delta_{m2} = \sqrt{\varepsilon_{m2}^2 + \theta_{m2}^2}, \quad (А.1.8)$$

где $\theta_{m2} = \sqrt{2} \cdot \Delta_B$ - абсолютное значение неисключенной систематической составляющей погрешности определения массы золы «холостого» опыта;

$\varepsilon_{m2} = \frac{1{,}96 \cdot \sigma_{хол}(\overset{o}{\delta})}{\sqrt{n}} \cdot m_2$ - абсолютное значение случайной составляющей погрешности определения массы золы «холостого» опыта,

где $\sigma_{хол}(\overset{o}{\delta})$ - верхняя оценка показателя сходимости результатов определения значений массы золы «холостого» опыта, отн. ед. (устанавливается экспериментальным путем по выборке объемом > 16 результатов);

n – количество параллельных определений массы золы «холостого» опыта, регламентированное методикой ($n = 2$).

На основании результатов измерений по установлению случайной составляющей по-

грешности определения массы золы «холостого» опыта определено значение $\sigma_{хол}(\overset{o}{\delta})$, равное 0,18 отн. ед., и установлена масса золы «холостого» опыта m_2, равная 1,5 мг.

Исходные данные и результаты расчетов $\theta_{тз.о}$ в зависимости от используемых типов весов приведены в таблице А.1.1.

Т а б л и ц а А.1.1

Погрешность используемых весов $\Delta_в$, мг	Δm_1, мг	m_1, мг	m_2, мг	ε_{m2}, мг	θ_{m2}, мг	$\theta_{тз.о}$, отн. ед.
± 0,1	0,14	600	1,5	0,375	0,14	0,00071
± 0,2	0,28	600	1,5	0,375	0,28	0,00091

А.1.2.4 Исходя из формулы (А.1.2), расчета коэффициента F для пересчета закиси-окиси урана на уран, можно сделать вывод, что погрешность установления данного коэффициента (θ_F) определяется погрешностью измерения атомной доли U-235 в анализируемом материале:

в абсолютных единицах $\Delta_F = 0{,}000016\ \Delta_P$,

в относительных единицах $\theta_F = \dfrac{0{,}000016\Delta_P}{0{,}848}$. (А.1.9)

При использовании масс-спектрометрического метода для определения изотопа U-235 доверительные границы погрешности в диапазоне атомных долей U-235 от 1,0 % до 99,9 % не превышает Δ_P = ± 0,3 ат.д., %. Таким образом, погрешность θ_F не превысит значения 0,0000057 относительных единиц, т.е., очевидно, не внесет значимого вклада в суммарную неисключенную систематическую погрешность.

А.1.2.5 На основании проведенных оценок составляющих НСП в соответствии с формулой (А.1.3) устанавливаются значения неисключенной систематической погрешности методики.

Рассчитанные значения составляющих относительной НСП и неисключенной относительной систематической погрешности приведены в таблице А.1.2.

Т а б л и ц а А.1.2

Составляющие относительной НСП, относительная НСП	Относительные значения составляющих НСП и суммарные значения относительной НСП при использовании весов с пределом допустимой погрешности взвешивания $\Delta_в$	
	$\Delta_в$ = ± 0,1 мг	$\Delta_в$ = ± 0,2 мг
$\theta_{пр}$	0,00025	0,00049
$\theta_{з.о.}$	0,00071	0,00091
θ_{Fmax}	0,0000057	0,0000057
θ	0,00083	0,0011

А.1.3 Оценка неисключенной систематической составляющей погрешности (способ 2, косвенные измерения)

А.1.3.1 Для рассматриваемой методики дисперсия погрешности измеряемой величины X определяется выражением

$$S_x^2 = (\frac{\partial X}{\partial m_1})^2 S_{m_1}^2 + (\frac{\partial X}{\partial m_2})^2 S_{m_2}^2 + (\frac{\partial X}{\partial M})^2 S_M^2 + (\frac{\partial X}{\partial F})^2 S_F^2 + 2(\frac{\partial X}{\partial m_1})(\frac{\partial X}{\partial m_2}) r_{m_1 m_2} S_{m_1} S_{m_2} + 2(\frac{\partial X}{\partial m_1})(\frac{\partial X}{\partial M}) r_{m_1 M} S_{m_1} S_M + ..,$$

где $S_{m_1}^2, S_{m_2}^2, S_M^2, S_F^2$ - дисперсии соответствующих величин, измеряемых путем прямых измерений.

Так как корреляция между погрешностями отсутствует, то

$$S_X^2 = (\frac{100F}{M})^2 S_{m_1}^2 + (\frac{100F}{M})^2 S_{m_2}^2 + (\frac{100F(m_1 - m_2)}{M^2})^2 S_M^2 + (\frac{100(m_1 - m_2)}{M})^2 S_F^2 . \qquad (А.1.10)$$

Для расчета значения S_X^2 следует оценить значения дисперсий переменных m_1, m_2, M, F, формирующихся за счет неисключенных систематических составляющих погрешности.

А.1.3.2 Погрешность установления значения массы закиси-окиси урана определяется двумя составляющими – методической погрешностью в условиях сходимости (носит случайный характер) и неисключенной систематической погрешностью взвешивания и по закону накопления ошибок дисперсия значения массы закиси-окиси урана S_{m1}^2 определяется выражением

$$S_{m1}^2 = S_{метод.m1}^2 + S_{взвешивания}^2 \qquad (А.1.11)$$

Величина $S^2_{\text{метод.}m1}$ учтена при оценке показателя сходимости методики.

При оценке дисперсии $S^2_{\text{взвешивания}}$ учтем, что взвешивание массы m_1 производится по разности масс тигля с осадком $m_{\text{тос}}$ и тигля $m_{\text{т}}$: $m_1 = m_{\text{Т}ос} - m_{\text{Т}}$.

Поэтому $S_{взвешивания}^2 = S_{m_1}^2 = S_{m_{\text{ТОС}}}^2 + S_{m_{\text{Т}}}^2 = S_m^2 + S_m^2 = 2S_m^2$, (А.1.12)

где S_m – СКО единичного взвешивания.

Т.к. принимаем, что погрешность весов Δ_m имеет равномерное распределение, то $S_m = \frac{\Delta_m}{\sqrt{3}}$

Таким образом, значение S_{m1} для весов с погрешностью взвешивания ± 0,2 мг составит 0,1633 мг, а для весов с погрешностью ± 0,1 мг составит 0,0816 мг.

А.1.3.3 Масса золы «холостого» опыта m_2 в соответствии с методикой определяется для серии измерений по двум параллельным определениям $m_2 = \frac{m_{2,1} + m_{2,2}}{2}$ и погрешность ее значения, так же как и погрешность значения массы закиси-окиси урана, определяется двумя составляющими – методической погрешностью в условиях сходимости и неисключенной систематической погрешностью взвешивания

$$S_{m2}^2 = S_{метод.m2}^2 + S_{взвешивания}^2 . \qquad (А.1.13)$$

Т.к. для серии результатов измерений в соответствии с методикой используется одно и то же значение «холостого» опыта, т.е. вычитается как «const», то в разброс результатов измерений в условиях сходимости оно не вносит своего вклада. Нужен отдельный эксперимент по установ-

лению среднего квадратического отклонения результатов измерений «холостого» опыта и его верхней оценки $\sigma_{хол}(\overset{o}{\Delta})$. Поскольку результат измерения «холостой» по МВИ – это среднее из двух параллельных определений, то

$$S_{методm2} = \frac{\sigma_{хол}(\overset{o}{\Delta})}{\sqrt{2}}. \qquad (А.1.14)$$

СКО единичного определения «холостого опыта» установлено по результатам 21 измерения и составило 0,201 мг. И, следовательно, верхняя оценка $\sigma_{хол}(\Delta)$ = $к$·0,201 = 1,36·0,201 = 0,273 мг, тогда $S_{метод.m2} = \frac{0,273}{\sqrt{2}} = 0,193\,мг$.

При оценке $S^2_{взвешивания}$ было принято во внимание, что взвешивание m_2 так же, как и взвешивание m_1, проводится по разности масс на весах того же уровня точности $S^2_{взвешивания} = 2(\frac{\Delta_m}{\sqrt{3}})^2$.

Т.о., значение S_{m2} для весов с погрешностью взвешивания ± 0,2 мг составит 0,2528 мг, а для весов с погрешностью ± 0,1 мг составит 0,2095 мг.

А.1.3.4 Погрешность значения массы навески исходной пробы *M* определяется только погрешностью весов и, следовательно, $S_M = S_{взвешивания}$

Т.о., значение S_M для весов с погрешностью взвешивания ± 0,2 мг составит 0,1633 мг, а для весов с погрешностью ± 0,1 мг составит 0,0816 мг.

А.1.3.5 Оценка дисперсии S^2_F коэффициента пересчета закиси-окиси урана на уран проводится исходя из формулы (А.1.2) расчета коэффициента *F*

$$S^2_F = (\frac{\partial F}{\partial P})^2 S^2_P = (0,000016)^2 S^2_P. \qquad (А.1.15)$$

Атомная доля U-235 определяется с использованием масс-спектрометрической МВИ. Доверительные границы погрешности этой методики в диапазоне атомных долей U-235 от 1,0 % до 99,9 % не превышает Δ_P = ± 0,3 ат.д., %. Результаты измерений подчиняются нормальному закону распределения.

Следовательно, S_P = 0,3/1,96 = 0,153, ат.д., %; $S^2_F = 0,000016^2 \cdot 0,153^2 = 6,0 \cdot 10^{-12}$; $S_F = 2,45 \cdot 10^{-6}$.

А.1.3.6 Значения величин, формирующих коэффициенты перед дисперсиями в формуле (А.1.10) рассчитываются, исходя из реальных значений, принимаемых переменными в зависимости от поддиапазона измеряемых массовых долей урана.

Значения масс закиси-окиси урана m_1 и «холостого» опыта m_2 не зависят от диапазона определяемых содержаний и составляют значения ~ 600 и ~ 1,5 мг соответственно.

Значения коэффициента пересчета F в зависимости от значения атомной доли, процентного содержания изотопа U-235 изменяются в диапазоне от F_{max} = 0,848 до F_{min} = 0,846. Учитывая это небольшое различие, а также то, что при установлении приписанной погрешности МВИ используется аппарат верхних оценок, для расчетов коэффициентов перед дисперсиями в (А.1.10) использовано одно, независимо от диапазона содержаний U-235, максимальное значение F_{max}.

Значения массы навески исходной пробы M в зависимости от диапазона определяемых содержаний приведены в таблице А.1.3.

Т а б л и ц а А.1.3

Массовая доля урана на границах поддиапазонов, %	40,0	80,0	90,0
M, мг	~ 1250	~ 625	~ 555

Для расчетов коэффициентов перед дисперсиями в каждом поддиапазоне определяемых содержаний использованы значения M, формирующие наибольшее значение коэффициента. Результаты расчетов приведены в таблице А.1.4.

Т а б л и ц а А.1.4

Массовая доля урана на границах поддиапазонов, %	$100F/M$	$\frac{100F(m_1-m_2)}{M^2}$	$\frac{100(m_1-m_2)}{M}$
40,0	0,06784	0,03248	47,88
80,0	0,13568	0,12993	95,76
90,0	0,15279	0,16477	107,84

А.1.3.7 Расчет интервальной оценки неисключенной систематической составляющей погрешности методики проводится по формуле

$$\theta = 1{,}96 \cdot S_x . \qquad \text{(А.1.16)}$$

В таблицах А.1.5, А.1.6 приведены рассчитанные характеристики неисключенной систематической погрешности в виде точечной (дисперсия S_x^2) и интервальной оценки (θ) в зависимости от диапазона определяемых содержаний и погрешности используемых при измерениях весов.

Т а б л и ц а А.1.5 – Погрешность весов $\Delta_m = \pm$ 0,2 мг

Массовая доля урана, %	S^2_x	θ, м.д., %	$\theta_{отн.}$
40,0	$4{,}448 \cdot 10^{-4}$	0,0413	0,00103
80,0	$20{,}27 \cdot 10^{-4}$	0,0882	0,00110
90,0	$28{,}38 \cdot 10^{-4}$	0,1044	0,00116

Т а б л и ц а А.1.6 – Погрешность весов $\Delta_m = \pm$ 0,1 мг

Массовая доля урана, %	S^2_x	θ, м.д., %	$\theta_{отн.}$
40,0	$2{,}396 \cdot 10^{-4}$	0,03034	0,000758
80,0	$10{,}42 \cdot 10^{-4}$	0,06328	0,000791
90,0	$13{,}59 \cdot 10^{-4}$	0,07220	0,000802

А.2 Уран. Методика титриметрического определения в технологических продуктах

А.2.1 Суть метода

Метод основан на переводе растворенного урана в шестивалентное состояние с дальнейшим его восстановлением железом (II) до урана (IV) и последующем титровании четырехвалентного урана раствором ванадата аммония в присутствии индикатора дифениламиносульфоната натрия. Одновременно с каждой пробой проводят «холостой» опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без анализируемого продукта.

Титр растворов ванадата аммония устанавливают с использованием аттестованных смесей в виде растворов с различной массовой концентрацией ионов урана (VI), приготовленных из ГСО 8363 закиси-окиси урана и аттестованных по процедуре приготовления.

Массовую долю урана X, %, в анализируемой пробе вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - Vo) \cdot T \cdot 100\%}{m \cdot 1000}, \qquad (А.2.1)$$

где V –объем раствора титранта, пошедший на титрование анализируемой навески, см^3;

V_0 – объем раствора титранта, израсходованный на титрование «холостой» пробы, см^3;

T – титр раствора ванадата аммония по урану, мгU/см^3;

m – масса навески анализируемой пробы, г.

А.2.2 Оценка неисключенной систематической составляющей погрешности

А.2.2.1 В соответствии с формулой расчета результата измерения (А.2.1) неисключенная систематическая погрешность методики θ обусловлена погрешностью взятия навески пробы θ_m; погрешностью установления разности объемов раствора ванадата аммония ($V - V_0$), израсходованных на титрование пробы и холостого опыта θ_1, и погрешностью установления титра раствора ванадата аммония θ_T.

Относительное значение НСП методики рассчитывается по формуле

$$\theta = 1{,}1 \cdot \sqrt{\theta_m^2 + \theta_1^2 + \theta_T^2}\,. \qquad (А.2.2)$$

А.2.2.2 Масса отобранной для анализа пробы устанавливается как разность результатов двух взвешиваний – тары с навеской и пустой тары. Оценка погрешности взвешивания навески пробы проводится по формуле

$$\Delta_m = \sqrt{\Delta_B^2 + \Delta_B^2} = 1{,}4 \cdot \Delta_B \text{ или в относительных единицах } \theta_m = 1{,}4 \cdot \frac{\Delta_B}{m}, \qquad (А.2.3)$$

где Δ_B - предел допустимой погрешности взвешивания весов, мг.

А.2.2.3 Оценка относительного значения погрешности установления разности объемов θ_1 проводится по формуле

$$\theta_1 = \frac{\sqrt{\Delta_V^2 + \Delta_{V_o}^2 + 2V_к^2}}{V - V_0}, \qquad (А.2.4)$$

где Δ_V - абсолютная погрешность измерения объема V, см^3;

Δ_{V_o} - абсолютная погрешность измерения объема V_0, см^3;

V – объем раствора титранта, пошедший на титрование анализируемой навески, см^3;

V_0 – объем раствора титранта, израсходованный на титрование «холостой» пробы, см^3;

$V_к$ = 0,03 – объем капли, учитываемый как составляющая НСП для каждого титрования, см^3.

Погрешности измерения объемов Δ_V и Δ_{V_o} обусловлены погрешностью используемой для титрования мерной посуды (бюретки).

Т.к. алгоритм измерений по методике предусматривает проведение «холостого» опыта с каждой анализируемой пробой, то случайная погрешность «холостого» опыта не учитывается в качестве составляющей НСП. Эта погрешность внесет свой вклад в показатель сходимости методики.

В случае если для серии результатов измерений по методике предусмотрено использование одного и того же значения «холостого» опыта для всех анализируемых в серии проб, т.е. вычитается как «const», то в разброс результатов измерений в условиях сходимости случайная погрешность «холостого» опыта не вносит своего вклада. При таком алгоритме измерений случайная погрешность «холостого» опыта должна быть учтена как составляющая НСП. При проведении аттестации методики потребуется отдельный эксперимент по установлению среднего квадратического отклонения результатов измерений «холостого» опыта и его верхней оценки $\overset{o}{\sigma}_{хол}(\Delta)$. Оценка погрешности θ_1 в этом случае должна быть проведена по формуле

$$\theta_1 = \frac{\sqrt{\Delta_V^2 + \Delta_{V_o}^2 + \varepsilon_{V_o}^2 + 2V_к^2}}{V - V_0}, \qquad \text{(А.2.5)}$$

где $\varepsilon_{V_0} = \frac{2 \cdot \overset{o}{\sigma}_{хол}(\Delta)}{\sqrt{n}}$ - абсолютное значение случайной составляющей погрешности определения объема V_0 «холостого» опыта;

n - количество параллельных определений «холостого» опыта, предусмотренное методикой.

А.2.2.4 Значение титра раствора ванадата аммония по урану $T_{NH_4VO_3/U}$, мгU/см^3, рассчитывают по формуле

$$T_{NH_4VO_3/U} = \frac{C_{AC} \cdot V_П}{V_Б - V_0}, \qquad \text{(А.2.6)}$$

где C_{AC} – аттестованное значение массовой концентрации урана в аттестованной смеси, мг/см^3;

$V_П$ – объем аликвоты аттестованной смеси, отбираемый для титрования, см^3;

$V_Б$ – объем раствора титранта, израсходованный на титрование аликвоты аттестованной смеси, см^3;

V_0 – объем раствора титранта, израсходованный на титрование «холостой» пробы, см^3.

За окончательное значение титра раствора ванадата аммония по урану принимают среднее арифметическое значение из результатов пяти параллельных определений.

Таким образом, погрешность установления титра раствора ванадиевокислого аммония θ_T определяется погрешностью аттестованной смеси ΔC_{AC}, погрешностью установления разности

объемов раствора ванадата аммония, израсходованных на титрование пробы и холостого опыта $\Delta(V_Б - V_0)$, погрешностью отбора аликвоты аттестованной смеси $\Delta V_П$, случайной составляющей погрешности установления титра растворов ванадата аммония ε_T. Оценка погрешности установления титра проводится по формуле

$$\theta_T = \sqrt{\left(\frac{\Delta V_П}{V_П}\right)^2 + \left(\frac{\Delta C_{AC}}{C_{AC}}\right)^2 + \left(\frac{\sqrt{\Delta V_Б^2 + \Delta V_0^2 + 2V_k^2}}{V_Б - V_0}\right)^2 + \left(\frac{\varepsilon_T}{T}\right)^2}, \qquad (А.2.7)$$

где $\varepsilon_T = \frac{2 \cdot \sigma_T(\overset{\circ}{\Delta})}{\sqrt{k}}$ - абсолютное значение случайной составляющей погрешности определения титра раствора ванадата аммония;

$\sigma_T(\overset{\circ}{\Delta})$ - верхняя оценка среднего квадратического отклонения результатов измерений титра раствора ванадата аммония;

k - количество параллельных определений титра ванадата аммония, предусмотренное методикой.

А.2.2.5 На основании проведенных оценок составляющих в соответствии с формулой (А.2.2) для каждого поддиапазона измеряемых содержаний урана устанавливаются значения неисключенной систематической погрешности методики.

А.3 Лития гидрид. Методика фотометрического определения азота

А.3.1 Суть метода

Метод основан на фотометрическом определении массовой доли азота с использованием реактива Несслера, образующего с ионами аммония окрашенное соединение.

Навеску гидрида лития растворяют в воде, отгоняют аммиак с помощью водяного пара, который конденсируют в приёмнике с серной кислотой. Проводят измерение интенсивности окраски растворов, полученных после прибавления реактива Несслера. Преобразование аналитических сигналов в единицы содержания азота в анализируемой пробе проводят с использованием градуировочной зависимости оптической плотности растворов от содержания азота. Построение градуировочной характеристики проводят один раз в три месяца методом наименьших квадратов, контроль стабильности градуировки в промежутках между построениями не предусмотрен.

А.3.2 Оценка неисключенной систематической составляющей погрешности

А.3.2.1 Неисключенная систематическая составляющая погрешности методики (θ) обусловлена погрешностью пробоподготовки ($\theta_{пр}$), погрешностью образцов для градуировки ($\theta_{ог}$), погрешностью построения градуировочной характеристики ($\theta_{постр,гр}$), инструментальной составляющей погрешности $\theta_{изм}$ (см. примечание 1), и ее относительное значение вычисляется по формуле

$$\theta = 1{,}1 \cdot \sqrt{\theta_{пр}^{\ 2} + \theta_{ог}^{\ 2} + \theta_{постргр}^{\ 2} + 2\theta_{изм}^{\ 2}}. \qquad (А.3.1)$$

Примечания

1 Строго говоря, вместо инструментальной составляющей погрешности $\theta_{изм}$ необходимо учитывать временной дрейф R. Но его величина не регламентирована в технической документации на средство измерений (спектрофотометр). Там регламентирована лишь погрешность (суммарная) спектрофотометра - $\theta_{изм}$. Проведение специальных исследований временного дрейфа по 6.3.3 в данном случае нецелесообразно, т.к. эта величина невелика в сравнении с другими составляющими погрешности и поэтому небольшое завышение оценки НСП из-за использования $\theta_{изм}$ вместо R несущественно. Наличие множителя 2 в формуле (А.3.1) обусловлено тем, что влияние временного дрейфа сказывается на результатах измерений дважды: при построении градуировочной характеристики и при измерении аналитического сигнала от анализируемых проб.

2 Учет фактора временного дрейфа в данном случае необходим, т.к. в соответствии с условиями измерений по МВИ градуировка СИ осуществляется только один раз в три месяца. Данная составляющая не должна учитываться в случаях, когда схемой измерений по МВИ предусмотрено проведение градуировки с каждой пробой или предусмотрен регулярный контроль стабильности градуировочной характеристики с нормативом, не превышающим значения погрешности градуировки в данной точке.

3 В данном случае погрешность построения градуировочной характеристики $\theta_{постр,гр}$ вычислялась без учета погрешности образцов для градуировки $\theta_{ог}$, т.е. по 6.4.5.3. Поэтому величина $\theta_{ог}$ должна быть учтена отдельно (см. 6.4.6.3).

А.3.2.2 Погрешность пробоподготовки обусловлена погрешностью взвешивания навески пробы и погрешностями мер вместимости при разбавлении раствора пробы – мерных колб и пипеток. Относительное значение погрешности пробоподготовки рассчитывается по формуле

$$\theta_{пр} = \sqrt{\left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \sum_i \left(\frac{\Delta_{V_i}}{V_i}\right)^2}\ , \qquad (А.3.2)$$

где $\frac{\Delta m}{m}$ - погрешность взвешивания навески пробы, при этом $\Delta m = 1{,}4 \cdot \Delta_в$, где $\Delta_в$ - предел допустимой погрешности используемых весов;

$\frac{\Delta V_i}{V_i}$ - погрешности используемых при пробоподготовке мерных колб и пипеток.

А.3.2.3 Относительные значения погрешности образцов для градуировки ($\theta_{ог}$) рассчитываются по формуле

$$\theta_{ог} = \sqrt{\left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta C}{C}\right)^2 + \sum_{i=1}^{6} \left(\frac{\Delta V_i}{V_i}\right)^2}\ , \qquad (А.3.3)$$

где $\frac{\Delta m}{m}$ - погрешность взвешивания навески хлористого аммония – вещества, используемого для внесения в градуировочные растворы определяемого элемента;

$\frac{\Delta C}{C}$ - погрешность, обусловленная степенью загрязненности хлористого аммония;

$\frac{\Delta V_i}{V_i}$ - погрешность i-ой меры вместимости, используемой при приготовлении образцов для градуировки.

А.3.2.4 Погрешность построения градуировочной характеристики в каждой точке градуировочной характеристики рассчитывается в соответствии с 6.4.

А.3.2.5 Погрешность измерения аналитического сигнала (оптической плотности) $\theta_{изм}$ при фотометрировании растворов рассчитывается по формуле

$$\theta_{изм} = \frac{\lg e}{\lg T_0 / T_к} \sqrt{\left(\frac{\Delta T}{T_0}\right)^2 + \left(\frac{\Delta T}{T_к}\right)^2}, \qquad (А.3.4)$$

где ΔT - абсолютная погрешность измерения коэффициента пропускания, % ($\Delta T = 1\%$);

T_0 - коэффициент пропускания раствора сравнения, % ($T_0 = 100\%$);

$T_к$ - коэффициент пропускания, соответствующий оптической плотности фотометрируемого раствора, %.

Расчет $\theta_{изм}$ проводится для каждой точки градуировочной характеристики (в каждом поддиапазоне измеряемых содержаний азота).

А.3.2.6 На основании проведенных оценок составляющих в соответствии с формулой (А.3.1) для каждого поддиапазона измеряемых содержаний азота устанавливаются значения неисключенной систематической погрешности методики.

А.4 Оценка неисключенной систематической составляющей погрешности методики для масс-спектрометрических МВИ

А.4.1 Масс-спектрометрические измерения изотопного состава веществ (наибольший интерес представляют измерения плутония и урана) можно разделить на измерения в твердой фазе и в газовой фазе. Из измерений в твердой фазе наибольшее распространение в отрасли получили измерения на термо-ионизационных масс-спектрометрах и масс-спектрометрах с индуктивно-связанной плазмой. По типу разделения ионных пучков масс-спектрометры чаще встречаются с постоянным магнитом. Исходя из перечисленных масс-спектрометрических установок можно провести классификацию погрешностей масс-спектрометрических измерений. К этапам на которых формируется погрешность в масс-спектрометрических измерениях можно отнести следующие: пробоподготовка и ввод пробы; ионизация и формирование пучка ионов; разделение ионов; детектирование ионов; регистрация ионных токов; обработка.

А.4.2 Пробоподготовка и ввод пробы

Наиболее типичным фактором, оказывающим влияние на погрешность, является фактор, обусловленный влиянием изобарных примесей, различных органических примесей и т.п. Для оценки влияния этого фактора может быть проведена химическая очистка вещества, а так же использование СО с близким химическим составом, после чего производится варьирование фактора на верхнем и нижнем уровне. К данному типу погрешности можно так же отнести погрешность, обусловленную фактором, оказывающим влияние из-за различных типов исходных соединений в анализируемой пробе, что приводит к различной интенсивности ионных пучков. Отчасти здесь же может проявляться эффект фракционирования, но его влияние может быть уменьшено посредством подбора режимов работы прибора, выбора химического соединения анализируемого вещества, а так же подложки.

А.4.3 Ионизация и формирование пучка ионов, разделение ионов

Наибольшее влияние на погрешность измерений оказывает дискриминационный эффект. Снижение этого фактора может достигаться путем уменьшения времени измерений, но при этом увеличивается количество измерений. Фактически это переводит погрешность в разряд случайных (ряд других составляющих погрешности масс-спектрометрических измерений типа дрейфа интенсивностей ионного пучка и т.п. так же могут быть переведены в разряд случайных). Тем не менее оценку данного фактора можно проводить на очищенных пробах или СО с различным изотопным составом, путем варьирования обогащения в анализируемой пробе. Еще одним важным влияющим фактором является эффект памяти, уменьшение его влияния добиваются посредством очистки внутренних частей масс-спектрометра. Для прецизионных измерений может использоваться прием вилки (поочередное измерение пробы и СО более высокого и менее высокого содержания) и т.п.

Например, для оценки погрешности, обусловленной данными факторами, может быть поочередно проведена группа измерений обедненного и обогащенного урана, при этом в качестве оценки фактора используется следующая разница отношений

$$\theta_{фактор} = \frac{\left[\left(\frac{C_{изм}^{235}/C_{изм}^{238}}{C_{CO}^{235}/C_{CO}^{238}}\right)_{верхн} - \left(\frac{C_{изм}^{235}/C_{изм}^{238}}{C_{CO}^{235}/C_{CO}^{238}}\right)_{нижн.}\right]}{2}, \qquad (А.4.1)$$

где $C_{изм}^{i}$ - содержание U-235 или U-238 в анализируемой пробе (средние значения по n – параллельным измерениям);

C_{CO}^{i} - содержание U-235 или U-238 в СО или очищенной пробе;

«верхн.» и «нижн.» – уровни влияния фактора, соответствующие разному обогащению материала.

А.4.4 Детектирование ионов и регистрация

Для данного этапа характерны так же погрешности, носящие дискриминационный характер и связаные с тем, что ширина ионного пучка может превосходить ширину приемника (коллектора). Тут могут возникать и всевозможные краевые эффекты, вносящие дополнительную погрешность. Влияние данных факторов может быть снижено посредством грамотной настройки прибора. Для вторично-электронного умножителя (ВЭУ) могут наблюдаться дискриминационные эффекты из-за зависимости коэффициента усиления от массы изотопа. Наиболее эффективным способом оценки влияния данных факторов может быть использование СО (по разнице измеренного и аттестованного значений).

А.4.5 Обработка результатов измерений

Для современных МВИ измерения выполняются с использованием программных средств. При аттестации МВИ необходимо учитывать возможную погрешность обработки результатов измерений. Оценить влияние данного фактора можно также при использовании СО (по разнице измеренного и аттестованного значений).

Как видно из проведенного анализа, погрешность от ряда факторов может быть «переведена» в разряд случайных погрешностей, а наиболее значимые факторы оценены с использованием однофакторного дисперсионного анализа, при этом при варьировании одного фактора происходит варьирование и части других факторов.

А.4.6 Пример оценки неисключенной состовляющей погрешности для масс-спектрометрических измерений урана

Изотопный состав урана определяется на нескольких масс-спектрометрах типа МАТ-262. Таким образом, погрешности, обусловленные временной нестабильностью ионного тока и т.п., учитываются при оценке случайной составляющей МВИ. Для оценки факторов фракционирования, различных дискриминационных эффектов были проведены многократные измерения СО природного урана и СО обогащенного урана (диоксид урана). Оценка проводилась по формуле (А.4.1). Были получены следующие результаты:

Наименование СО	Аттестованное значение, отношение U235/U238	Измеренное значение U235/U238 по $n = 30$ параллельным определениям (на разных масс-спектрометрах)	$\left(\frac{C^{235}_{изм} / C^{238}_{изм}}{C^{235}_{CO} / C^{238}_{CO}} \right)$	Величина оценки фактора, отн. ед.
СО природного урана	0,000708	0,000708	1,000000	0,0001125
СО обогащенного урана	0,044520	0,044530	1,000225	

А.5 Оценка неисключенной систематической составляющей погрешности методики для гамма-спектрометрических МВИ

А.5.1 Гамма-спектрометрические измерения изотопного состава веществ (наибольший интерес представляют измерения плутония и урана и продуктов их деления) можно разделить на измерения с использованием программной обработки результатов, при которой происходит внутренняя калибровка, и на те, где необходимо построение градуировочной характеристики (общий подход к построению градуировочных характеристик изложен в приложении И). В последнее десятилетие широкое распространение получили гамма-спектрометрические установки на основе приборов U-Pu Inspector с программами обработки спектров MGA и MGAU. Метод измерений, с использованием этих программ обработки спектров, построен на следующем принципе: с помощью полупроводникового гамма-спектрометра с высоким энергетическим разрешением регистрируют фотонное излучение в мягкой области энергий, испускаемое изотопами урана (или плутония) и продуктами их распада.

А.5.2 Неисключенная систематическая составляющая погрешности методики может быть обусловлена несколькими факторами.

Наиболее значимое влияние оказывает фактор, обусловленный толщиной стенки контейнера. Например, если материал контейнера (или упаковки и т.п.) сталь и стенки контейнера толщиной свыше 10 мм, то погрешность, обусловленная этим фактором, при измерении урана может достигать 30 %. Для других материалов необходимо делать пересчет ослабления гамма-излучения. Наиболее простым способом оценки данного фактора может быть варьирование влияющего фактора на различных уровнях.

Например, проводят измерения по всем возможным значениям толщин стенок контейнера - 3, 5, 7, 10 мм, для всего диапазона измерений U-235. При этом проводится не менее 20 параллельных измерений для каждой толщины. Для оценки этого фактора должны быть использованы образцы большой массовой поверхностной плотности. Для каждого результата измерений рассчитывают дисперсии. Образуют интервалы измерений U-235 в зависимости от толщин стенок контейнера. Для каждого из образованных интервалов рассчитывают значение систематической составляющей погрешности измерения U-235, обусловленной влиянием фактора толщины стенки контейнера, по формуле

$$\theta_{кр} = \frac{\left|\overline{X}_{\max} - \overline{X}_{\min}\right|}{2} + 1{,}96 * \sqrt{\frac{S^2_{\max}}{4L} + \frac{S^2_{\min}}{4L}}\ , \qquad (А.5.1)$$

где $\overline{X}_{\max}, \overline{X}_{\min}$ – максимальное и минимальное значение средних арифметических из L-результатов измерений U-235, соответствующих границам интервалов значений толщин стенок контейнера;

$S^2_{\max}, S^2_{\min}$ - значения дисперсий для максимального и минимального значений измеренных величин, соответствующих границам образованных интервалов содержания U-235.

Для контейнеров из других видов материалов следует производить расчет значений толщин стенок контейнера по формуле

$$d_{др.мат} = d_{таб} \cdot \frac{\mu_{др.мат.} \cdot \rho_{др.мат}}{\mu_{таб} \cdot \rho_{таб}}\ , \qquad (А.5.2)$$

где $\rho_{др.мат}$ и $\rho_{таб}$ – плотности другого материала и стали, соответственно;

$d_{таб}$ и $d_{др.мат}$ – толщины стенок контейнера из стали и другого материала соответственно;

$\mu_{таб}$ и $\mu_{др.мат.}$ – массовые коэффициенты ослабления излучения в стали и другом материале соответственно.

Формула (А.5.2) справедлива для линейных коэффициентов ослабления.

А.5.3 Важным фактором, оказывающим влияние на погрешность МВИ, является фактор массовой поверхностной плотности измеряемых образцов. Оценка данного фактора может быть проведена на основании результатов измерений модельных проб, приготавливаемых с различными массовыми поверхностными плотностями. Например, для материалов, содержащих примерно 0,3, 0,5, 1,5, 3,0, 5,0, 7,0, 10,0 гU/см^2, проводятся многократные измерения каждой модельной пробы. Оценка влияния массовой поверхностной плотности может быть проведена по формуле (А.5.1).

А.5.4 При гамма-спектрометрических измерениях влияющим фактором на погрешность МВИ является погрешность определения эффективности регистрации гамма-спектрометра. Используемая в МВИ программа обработки спектров проводит определение относительной эффективности регистрации по пикам измеряемого материала (внутреннюю калибровку), поэтому величина данного фактора не будет превосходить погрешности используемых СО по МВИ.

А.5.5 Приборная погрешность, как правило, переводится в разряд случайных погрешностей путем набора данных на нескольких приборах при аттестации МВИ.

А.5.6 Существенное влияние на погрешность МВИ оказывает время набора спектра. При аттестации чаще всего выбирается конкретный временной режим или несколько режимов и для этих условий устанавливаются характеристики МВИ.

А.6 Методика контроля толщины стенки труб из сплавов циркония (пример «технологической» составляющей погрешности)

А.6.1 Принцип действия установки, применяемой в методике, основан на измерении временного интервала между ультразвуковым сигналом, отраженным от наружной и внутренней поверхности трубы. Установка осуществляет линейное поступательное перемещение трубы. При этом измерительный блок установки, содержащий пьезоэлектрические преобразователи, вращается вокруг трубы. За один оборот производится 40 измерений толщины стенки, труба при этом перемещается на 2 мм.

А.6.2 Длительность измеряемого временного интервала τ пропорциональна толщине стенки трубы T: $\tau = T/v$, однако зависит и от скорости распространения ультразвука v в материале трубы. Скорость распространения ультразвука v может быть неоднородной: различной для труб разных партий, для труб одной партии, и даже в разных местах одной трубы. Это приводит к «технологической» составляющей погрешности. Ее исследование проводилось следующим образом. На установке измерялась толщина стенки выбранного участка трубы, этот участок вырезался и толщина стенки измерялась средствами линейно-угловых измерений (интерферометром). Такие сравнительные измерения были проведены на большом количестве отрезков труб, вырезанных из труб разных партий. В результате были определены СКО, характеризующие неоднородность труб по скорости распространения ультразвука: «внутрипартийное» СКО $\sigma_{вп}$, характеризующее разброс скорости ультразвука в трубах одной партии, и «межпартийное» СКО $\sigma_{мп}$ – характеризующее разброс скорости ультразвука между трубами разных партий.

А.6.3 Величина $\sigma_{вп}$ является аналогом показателя сходимости результатов измерений, а $\sigma_{мп}$ - аналогом показателя воспроизводимости (для краткости здесь мы не рассматриваем другие составляющие погрешности данной методики, а только лишь составляющие, обусловленные влиянием скорости ультразвука), и, естественно, обе они входят в погрешность методики. Но помимо этих величин есть еще и величина, являющаяся аналогом правильности. Действительно, настройка установки производится по стандартным образцам и, если скорость ультразвука в стандартном образце не равна средней (по всем возможным партиям труб) скорости ультразвука в контролируемых трубах, то это приведет к систематическому сдвигу результатов измерений. Поэтому методикой предусмотрено регулярное определение средней скорости ультразвука в контролируемых трубах и периодическое ее уточнение. В свою очередь, каждому экземпляру стандартного образца присваивается значение «акустической поправки», определяющейся разностью между скоростью ультразвука в этом образце и средней скоростью ультразвука в контролируемых трубах.

А.7 МВИ диаметра топливных таблеток (пример «технологической» составляющей погрешности)

А.7.1 Методика предназначена взамен применяемых для измерений диаметра таблеток стандартизованных средств измерений – обычных гладких микрометров МК-25. Необходимость методики обусловлена предполагаемым ужесточением требований к характеристикам таблеток, в т.ч. и к диаметру. Необходимо отметить, что форма реальных таблеток из диоксида урана неидеальна, отличается от идеального цилиндра: таблетка может быть конусной, седловидной, бочкообразной и т.д., что делает необходимым измерение диаметра в разных сечениях по длине таблетки. Применение гладкого микрометра МК-25 не позволяет это осуществить, т.к. диаметр пятки микрометра составляет 8 мм, а номинальная длина таблетки – 10 мм. Для повышения точности измерений и обеспечения измерений диаметра в разных сечениях по длине таблетки был предложен прибор, перемещающий таблетку параллельно ее оси и измеряющий диаметр в нескольких сечениях. Прибор имеет высокую точность: и систематическая, и случайная составляющие погрешности, определенные на мерах – стальных цилиндрах с формой, близкой к идеальной, оказались не более ± 2 мкм.

А.7.2 Однако таблетка может иметь неидеальную форму и в каждом сечении – она может быть овальной, иметь нечетную огранку и т.д. Очевидно, что схема измерений для рассматриваемого прибора не обеспечивает измерений диаметра, учитывающих такие неидеальности формы таблетки. Поэтому овальность таблеток непосредственно войдет в погрешность измерений. Определить овальность таблетки можно с помощью другого прибора, обеспечивающего измерение при вращении таблетки.

А.7.3 В данном случае на «технологическую» составляющую погрешности непосредственно влияет овальность таблеток. Для ее определения необходимо исследовать технологическое распределение овальности штатных таблеток. В дальнейшем при применении методики необходимо контролировать эту составляющую, поскольку изменения технологии приведут и к ее изменению.

А.8 МВИ плотности и пористости топливных таблеток методом гидростатического взвешивания (пример исключения корреляции между влияющими погрешностями)

А.8.1 Топливную таблетку взвешивают (D – «сухая» масса таблетки), насыщают ее поры водой, «промакивают» таблетку, удаляя воду с поверхности таблетки, но оставляя ее в открытых порах, и определяют «насыщенную» массу таблетки M. Затем таблетку взвешивают в воде (результат взвешивания – S). Плотность таблетки ρ, г/см^3, вычисляют по формуле

$$\rho = \rho_в(t)D/(M\text{-}S), \qquad (А.8.1)$$

где $\rho_в(t)$ – значение плотности воды, как функция ее температуры.

А.8.2 Было бы неверно для оценки неисключенной составляющей погрешности вычислять ее как

$$\theta = 1{,}1\sqrt{\left[\frac{\partial\rho}{\partial\rho_в}\Delta_{\rho в}\right]^2 + \left[\frac{\partial\rho}{\partial D}\Delta_D\right]^2 + \left[\frac{\partial\rho}{\partial M}\Delta_M\right]^2 + \left[\frac{\partial\rho}{\partial S}\Delta_S\right]^2}, \qquad (А.8.2)$$

поскольку погрешности измерения величин D, M, S коррелированны друг с другом, да и непонятно, как оценить погрешности Δ_M и Δ_S.

А.8.3 Для исключения корреляции преобразуем формулу (А.8.1), введя обозначения

$$m = M\text{-}D, \qquad V = (D\text{-}S)/\rho_в, \qquad (А.8.3)$$

тогда

$$\rho = \rho_в D/[(M\text{-}D) + (D\text{-}S)] = \rho_в D/[m + V\rho_в]. \qquad (А.8.4)$$

Теперь величины $\rho_в$, D, m – масса воды в открытых порах таблетки, V - воображаемый объем таблетки (каким был бы объем, если бы не было открытых пор) некоррелированы друг с другом и легко можно оценить их погрешности:

- $\Delta_{\rho в}$ – это погрешность табличных значений зависимости плотности воды от температуры;

- Δ_D – погрешность взвешивания сухой таблетки;

- Δ_V – погрешность измерений объема объекта, не имеющего пор; она может быть определена по результатам взвешивания в воде меры объема в виде стального шара объемом, близким к объему таблетки;

- Δ_m – погрешность разности насыщенной и сухой масс, т.е. погрешность процедур насыщения и промакивания; она может быть определена по разбросу результатов измерений величины m на реальных таблетках с разной открытой пористостью.

В результате получим:

$$\theta = 1{,}1\sqrt{\left[\frac{\partial\rho}{\partial\rho_в}\Delta_{\rho в}\right]^2 + \left[\frac{\partial\rho}{\partial D}\Delta_D\right]^2 + \left[\frac{\partial\rho}{\partial m}\Delta_m\right]^2 + \left[\frac{\partial\rho}{\partial V}\Delta_V\right]^2}. \qquad (А.8.5)$$

А.8.4 Случайную составляющую погрешности в условиях сходимости необходимо определять на реальных таблетках.

А.9 Методика вихретокового контроля содержания гадолиния в таблетках снаряженного твэла (пример МВИ с неустойчивой погрешностью)

А.9.1 Принцип действия применяемой в МВИ установки основан на регистрации сигнала, зависящего от магнитной восприимчивости таблеток, а следовательно, от содержания гадолиния в таблетках, поскольку магнитная восприимчивость окиси гадолиния примерно в 200 раз больше, чем диоксида урана. При контроле содержания гадолиния в таблетках штатных твэлов обнаружилось, что на некоторых таблетках величина выходного сигнала по неизвестной причине в 4-5 раз больше, чем на соседних таблетках. Это явление (неустойчивая ситуация) наблюдается довольно редко – примерно на одной таблетке из 10000, т.е. примерно в одном твэле из 30 (в твэле около 300 таблеток).

А.9.2 Проведенный химический анализ содержания гадолиния в «аномальных» таблетках показал, что содержание гадолиния в «аномальных» таблетках соответствует норме. Аномально большая величина сигнала может быть обусловлена наличием в материале таблеток магнитных примесей (железа, никеля). При аттестации методики, естественно, учитывалась дополнительная погрешность, обусловленная этим фактором. Эта погрешность оценивалась, исходя из того, что содержание магнитных материалов в таблетках не превышает установленной в технических условиях нормы. Но такой подход оказался неверным, поскольку методы химического анализа содержания железа, естественно, не могут обнаружить его аномальное содержание в одной таблетке из 10000, да это и не требуется. Возможно, аномально большая величина сигнала обусловлена осколками магнитных материалов, хоть и редко, но попадающих в твэл (возможно, это микроосколки пресс-формы).

А.9.3 В данном случае, неустойчивая погрешность методики обусловлена редко появляющимся фактором и тем не менее, эта методика не может быть допущена к применению, т.к. это приведет к значительным экономическим потерям вследствие ложной перебраковки около 3 % твэлов. Единственным способом является доработка установки и МВИ путем включения дополнительного измерительного канала и исключения влияния магнитных примесей.

А.10 Металлографическая МВИ характеристик эвтектоидных включений в бронзе (пример МВИ с неустойчивой погрешностью)

А.10.1 МВИ заключается в подготовке металлографического шлифа слитка бронзы, получения файла изображения этого участка шлифа с помощью микроскопа, видеокамеры и устройства видеозахвата и обработки изображения компьютерной программой.

А.10.2 Если слиток содержит «толстые» эвтектоидные включения, то это негативно скажется при технологической обработке (растворении) слитков. Поэтому в качестве основной характеристики, определяющей качество слитков бронзы, технологами были выбраны диаметры окружностей, вписанных в узлы эвтектоидных включений, и соответствующее техническое требование было сформулировано в виде: «Наибольший диаметр окружности ... на поле шлифа размерами … должен быть не более … мкм».

А.10.3 Аппаратурное и программное обеспечение МВИ позволяет достаточно надежно отличить участки шлифа, занятые эвтектоидными включениями, от основной фазы – относительная погрешность определения доли площади шлифа, занятой эвтектоидными включениями, невелика - не превышает ± 0,6 %. Однако в отношении вписанных окружностей возникают трудности. Если в центре эвтектоидного узла есть участок основной фазы, он сразу вдвое уменьшит диаметр вписанной окружности, хотя на растворимость эвтектоидного узла практически не по-

влияет. Причем, если этот участок мал, то при воспроизведении измерений он может быть идентифицирован, как участок основной фазы, а может быть и нет, т.е. принят за эвтектоидное включение. В результате случайная погрешность МВИ резко вырастет, т.е. будет неустойчивой. В аналогичных случаях часто используют ограничивающие формулировки, например, «участки основной фазы внутри эвтектоидного узла размером менее 5 мкм не учитывают». Но такие формулировки не решают проблемы. Во-первых, вследствие случайной погрешности размер граничного участка основной фазы может быть определен как менее, так и более 5 мкм, что, очевидно, не устраняет неустойчивости погрешности. Во-вторых, если внутри эвтектоидного узла находится много участков основной фазы размером 3-4 мкм, то такой узел легко растворится, но результаты металлографического контроля будут признаны отрицательными.

А.10.4 В данном случае причина неустойчивости погрешности заключается в некорректной формулировке технических требований к характеристике, определяющей качество слитков. Действительно, диаметр вписанной окружности – характеристика интуитивно понятная, и создается впечатление, что она легко может быть проконтролирована. Но это впечатление неверное. В данном случае можно лишь значительно уменьшить частоту появления неустойчивых ситуаций путем введения корректных требований.

Примеров МВИ с неустойчивой погрешностью, аналогичных приведенному, довольно много. Но общего решения, как устранить неустойчивость погрешности, нет. Иногда путем введения более корректных формулировок технических требований удается полностью устранить неустойчивость, а иногда не полностью, но погрешность может быть снижена до приемлемого уровня с точки зрения экономических потерь вследствие ложной перебраковки продукции.

Приложение Б
(справочное)

Проверка на нормальность по W-критерию

Б.1 Полученные данные располагают в порядке их возрастания ($3 \le n \le 50$)

Б.2 Данные оформляют в виде таблицы

1	*2*	*3*	*4*	*5*	*6*	*7*
i	x_i	x_i^2	*j*	a_{n-j+1}	$x_{n-j+1} - x_j$	*[5]*[6]*
1	X_1	x_1^2				
2	x_2	x_2^2				
3	x_3	x_3^2				
...	...	...	...	...	...	...
n-l+1	x_{n-l+1}	x_{n-l+1}^2	*n-l*	a_{n-l+1}	$x_{n-l+1} - x_l$	$a_{n-l+1} * (x_{n-l+1} - x_l)$
...	...	...	...	...	...	...
n-1	x_{n-1}	x_{n-1}^2	*2*	a_{n-1}	$x_{n-1} - x_2$	$a_{n-1} * (x_{n-1} - x_2)$
n	x_n	x_n^2	*1*	a_n	$x_n - x_1$	$a_n * (x_n - x_1)$
	$\sum_{i=1}^{n} x_i$	$\sum_{i=1}^{n} x_i^2$				$\sum_{j=1}^{l} a_{n-j+1} \cdot (x_{n-j+1} - x_j)$

В графы 1, 2 и 3 заносятся порядковые номера упорядоченных данных, сами данные и их квадраты соответственно.

В графу 4 заносятся значения порядкового индекса j для $j = 1,2,..,l$ в обратном порядке, чем индекс i. При этом:

- $l = n/2$, если n четное;
- $l = (n-1)/2$, если n нечетное.

В графу 5 записываются к индексу j соответствующие величины коэффициентов a_{n-j+1}. Значения коэффициентов находят по таблице Б.1.

В графу 6 заносятся разности чисел $x_{n-l+1} - x_l$ для $j = 1,2,\ldots,l$.

В графу 7 заносятся значения произведений $a_{n-l+1} \cdot (x_{n-l+1} - x_l)$ для $j = 1,2,\ldots,l$.

Б.3 При помощи сумм полученных в графах 2, 3 и 7 вычисляются характеристики

$$\varphi^2 = \sum_{i=1}^{n} x_i^2 - \frac{\left(\sum_{i=1}^{n} x_i\right)^2}{n}, \qquad b^2 = \left[\sum_{j=1}^{l} a_{n-j+1} \cdot (x_{n-j+1} - x_j)\right]^2,$$

и находят значение критерия: $W = \dfrac{b^2}{\varphi^2}$.

Б.4 Для данного уровня значимости α находят в таблице Б.2 соответствующую величину W^*. Для найденной величины W^* справедливо, что $\alpha = P\{W < W^*\}$. Следовательно, вероятность того, что вычисленное значение W будет меньше величины W^*, равна α, и критическую область образуют все значения $W < W^*$.

Б.5 Принятие решения

Б.5.1 Заключение о том, что проверяемая гипотеза отвергается, то есть, что опытное распределение не соответствует нормальному, делают, если вычисленное значение критерия W попадает в критическую область, то есть справедливо $W < W^*$.

Б.5.2 Заключение о том, что проверяемая гипотеза не отвергается, то есть, что опытное распределение соответствует нормальному, делают, если вычисленное значение критерия W не попадает в критическую область, то есть справедливо $W \geq W^*$.

Т а б л и ц а Б.1 - Коэффициенты a_{n-j+1} для вычисления критерия проверки W

j	n									
	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1	0,7071	0,6872	0,6646	0,6431	0,6233	0,6052	0,5888	0,5789	0,5601	0,5475
2	-	0,1677	0,2413	0,2806	0,3031	0,3164	0,3244	0,3291	0,3315	0,3325
3	-	-	-	0,0875	0,1401	0,1743	0,1976	0,2141	0,2260	0,2347
4	-	-	-	-	-	0,0561	0,0947	0,1224	0,1429	0,1586
5	-	-	-	-	-	-	-	0,0399	0,0695	0,0922
6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,0303

Продолжение таблицы Б.1

j	n									
	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
1	0,5359	0,5251	0,5150	0,5056	0,4968	0,4886	0,4808	0,4734	0,4643	0,4590
2	0,3325	0,3318	0,3306	0,3290	0,3273	0,3253	0,3232	0,3211	0,3185	0,3156
3	0,2412	0,2460	0,2495	0,2521	0,2540	0,2553	0,2561	0,2565	0,2578	0,2571
4	0,1707	0,1802	0,1878	0,1939	0,1988	0,2027	0,2059	0,2085	0,2119	0,2131
5	0,1099	0,1240	0,1353	0,1447	0,1524	0,1587	0,1641	0,1686	0,1736	0,1764
6	0,0539	0,0727	0,0880	0,1005	0,1109	0,1197	0,1271	0,1334	0,1399	0,1443
7	-	0,0240	0,0433	0,0593	0,0725	0,0837	0,0932	0,1013	0,1092	0,1150
8	-	-	-	0,0196	0,0359	0,0496	0,0612	0,0711	0,0804	0,0878
9	-	-	-	-	-	0,0163	0,0303	0,0422	0,0530	0,0618
10	-	-	-	-	-	-	-	0,0140	0,0263	0,0368
11	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,0122

Продолжение таблицы Б.1

j	*n*									
	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32
1	0,4542	0,4493	0,4450	0,4407	0,4366	0,4328	0,4291	0,4254	0,4220	0,4188
2	0,3126	0,3098	0,3069	0,3043	0,3018	0,2992	0,2968	0,2944	0,2921	0,2898
3	0,2563	0,2554	0,2543	0,2533	0,2522	0,2510	0,2499	0,2487	0,2475	0,2463
4	0,2139	0,2145	0,2148	0,2151	0,2152	0,2151	0,2150	0,2148	0,2145	0,2141
5	0,1787	0,1807	0,1822	0,1836	0,1848	0,1857	0,1864	0,1870	0,1874	0,1878
6	0,1480	0,1512	0,1539	0,1563	0,1534	0,1601	0,1616	0,1630	0,1641	0,1651
7	0,1201	0,1245	0,1283	0,1316	0,1346	0,1372	0,1395	0,1415	0,1433	0,1449
8	0,0941	0,0997	0,1046	0,1089	0,1123	0,1162	0,1192	0,1219	0,1243	0,1265
9	0,0696	0,0764	0,0823	0,0876	0,0923	0,0965	0,1002	0,1036	0,1066	0,1093
10	0,0459	0,0539	0,0610	0,0672	0,0728	0,0778	0,0822	0,0862	0,0899	0,0931
11	0,0228	0,0321	0,0403	0,0476	0,0540	0,0598	0,0650	0,0697	0,0739	0,0777
12	-	0,0107	0,0200	0,0284	0,0358	0,0424	0,0483	0,0537	0,0585	0,0629
13	-	-	-	0,0094	0,0178	0,0253	0,0320	0,0381	0,0435	0,0485
14	-	-	-	-	-	0,0081	0,0159	0,0227	0,0289	0,0344
15	-	-	-	-	-	-	-	0,0076	0,0144	0,0206
16	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,0068

Продолжение таблицы Б.1

j	*n*								
	33	34	35	36	37	38	39	40	41
1	0,4156	0,4127	0,4096	0,4068	0,4040	0,4015	0,3989	0,3964	0,3940
2	0,2876	0,2854	0,2834	0,2813	0,2794	0,2774	0,2755	0,2737	0,2719
3	0,2451	0,2439	0,2427	0,2415	0,2403	0,2391	0,2380	0,2368	0,2357
4	0,2137	0,2132	0,2127	0,2121	0,2116	0,2110	0,2104	0,2096	0,2091
5	0,1880	0,1882	0,1883	0,1883	0,1883	0,1881	0,1880	0,1878	0,1876
6	0,1660	0,1667	0,1674	0,1678	0,1683	0,1686	0,1689	0,1691	0,1693
7	0,1463	0,1475	0,1487	0,1496	0,1505	0,1513	0,1520	0,1526	0,1531
8	0,1284	0,1301	0,1317	0,1331	0,1344	0,1356	0,1365	0,1376	0,1384
9	0,1118	0,1140	0,1160	0,1178	0,1198	0,1211	0,1225	0,1237	0,1248
10	0,0961	0,0988	0,1014	0,1036	0,1056	0,1075	0,1092	0,1108	0,1123
11	0,0812	0,0844	0,0873	0,0890	0,0924	0,0947	0,0967	0,0996	0,1014
12	0,0669	0,0706	0,0739	0,0770	0,0798	0,0824	0,0818	0,0870	0,0891
13	0,0530	0,0572	0,0610	0,0645	0,0677	0,0706	0,0733	0,0759	0,0782
14	0,0395	0,0441	0,0484	0,0523	0,0559	0,0592	0,0622	0,0651	0,0677
15	0,0262	0,0314	0,0368	0,0404	0,0444	0,0481	0,0515	0,0546	0,0575
16	0,0131	0,0187	0,0239	0,0287	0,0331	0,0372	0,0402	0,0444	0,0476
17	-	0,0062	0,0119	0,0112	0,0220	0,0264	0,0305	0,0343	0,0379
18	-	-	-	0,0052	0,0110	0,0158	0,0203	0,0244	0,0283
19	-	-	-	-	-	0,0053	0,0101	0,0146	0,0188
20	-	-	-	-	-	-	-	0,0049	0,0084

Окончание таблицы Б.1

j	*n*								
	42	43	44	45	46	47	48	49	50
1	0,3917	0,3894	0,3872	0,3850	0,3830	0,3808	0,3789	0,3770	0,3751
2	0,2701	0,2684	0,2667	0,2651	0,2635	0,2620	0,2604	0,2589	0,2574
3	0,2345	0,2334	0,2323	0,2313	0,2302	0,2291	0,2281	0,2271	0,2260
4	0,2085	0,2078	0,2072	0,2065	0,2058	0,2052	0,2045	0,2038	0,2032
5	0,1874	0,1871	0,1868	0,1865	0,1862	0,1859	0,1855	0,1851	0,1847
6	0,1694	0,1695	0,1695	0,1695	0,1695	0,1695	0,1693	0,1692	0,1691
7	0,1535	0,1539	0,1542	0,1545	0,1548	0,1550	0,1551	0,1553	0,1554
8	0,1392	0,1398	0,1405	0,1410	0,1415	0,1420	0,1423	0,1427	0,1430
9	0,1259	0,1268	0,1278	0,1286	0,1293	0,1300	0,1306	0,1312	0,1317
10	0,1136	0,1149	0,1160	0,1170	0,1180	0,1189	0,1197	0,1205	0,1212
11	0,1020	0,1035	0,1049	0,1062	0,1073	0,1085	0,1095	0,1105	0,1113
12	0,0909	0,0927	0,0943	0,0959	0,0972	0,0986	0,0998	0,1010	0,1020
13	0,0804	0,0824	0,0842	0,0860	0,0876	0,0892	0,0906	0,0919	0,0932
14	0,0701	0,0729	0,0745	0,0765	0,0783	0,0801	0,0817	0,0832	0,0846
15	0,0602	0,0628	0,0651	0,0673	0,0694	0,0713	0,0731	0,0748	0,0764
16	0,0506	0,0534	0,0569	0,0584	0,0522	0,0628	0,0648	0,0667	0,0685
17	0,0411	0,0442	0,0471	0,0497	0,0439	0,0546	0,0568	0,0588	0,0608
18	0,0318	0,0352	0,0383	0,0412	0,0357	0,0465	0,0489	0,0511	0,0532
19	0,0227	0,0263	0,0295	0,0328	0,0277	0,0385	0,0411	0,0436	0,0459
20	0,0136	0,0175	0,0211	0,0245	0,0197	0,0307	0,0335	0,0361	0,0386
21	0,0045	0,0087	0,0126	0,0163	0,0118	0,0229	0,0259	0,0288	0,0314
22	-	-	0,0042	0,0081	0,0039	0,0153	0,0185	0,0215	0,0244
23	-	-	-	-	-	0,0076	0,0111	0,0143	0,0174
24	-	-	-	-	-	-	0,0037	0,0071	0,0104
25	-	-	-	-	-	-	-	-	0,0035

Т а б л и ц а Б.2 - Квантили распределения проверочного критерия нормальности W для n = 3 - 50

n	α		n	α		n	α	
	0,05	0,10		0,05	0,10		0,05	0,10
3	0,767	0,789	19	0,901	0,917	35	0,934	0,944
4	0,748	0,792	20	0,905	0,920	36	0,935	0,945
5	0,762	0,806	21	0,908	0,923	37	0,936	0,946
6	0,788	0,826	22	0,911	0,926	38	0,938	0,947
7	0,803	0,838	23	0,914	0,928	39	0,939	0,948
8	0,818	0,851	24	0,916	0,930	40	0,940	0,949
9	0,829	0,859	25	0,918	0,931	41	0,941	0,950
10	0,842	0,869	26	0,920	0,933	42	0,942	0,951
11	0,850	0,876	27	0,923	0,935	43	0,943	0,951
12	0,859	0,883	28	0,924	0,936	44	0,944	0,952
13	0,866	0,889	29	0,926	0,937	45	0,945	0,953
14	0,874	0,895	30	0,927	0,939	46	0,945	0,953
15	0,881	0,901	31	0,929	0,940	47	0,946	0,954
16	0,887	0,906	32	0,930	0,941	48	0,947	0,954
17	0,892	0,910	33	0,931	0,942	49	0,947	0,955
18	0,897	0,914	34	0,933	0,943	50	0,947	0,955

Приложение В
(справочное)

Проверка на нормальность по составному критерию

При числе результатов наблюдений $15< n <50$ нормальность их распределения проверяют при помощи составного критерия (по ГОСТ 8.207).

Критерий 1. Вычисляют отношение $\widetilde{d}$

$$\widetilde{d} = \frac{\sum_{i=1}^{n} |x_i - \bar{x}|}{nS^*}, \qquad (В.1)$$

где S^* - смещенная оценка среднего квадратического отклонения, вычисляемая по формуле

$$S^* = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})^2}{n}}. \qquad (В.2)$$

Результаты наблюдений группы можно считать распределенными нормально, если $d_{1-q_1/2} < \widetilde{d} \le d_{q_1/2}$, где $d_{1-q_1/2}$ и $d_{q_1/2}$ - квантили распределения – табличные данные по числу n и заранее выбранному уровню значимости критерия q_1.

Критерий 2. Можно считать, что результаты наблюдений принадлежат нормальному распределению, если не более m разностей $|x_i - \bar{x}|$ превзошли значение $z_{P/2} \cdot S$, где S - оценка среднего квадратического отклонения, вычисляемая по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}, \qquad (В.3)$$

а $z_{P/2}$ - верхняя квантиль распределения нормальной функции Лапласа, отвечающая вероятности $P/2$. Значение P определяют по выбранному уровню значимости q_2 и по числу результатов наблюдений n.

В случае если при проверке нормальности распределения результатов наблюдений группы для критерия 1 выбран уровень значимости q_1, а для критерия 2 q_2, то результирующий уровень значимости составного критерия $q \le q_1 + q_2$.

В случае если хотя бы один из критериев не соблюдается, то считают, что распределение результатов наблюдений группы не соответствует нормальному.

Т а б л и ц а В.1 – Статистика d

n	$(q_1/2)\cdot 100$ %	$(1-q_1/2)\cdot 100$ %
	5 %	95 %
16	0,8884	0,7236
21	0,8768	0,7304
26	0,8686	0,7360
31	0,8625	0,7404
36	0,8578	0,7440
41	0,8540	0,7470
46	0,8508	0,7496
51	0,8481	0,7518

Т а б л и ц а В.2 – Значения $Z_{P/2}$

n	m	$(q_1/2)\cdot 100$ % 5 %	Z
10	1	0,96	2,05
11-14	1	0,97	2,17
15-20	1	0,98	2,33
21-22	2	0,96	2,05
23	2	0,96	2,05
24-27	2	0,97	2,17
28-32	2	0,97	2,33
33-35	2	0,98	2,33
36-49	2	0,98	2,33

Приложение Г
(справочное)

Критерий Колмогорова

Г.1 Для применения критерия Колмогорова экспериментальные данные (ЭД) требуется представить в виде вариационного ряда (ЭД недопустимо объединять в разряды). В качестве меры расхождения между теоретической $F(x)$ и эмпирической $F_n(x)$ функциями распределения непрерывной случайной величины X используется модуль максимальной разности

$$d_n = \max\left|F(x) - F_n(x)\right| \qquad (Г.1)$$

А.Н. Колмогоров доказал, что какова бы ни была функция распределения $F(x)$ величины X при неограниченном увеличении количества наблюдений n функция распределения случайной величины $d_n\sqrt{n}$ асимптотически приближается к функции распределения

$$K(\lambda) = P(d_n\sqrt{n} < \lambda) = \sum_{k=-\infty}^{\infty}(-1)^k \exp(-2k^2\lambda^2)\,. \qquad (Г.2)$$

Иначе говоря, критерий Колмогорова характеризует вероятность того, что величина $d_n\sqrt{n}$ не будет превосходить параметр λ для любой теоретической функции распределения. Уровень значимости α выбирается из условия

$$P(d_n\sqrt{n} > \lambda) = \alpha = 1 - K(\lambda)\,, \qquad (Г.3)$$

в силу предположения, что почти невозможно получить это равенство, когда существует соответствие между функциями $F(x)$ и $F_n(x)$. Критерий Колмогорова позволяет проверить согласованность распределений по малым выборкам, он проще критерия χ^2 -квадрат, поэтому его часто применяют на практике. Но требуется учитывать два обстоятельства.

Г.2 В соответствии с условиями применения критерия, выстроив результаты измерения в порядке возрастания и присвоив каждому индекс «*i*»: $i = 1\ldots n$, необходимо пользоваться следующим соотношением

$$d_n = \max(d_n^+, d_n^-)\,, \qquad (Г.4)$$

где $d_n^+ = \max\limits_{1\le i\le n}\left|\frac{i}{n} - F(x_i)\right|; d_n^- = \max\limits_{1\le i\le n}\left|F(x_i) - \frac{i-1}{n}\right|.$ (Г.5)

Г.3 Условия применения критерия предусматривают, что теоретическая функция распределения известна полностью – известны вид функции и значения ее параметров. На практике параметры обычно неизвестны и оцениваются по ЭД. Но критерий не учитывает уменьшение числа степеней свободы при оценке параметров распределения по исходной выборке. Это приводит к завышению значения вероятности соблюдения нулевой гипотезы, т.е. повышается риск при-

нять в качестве правдоподобной гипотезу, которая плохо согласуется с ЭД (повышается вероятность совершить ошибку второго рода). В качестве меры противодействия такому выводу следует увеличить уровень значимости α, приняв его равным 0,1 – 0,2, что приведет к уменьшению зоны допустимых отклонений.

Критические значения критерия Колмогорова для 10 % и 5 % границ и малых и средних объемов выборок приведены в таблице Г.1.

Т а б л и ц а Г.1

n	$d_{\alpha=0,1}$	$d_{\alpha=0,05}$	n	$d_{\alpha=0,1}$	$d_{\alpha=0,05}$	n	$d_{\alpha=0,1}$	$d_{\alpha=0,05}$	n	$d_{\alpha=0,1}$	$d_{\alpha=0,05}$
3	0,636	0,708	13	0,325	0,361	23	0,247	0,275	33	0,208	0,231
4	0,565	0,624	14	0,314	0,349	24	0,242	0,269	34	0,205	0,227
5	0,509	0,563	15	0,304	0,338	25	0,238	0,264	35	0,202	0,224
6	0,468	0,519	16	0,295	0,327	26	0,233	0,259	36	0,199	0,221
7	0,436	0,483	17	0,286	0,318	27	0,229	0,254	37	0,196	0,218
8	0,410	0,454	18	0,278	0,309	28	0,225	0,250	38	0,194	0,215
9	0,387	0,430	19	0,271	0,301	29	0,221	0,246	39	0,191	0,213
10	0,369	0,409	20	0,265	0,294	30	0,218	0,242	40	0,189	0,210
11	0,352	0,391	21	0,259	0,287	31	0,214	0,238	50	0,170	0,177
12	0,338	0,375	22	0,253	0,281	32	0,211	0,234	100	0,121	0,134

Г.4 Проверим с помощью критерия Колмогорова гипотезу о том, что ЭД, представленные в таблице Г.2, подчиняются нормальному распределению при уровне значимости $\alpha = 0,1$.

Необходимые вычисления можно провести с использованием табличного процессора: значение эмпирической функции распределения $F_n(x_i) = i/44$; значения теоретической функции $F(x_i)$ – это значение функции нормального распределения в точке x_i.

Значения теоретической функции нормального распределения в точке x_i вычисляют по формуле

$$F\left(x_i\right) = \Phi\left(\frac{X_i - \overline{X}}{\sigma}\right) + 0,5\ , \qquad (Г.6)$$

где $\overline{X}$ - среднее значение в выборке;

σ - СКО выборки;

Φ – табулированный интеграл Лапласа. В учебниках по метрологии величина $\frac{X_i - X}{\sigma}$ может быть обозначена буквой z.

Т а б л и ц а Г.2 - Исходные данные и результаты вычислений

i	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
xi	25,79	25,98	25,98	26,12	26,13	26,49	26,52	26,60	26,66	26,69	26,74
Fn(xi)	0,023	0,046	0,068	0,091	0,114	0,136	0,159	0,182	0,204	0,227	0,250
F(xi)	0,036	0,055	0,055	0,073	0,075	0,144	0,151	0,170	0,188	0,196	0,211
dn+	0,014	0,009	0,013	0,018	0,038	0,008	0,008	0,012	0,016	0,032	0,039
dn-	0,036	0,032	0,010	0,005	0,016	0,031	0,014	0,011	0,006	0,009	0,016

Продолжение таблицы Г.2

i	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
x_i	26,85	26,90	26,91	26,96	27,02	27,11	27,19	27,21	27,28	27,30	27,38
$Fn(x_i)$	0,273	0,296	0,318	0,341	0,364	0,386	0,409	0,432	0,455	0,477	0,500
$F(x_i)$	0,246	0,263	0,267	0,284	0,305	0,337	0,371	0,378	0,406	0,412	0,447
d_n^+	0,027	0,032	0,051	0,057	0,059	0,050	0,038	0,054	0,049	0,065	0,053
d_n^-	0,004	0,010	0,028	0,034	0,036	0,027	0,015	0,031	0,026	0,042	0,031

Продолжение таблицы Г.2

i	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33
x_i	27,40	27,49	27,64	27,66	27,71	27,78	27,89	27,89	28,01	28,10	28,11
$Fn(x_i)$	0,523	0,546	0,568	0,591	0,614	0,636	0,659	0,682	0,705	0,727	0,750
$F(x_i)$	0,456	0,492	0,555	0,561	0,583	0,610	0,656	0,656	0,701	0,731	0,735
d_n^+	**0,067**	0,053	0,013	0,030	0,031	0,026	0,003	0,026	0,003	0,004	0,015
d_n^-	0,044	0,031	0,010	0,007	0,008	0,003	0,019	0,003	0,020	0,027	0,008

Окончание таблицы Г.2

i	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44
x_i	28,37	28,38	28,50	28,63	28,67	28,90	28,99	28,99	29,03	29,12	29,28
$Fn(x_i)$	0,773	0,795	0,818	0,841	0,864	0,886	0,909	0,932	0,955	0,977	1,000
$F(x_i)$	0,817	0,819	0,851	0,879	0,888	0,928	0,939	0,940	0,944	0,954	0,968
d_n^+	0,044	0,024	0,032	0,038	0,024	0,042	0,030	0,008	0,010	0,024	0,032
d_n^-	**0,067**	0,046	0,055	0,061	0,047	0,064	0,053	0,031	0,013	0,001	0,009

В данном примере максимальные значения d_n^+ и d_n^- одинаковы и равны 0,067. Из таблицы Г.1 при α = 0,1 и n = 44 найдем d = 0,180 (аппроксимация между 0,189 и 0,170).

Поскольку величина *max* d_n = 0,067 меньше критического значения, гипотеза о принадлежности выборки нормальному закону не отвергается.

Приложение Д
(справочное)

Анормальные результаты

Д.1 Правила оценки анормальности результатов параллельных определений

При принятии решения об исключении или сохранении в общей выборке резко отклоняющихся результатов параллельных определений надо руководствоваться следующими принципами:

- критерии оценки предполагают нормальное распределение измеряемой величины;
- результаты обработки параллельных определений будут тем точнее, чем больше информации будет использовано.

Д.2 Критерии оценки анормальности результатов параллельных определений при неизвестной дисперсии

Для упорядоченной выборки результатов параллельных определений $y_1 \le y_2 \le \ldots \le y_n$ подсчитывают выборочное среднее

$$\bar{y} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} y_i \qquad (Д.1)$$

и выборочное среднеквадратическое отклонение

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}(y_i - \bar{y})^2} \qquad (Д.2)$$

Чтобы оценить принадлежность y_n и y_1 к данной нормальной совокупности и принять решение об исключении или сохранении $y_n(y_1)$ в составе выборки, находят отношение

$$U_n = \frac{y_n - \bar{y}}{S} \quad \text{и} \quad U_1 = \frac{\bar{y} - y_1}{S} \qquad (Д.3)$$

Результат сравнивают со справочной величиной β для данного объема выборки n и принятого уровня значимости α.

Если $U_{1(n)} \ge \beta$, то подозреваемый в анормальности результат анормален и должен быть исключен, в противном случае его считают нормальным и не исключают.

Д.3 Рассмотрим применение данного критерия на примере. Получено пять значений твердости металла: НВ 180, НВ 182, НВ 183, НВ 184, НВ 196. Требуется оценить результат НВ 196 при заданном α = 0,05.

Для критерия $U_n = \frac{y_n - \bar{y}}{S}$ вычисляют $\bar{y}$ = (180+182+183+184+196)/5 = 185.

$S = [1/4\{(180\text{-}185)^2 + (182\text{-}185)^2 + (183\text{-}185)^2 + (184\text{-}185)^2 + (196\text{-}185)^2\}]^{1/2} = 6{,}3$,

откуда U_n = (196-185)/6,3 = 1,75.

Из таблицы Д.1 для n = 5 и α = 0,05 находим β = 1,67.

Тогда $U_n > \beta$ и результат НВ 196 можно считать анормальным и исключить.

Т а б л и ц а Д.1 – Предельные значения β для случая неизвестного генерального среднеквадратического отклонения σ

Объем выборки n	Уровень значимости α		Объем выборки n	Уровень значимости α	
	0,10	0,05		0,10	0,05
3	1,15	1,15	12	2,13	2,29
4	1,42	1,46	13	2,17	2,33
5	1,60	1,67	14	2,21	2,37
6	1,73	1,82	15	2,25	2,41
7	1,83	1,94	16	2,28	2,44
8	1,91	1,96	17	2,31	2,48
9	1,98	2,04	18	2,34	2,50
10	2,03	2,10	19	2,36	2,53
11	2,09	2,14	20	2,38	2,56

Приложение Е
(справочное)

Критерии проверки однородности дисперсий

Е.1 Критерий Фишера

Проверка гипотезы о равенстве дисперсий двух нормальных распределений

Имеются X_1, X_2, ..., X_n – результаты независимых, проводимых в одинаковых условиях наблюдений величины X и Y_1, Y_2,..., Y_n – величины Y, с соответствующими дисперсиями σ_x и σ_Y, причем $\sigma_x > \sigma_Y$.

Необходимо проверить гипотезу: $H_0 : \sigma_X^2 = \sigma_Y^2$.

Из независимости рядов X_1, X_2, ..., X_n и Y_1, Y_2,..., Y_n – следует независимость величин s_X^2 и s_Y^2 (принимаемых в качестве приближенных значений σ_X^2 , σ_Y^2), а значит и величин $\chi^2(l = n_X - 1)$ и $\chi^2(k = n_Y - 1)$, определяемых как

$$\chi^2(l = n_X - 1) = \frac{(n_X - 1)s_X^2}{\sigma_X^2} , \qquad \chi^2(l = n_Y - 1) = \frac{(n_Y - 1)s_Y^2}{\sigma_Y^2} . \qquad \text{(Е.1.1)}$$

Тогда в соответствии с определением F-распределения отношение $\frac{\chi^2(l)/l}{\chi^2(k)/k}$, будет иметь F-распределение с $l = n_X$-1 и $k = n_Y$-1 степенями свободы, т.е.

$$F(l = n_X - 1,\ k = n_Y - 1) = \frac{s_X^2 / \sigma_X^2}{s_Y^2 / \sigma_Y^2} \qquad \text{(Е.1.2)}$$

Отсюда, если гипотеза верна, получаем, что для $\varphi = S_X^2 / S_Y^2$ справедливо соотношение

$$\varphi = S_X^2 / S_Y^2 = F(l = n_X - 1,\ k = n_Y - 1) . \qquad \text{(Е.1.3)}$$

Эту величину используют в качестве критерия при проверке гипотезы.

Е.2 Критерий Кохрена

Если есть более двух выборок и все выборки имеют одинаковый объем, то пользуются критерием Кохрена: отношение максимальной дисперсии к сумме всех дисперсий:

$$G = S_{\max}^2 \Big/ \left(S_1^2 + S_2^2 + ... + S_l^2\right) \qquad \text{(Е.2.1)}$$

Распределение этой случайной величины зависит только от числа степеней свободы $k = n - 1$ и количества выборок l.

Е.3 Критерий Бартлетта

Если выборки нормальных генеральных совокупностей имеют разный объем, то сравнение дисперсий проводят по критерию Бартлетта.

Пусть генеральные совокупности $X_1, X_2, ..., X_l$ распределены нормально. Из этих совокупностей извлечены независимые выборки различных объемов $n_1, n_2, ..., n_l$. По выборкам найдены выборочные дисперсии $s_1^2, s_2^2, ..., s_l^2$.

Требуется по выборочным дисперсиям при заданном уровне значимости α проверить нулевую гипотезу, состоящую в том, что генеральные дисперсии рассматриваемых совокупностей равны между собой:

$$H_0 : D(X_1) = D(X_2) = ... = D(X_l) \qquad \text{(Е.3.1)}$$

Требуется установить, значимо или незначимо различаются выборочные дисперсии - гипотеза об однородности дисперсий.

Средняя арифметическая дисперсий, взвешенная по числам степеней свободы

$$\bar{s}^2 = \left(\sum_{i=1}^{l} k_i s_i^2 \right) \Big/ k \qquad \text{(Е.3.2)}$$

где $k_i = n_i - 1$ - число степеней свободы, $k = \sum_{i=1}^{l} k_i$.

В качестве критерия проверки нулевой гипотезы об однородности дисперсий примем критерий Бартлетта – случайную величину

$$B = V / \ C \qquad \text{(Е.3.3)}$$

где $$V = 2{,}303 \left[k \lg \bar{s}^2 - \sum_{i-1}^{l} k_i \lg s_i^2 \right], \quad C = 1 + \frac{1}{3(l-1)} \left[\sum_{i=1}^{l} \frac{1}{k_i} - \frac{1}{k} \right] \qquad \text{(Е.3.4)}$$

Бартлетт установил, что случайная величина B при условии справедливости нулевой гипотезы распределена приближенно как χ^2 с $l-1$ степенями свободы, если все $k_i > 2$. Учитывая, что $k_i = n_i - 1$, заключаем, что $n_i - 1 > 2$, или $n_i > 3$, т.е. объем каждой из выборок должен быть не меньше 4.

Критическую область строят правостороннюю, исходя из требования, чтобы вероятность попадания критерия в эту область в предположении справедливости нулевой гипотезы была равна принятому уровню значимости:

$$P\left[B > \chi^2_{кр}(\alpha; l-1)\right] = \alpha \qquad \text{(Е.3.5)}$$

Критическую точку $\chi^2_{кр}(\alpha; l-1)$ находят по уровню значимости α и по числу степеней свободы $k = l - 1$, и тогда правосторонняя критическая область определяется неравенством $B > \chi^2_{кр}$, а область принятия гипотезы – неравенством $B \le \chi^2_{\hat{e}\eth}$.

Правило. Для того чтобы при заданном уровне значимости α проверить нулевую гипотезу об однородности дисперсий нормальных совокупностей, надо вычислить наблюдаемое значение критерия Бартлетта и по таблице критических точек распределения χ^2 найти критическую точку $\chi^2_{кр}(\alpha; l-1)$.

Если $B_{набл} \le \chi^2_{кр}$ - нет оснований отвергнуть нулевую гипотезу.

Если $B_{набл} > \chi^2_{кр}$ - нулевую гипотезу отвергают.

Е.4 Критерии для абсолютных и относительных дисперсий

Е.4.1 Критерий Фишера:

Гипотеза: $\sigma_X^2 = \sigma_Y^2$ (абсолютные дисперсии) $\rightarrow$ $\sigma_X^2 / \overline{(x)^2} = \sigma_Y^2 / \overline{(y)}^2$ - относительные дисперсии

Е.4.2 Критерий Кохрена:

Гипотеза: $S^2_{\max} / \left(S_1^2 + S_2^2 + ... + S_l^2\right)$ (абсолютные дисперсии) $\rightarrow$

$$\frac{S^2_{\max} / \overline{(x}_{\max})^2}{S_1^2 / \overline{(x}_1)^2 + S_2^2 / \overline{(x}_2)^2 + ... + S_l^2 / \overline{(x}_l)^2}$$ - относительные дисперсии

Е.4.3 Критерий Бартлетта:

Гипотеза: $D(X_1) = D(X_2) = ... = D(X_l)$ (абсолютные дисперсии) $\rightarrow$

$D(X_1)/(\overline{\delta}_1)^2 = D(X_2)/(\overline{\delta}_2)^2 = ... = D(X_l)/(\overline{\delta}_l)^2$ - относительные дисперсии

Приложение Ж
(справочное)

Сравнение двух независимых выборок по Колмогорову и Смирнову

Если необходимо сравнить две независимые выборки измерений (или значений частот) и ответить на вопрос, относятся ли они к одной и той же генеральной совокупности, то наиболее строгим критерием однородности является критерий Колмогорова и Смирнова. Он включает в себя проверку всех видов различия распределений, в особенности различия средних положений (среднее значение, медиана), рассеяния, асимметрии и эксцесса, т.е. различия функции распределения.

В качестве статистики служит наибольшая разность между ординатами обеих относительных кривых накопленных частот. При этом (при одинаковых для обеих выборок границах классов) накопленные частоты F_1 и F_2 делятся на соответствующие объемы выборок n_1 и n_2. Затем вычисляется разность F_1/n_1 - F_2/n_2. Максимум абсолютного значения этой разности и есть искомая статистика D (для более интересного в этом случае двустороннего критерия)

$$D = \max\left|\left(\frac{F_1}{n_1} - \frac{F_2}{n_2}\right)\right|. \qquad (Ж.1)$$

Распределение статистики D было табулировано Смирновым.

Для средних и больших объемов выборок ($n_1 + n_2 > 35$) критическое значение $D_{(\alpha)}$ может быть приближенно заменено выражением

$$D_{(\alpha)} = K_{(\alpha)}\sqrt{\frac{n_1 + n_2}{n_1 \cdot n_2}}\ , \qquad (Ж.2)$$

где $K_{(\alpha)}$ - постоянная, зависящая от вероятности ошибки α.. Значения $K_{(\alpha)}$ приведены в таблице Ж.1.

Т а б л и ц а Ж.1 – Значения $K_{(\alpha)}$ в зависимости от α

α	0,20	0,15	0,10	0,05	0,01	0,001
$K_{(\alpha)}$	1,07	1,14	1,22	1,36	1,63	1,95

Если вычисленное на основании двух выборок значение D равно критическому значению $D_{(a)}$ или превосходит его, то имеется значимое различие.

Рассмотрим применение критерия на примере. Необходимо сравнить два ряда измерений. О возможных различиях какого-либо вида ничего не известно. Мы проверяем нуль-гипотезу: генеральные совокупности одинаковы, - против альтернативной гипотезы: генеральные совокупности имеют различные распределения (α = 0,05, критерий двусторонний).

Ряд измерений 1: 2,1 3,0 1,2 2,9 0,6 2,8 1,6 1,7 3,2 1,7

Ряд измерений 2: 3,2 3,8 2,1 7,2 2,3 3,5 3,0 3,1 4,6 3,2

Десять значений каждого ряда упорядочим по величине.

Ряд измерений 1: 0,6 1,2 1,6 1,7 1,7 2,1 2,8 2,9 3,0 3,2
Ряд измерений 2: 2,1 2,3 3,0 3,1 3,2 3,2 3,5 3,8 4,6 7,2

Из распределений частот (f_1 и f_2) обеих выборок определяем накопленные частоты F_1 и F_2 и вычисляем отношения F_1/n_1 и F_2/n_2. Результаты вычислений приведены в таблице Ж.2.

Таблица Ж.2

Интервал	0,0-0,9	1,0-1,9	2,0-2,9	3,0-3,9	4,0-4,9	5,0-5,9	6,0-6,9	7,0-7,9
f_1	1	4	3	2	0	0	0	0
f_2	0	0	2	6	1	0	0	1
F_1/ n_1	1/10	5/10	8/10	10/10	10/10	10/10	10/10	10/10
F_2/ n_2	0/10	0/10	2/10	8/10	9/10	9/10	9/10	10/10
$F_1/ n_1 - F_2/ n_2$	1/10	5/10	6/10	2/10	1/10	1/10	1/10	0

В качестве абсолютно наибольшей разности получаем значение D = 6/10, которое меньше, чем критическое значение $D_{10(0,05)}$ = 7/10; следовательно, гипотеза об однородности сохраняется: на основании имеющихся выборок нельзя отвергать возможность существования общей генеральной совокупности.

Приложение И
(справочное)

Построение функциональной зависимости между двумя величинами

И.1 Настоящее приложение рассматривает способы построения функциональной зависимости

$$Y = F(X, a), \qquad (И.1)$$

между двумя величинами Y и X по нескольким парам их случайных реализаций - (X_j, Y_j).

Здесь $a = (a_1, a_2, ..., a_m)$ - параметры функциональной зависимости (далее – модельной функции), m - количество параметров.

Предполагается, что функциональная зависимость (И.1) строится при следующих допущениях:

- количество пар случайных величин – $n > m$;
- случайные величины X_j и Y_j подчиняются нормальному закону распределения, при этом известны или могут быть определены дисперсии этих величин σ_{xj}^2, σ_{yj}^2;
- случайные величины X_j не коррелированы друг с другом;
- целью построения является нахождение наилучших значений параметров a функциональной зависимости (И.1).

И.2 Описанные в настоящем приложении алгоритмы могут быть применены:

- для построения градуировочной характеристики, описываемой функциональной зависимостью вида (И.1) и оценки ее погрешности,
- для аппроксимации характеристик погрешности функциональной зависимостью вида (И.1).

В первом случае входными случайными величинами X_j являются аттестованные значения стандартных образцов, мер, аттестованных смесей, а выходными Y_j – соответствующие значения выходного сигнала измерительного преобразователя.

Во втором случае входными случайными величинами X_j являются средние значения параметра, измеряемого по МВИ в разных точках диапазона, выходные Y_j – соответствующие оценки погрешности измерений.

И.3 В наиболее общем случае функциональную зависимость строят методом конфлюентного анализа, т.е. параметры a находят из условия (при $n > m$)

$$\chi^2_{\min} = (n-m)^{-1} \sum_{j=1}^{n} \left[F(X_j, a) - Y_j + \alpha_j \right]^2 \cdot W_j = \min, \qquad (И.2)$$

где статистические веса W_j и сдвиги α_j задаются формулами

$$W_j = \left\{ \sigma_{yj}^2 + \left[\partial F(X_j, a) / \partial X_j \right]^2 \cdot \sigma_{xj}^2 \right\}^{-1}, \qquad (И.3)$$

$$\alpha_j = \frac{1}{2} \partial^2 F(X_j, a) / \partial X_j^2 \cdot \sigma_{xj}^2 . \qquad (И.4)$$

И.4 В случае малых значений погрешности аргумента, т.е. при выполнении для всех X_j (во всем диапазоне) неравенства

$$\left|\partial F(X_j, a)/\partial X_j\right| \cdot \sigma_{xj} < \sigma_{yj}/3, \qquad (И.5)$$

градуировочную характеристику строят методом наименьших квадратов, т.е. параметры a находят из условия (при $n > m$)

$$\sum_{j=1}^{n}\left[F\left(X_j, a\right) - Y_j\right]^2 \Big/ \left(n-m\right)\cdot\sigma_{yj}^2 = \min, \qquad (И.6)$$

т.е. статистические веса $W_j = 1/\sigma_{yj}^2$, а сдвиги $\alpha_j = 0$.

И.5 В случае линейной зависимости $Y = kX + b$ и равноточных измерений (все σ_{yj}^2 равны), метод наименьших квадратов дает следующие оценки параметров k, b

$$k = \left[n\sum_{j=1}^{n} X_j Y_j - \sum_{j=1}^{n} X_j \sum_{j=1}^{n} Y_j\right] \Big/ \left[n\sum_{j=1}^{n} X_j^2 - \left(\sum_{j=1}^{n} X_j\right)^2\right], \qquad (И.7)$$

$$b = \left[\sum_{j=1}^{n} Y_j - k\sum_{j=1}^{n} X_j\right]/n, \qquad (И.8)$$

И.6 В случае зависимости $Y = kX$ и равноточных измерений (все σ_{yj}^2 равны), оценка параметра k равна (при $n > m$)

$$k = \left[\sum_{j=1}^{n} X_j Y_j\right] \Big/ \left[\sum_{j=1}^{n} X_j^2\right], \qquad (И.9)$$

И.7 Выбранная функция (И.1) правильно описывает функциональную зависимость, если выполняется условие

$$\chi^2_{\min} \le \chi^2_{(n-m);0,95}/(n-m), \qquad (И.10)$$

где $\chi^2_{\min}$ – минимальное значение суммы квадратов (И.2);

$\chi^2_{(n-m);0,95}$ - 95 %-ный квантиль χ^2–распределения с $(n - m)$ степенями свободы.

Если условие (И.10) не выполняется, то выбранная функция (И.1) неправильно описывает функциональную зависимость, и необходимо выбрать иную функцию.

И.8 Оценки погрешностей параметров a и ширину доверительного интервала для зависимости (И.1) находят через элементы ковариационной матрицы Z^{-1}, пропорциональные корреляционным членам

$$\chi^2_{\min} \cdot Z^{-1}_{ik} = (\Delta_{ai} \cdot \Delta_{ak}). \qquad (И.11)$$

Здесь Z^{-1} - матрица, обратная матрице Z, элементы которой равны

$$Z_{ik}^{-1} = \sum_{j=1}^{n} \left[\partial F(X_j, a) / \partial a_i\right] W_j \left[\partial F(X_j, a) / \partial a_k\right]^{\infty}. \qquad (И.12)$$

Погрешности оценок параметров ε_{ai} и ширина доверительного интервала в точке X, выраженная в единицах величины выходного сигнала $I_Y(X)$, для доверительной вероятности 0,95 задаются формулами

$$\varepsilon_{ai} = t_{(n-m)} \cdot \left(\chi^2_{\min} Z_{ik}^{-1}\right)^{1/2\infty}, \qquad (И.13)$$

$$I_Y(X) = t_{(n-m)} \left\{ \chi^2_{\min} \sum_{i=1}^{m} \sum_{k=1}^{m} Z_{ik}^{-1} \left[\partial F(X, a) / \partial a_i\right] \left[\partial F(X, a) / \partial a_k\right] \right\}^{1/2\infty}, \qquad (И.14)$$

где $t_{(n-m)}$ - квантиль распределения Стьюдента с $(n - m)$ степенями свободы для доверительной вероятности 0,95.

Ширина доверительного интервала в точке X, выраженная в единицах величины входного сигнала $I_X(X)$, т.е. в единицах измеряемой величины, для доверительной вероятности 0,95 задается формулой

$$I_X(X) = I_Y(X) / (\partial F / \partial X), \qquad (И.15)$$

где частная производная берется в точке X.

Примечания

1 Погрешности оценок параметров ε_{ai} могут быть использованы для оценки значимости параметров a_i. Например, при построении градуировочной зависимости свободный член в (И.1) - a_1, часто представляет собой величину фонового сигнала. Критерием незначимости фона является условие

$$|a_1| \le \varepsilon_{a1}. \qquad (И.16)$$

2 Ширина доверительного интервала в точке X, выраженная в единицах величины входного сигнала, $I_X(X)$ характеризует погрешность градуировочной характеристики (см. также 6.4).

Приложение К
(справочное)

Значения коэффициента æ, квантилей распределений Стьюдента, χ^2, Фишера, Кохрена и их аналогов

В таблицах настоящего приложения приведены значения коэффициента æ, квантилей распределений: Стьюдента, χ^2, Фишера, Кохрена, а также их аналогов для ряда исходных распределений – равномерного, треугольного, колоколообразного, косинусоидального и экспоненциального (таблица 5.2).

Т а б л и ц а К.1 - Значения коэффициента æ и квантилей распределения Стьюдента *t* для количества степеней свободы *f*

f	Значения коэффициента æ						Двусторонний квантиль распределения Стьюдента для P = 0,95					
	Норм.	Равн.	Треуг.	Колок.	Косин.	Эксп.	Норм.	Равн.	Треуг.	Колок.	Косин.	Эксп.
1	15,95	16,1	15,4	15,6	15,11	19,84	12,706	19,390	13,344	13,231	14,659	9,911
2	4,41	4,07	4,20	4,26	4,06	5,82	4,303	5,745	4,388	4,440	4,822	3,482
3	2,92	2,57	2,76	2,82	2,67	3,89	3,182	3,840	3,243	3,257	3,445	2,731
4	2,37	2,05	2,25	2,28	2,16	3,14	2,776	3,147	2,837	2,818	2,956	2,497
5	2,09	1,80	1,98	2,02	1,90	2,72	2,571	2,786	2,618	2,610	2,679	2,366
6	1,92	1,64	1,82	1,85	1,74	2,46	2,447	2,590	2,495	1,998	2,523	2,291
7	1,80	1,54	1,70	1,74	1,64	2,28	2,365	2,469	2,394	2,391	2,418	2,240
8	1,71	1,48	1,62	1,66	1,57	2,15	2,306	2,368	2,330	2,281	2,359	2,207
9	1,65	1,42	1,56	1,59	1,51	2,05	2,262	2,317	2,290	2,239	2,286	2,175
10	1,59	1,39	1,51	1,54	1,47	1,96	2,228	2,273	2,250	2,239	2,256	2,142
11	1,55	1,36	1,48	1,50	1,43	1,90	2,201	2,238	2,220	2,239	2,256	2,133
12	1,52	1,33	1,44	1,47	1,40	1,84	2,179	2,211	2,192	2,182	2,200	2,116
13	1,49	1,31	1,42	1,44	1,38	1,79	2,160	2,195	2,172	2,170	2,186	2,103
14	1,46	1,29	1,39	1,42	1,36	1,75	2,145	2,170	2,156	2,158	2,168	2,093
15	1,44	1,28	1,37	1,40	1,34	1,71	2,131	2,145	2,146	2,137	2,141	2,089
16	1,42	1,26	1,36	1,38	1,32	1,68	2,120	2,142	2,131	2,125	2,133	2,074
17	1,40	1,25	1,34	1,36	1,31	1,66	2,110	2,135	2,120	2,114	2,120	2,072
18	1,38	1,24	1,33	1,35	1,30	1,63	2,101	2,124	2,115	2,106	2,104	2,064
19	1,37	1,23	1,31	1,33	1,29	1,61	2,093	2,104	2,103	2,098	2,103	2,056
20	1,36	1,22	1,30	1,32	1,28	1,59	2,086	2,103	2,092	2,087	2,096	2,056
22	1,34	1,21	1,28	1,30	1,26	1,55	2,074	2,084	2,085	2,074	2,083	2,044
24	1,32	1,20	1,27	1,28	1,24	1,52	2,064	2,068	2,064	2,060	2,074	2,040
26	1,30	1,19	1,25	1,27	1,23	1,49	2,056	2,068	2,060	2,055	2,059	2,032
28	1,29	1,18	1,24	1,26	1,22	1,47	2,048	2,061	2,056	2,050	2,059	2,027
30	1,27	1,17	1,23	1,25	1,21	1,45	2,042	2,046	2,049	2,041	2,047	2,018
35	1,25	1,15	1,21	1,22	1,19	1,40	2,030	2,039	2,033	2,038	2,034	2,015
40	1,23	1,14	1,19	1,20	1,17	1,37	2,021	2,027	2,022	2,020	2,019	2,004
45	1,21	1,13	1,18	1,19	1,16	1,35	2,014	2,021	2,018	2,018	2,018	2,000
50	1,20	1,12	1,17	1,18	1,15	1,33	2,009	2,008	2,007	2,007	2,011	1,998
60	1,18	1,11	1,15	1,16	1,14	1,29	2,000	2,005	2,000	1,998	2,004	1,993
70	1,16	1,10	1,14	1,15	1,13	1,27	1,994	1,998	1,995	1,994	1,997	1,989
80	1,15	1,09	1,13	1,14	1,12	1,24	1,990	1,991	1,992	1,992	1,994	1,986
90	1,14	1,09	1,12	1,13	1,11	1,23	1,987	1,987	1,990	1,987	1,988	1,983
100	1,13	1,08	1,11	1,12	1,10	1,21	1,984	1,984	1,986	1,984	1,983	1,978
∞	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,960	1,960	1,960	1,960	1,960	1,960

Т а б л и ц а К.2 – 95 %-ные квантили χ^2- распределения и его аналогов - $\chi^2_{0,95}$

f	$\chi^2_{0,95}$					
	Норм.	Равн.	Треуг.	Колок.	Косин.	Эксп.
1	0,0039	0,0038	0,0042	0,0041	0,0044	0,0025
2	0,1026	0,121	0,113	0,110	0,121	0,059
3	0,352	0,454	0,394	0,377	0,422	0,199
4	0,711	0,952	0,792	0,766	0,860	0,406
5	1,15	1,55	1,28	1,23	1,38	0,68
6	1,64	2,22	1,82	1,76	1,97	0,99
7	2,17	2,93	2,41	2,32	2,60	1,34
8	2,73	3,67	3,04	2,92	3,25	1,73
9	3,33	4,43	3,69	3,56	3,93	2,15
10	3,94	5,20	4,36	4,21	4,65	2,59
11	4,57	5,99	5,05	4,88	5,37	3,06
12	5,23	6,79	5,77	5,56	6,09	3,53
13	5,89	7,59	6,48	6,25	6,83	4,05
14	6,57	8,39	7,21	6,96	7,60	4,57
15	7,26	9,22	7,97	7,69	8,37	5,12
16	7,96	10,02	8,70	8,42	9,14	5,65
17	8,67	10,85	9,46	9,16	9,91	6,20
18	9,39	11,69	10,24	9,91	10,69	6,77
19	10,12	12,52	10,99	10,66	11,50	7,37
20	10,85	13,35	11,79	11,43	12,28	7,95
22	12,34	15,07	13,34	12,95	13,90	9,18
24	13,85	16,74	14,96	14,54	15,52	10,42
26	15,38	18,47	16,54	16,12	17,16	11,68
28	16,93	20,19	18,18	17,72	18,81	13,01
30	18,49	21,90	19,80	19,31	20,49	14,32
35	22,46	26,27	23,96	23,39	24,69	17,74
40	26,51	30,70	28,19	27,56	28,98	21,23
50	34,76	39,63	36,72	36,01	37,65	28,47
60	43,19	48,62	45,42	44,60	46,46	35,99
80	60,39	66,87	63,06	62,06	64,25	51,63
100	77,93	85,35	81,03	79,90	82,40	67,75
120	95,70	104,0	99,1	97,9	100,7	79,0
150	122,7	132,0	126,7	125,2	128,4	103,3
200	168,3	179,3	173,0	171,3	175,0	152,4

Т а б л и ц а К.3 – Верхние доверительные границы *F*-распределения (Фишера) для P = 0,95 (S = 95 %); ν_1 – число степеней свободы числителя; ν_2 – число степеней свободы знаменателя

ν_2	ν_1								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	161,4	199,52	215,7	224,6	230,2	234,0	236,9	238,9	240,5
2	18,51	19,00	19,16	19,25	19,30	19,33	19,35	19,37	19,38
3	10,13	9,55	9,28	9,12	9,01	8,94	8,89	8,85	8,81
4	7,71	6,94	6,59	6,39	6,26	6,16	6,09	6,04	6,00
5	6,61	5,79	5,41	5,19	5,05	4,95	4,88	4,82	4,77
6	5,99	5,14	4,76	4,53	4,39	4,28	4,21	4,15	4,10
7	5,59	4,74	4,35	4,12	3,97	3,87	3,79	3,73	3,68
8	5,32	4,46	4,07	3,84	3,69	3,58	3,50	3,44	3,39
9	5,12	4,26	3,86	3,63	3,48	3,37	3,29	3,23	3,18
10	4,96	4,10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,14	3,07	3,02
11	4,84	3,98	3,59	3,36	3,20	3,09	3,01	2,95	2,90
12	4,75	3,89	3,49	3,26	3,11	3,00	2,91	2,85	2,80
13	4,67	3,81	3,41	3,18	3,03	2,92	2,83	2,77	2,71
14	4,60	3,74	3,34	3,11	2,96	2,85	2,76	2,70	2,65
15	4,54	3,68	3,29	3,06	2,90	2,79	2,71	2,64	2,59
16	4,49	3,63	3,24	3,01	2,85	2,74	2,66	2,59	2,54
17	4,45	3,59	3,20	2,96	2,81	2,70	2,61	2,55	2,49
18	4,41	3,55	3,16	2,93	2,77	2,66	2,58	2,51	2,46
19	4,38	3,52	3,13	2,90	2,74	2,63	2,54	2,48	2,42
20	4,35	3,49	3,10	2,87	2,71	2,60	2,51	2,45	2,39
21	4,32	3,47	3,07	2,84	2,68	2,57	2,49	2,42	2,37
22	4,30	3,44	3,05	2,82	2,66	2,55	2,46	2,40	2,34
23	4,28	3,42	3,03	2,80	2,64	2,53	2,44	2,37	2,32
24	4,26	3,40	3,01	2,78	2,62	2,51	2,42	2,36	2,30
25	4,24	3,39	2,99	2,76	2,60	2,49	2,40	2,34	2,28
26	4,23	3,37	2,98	2,74	2,59	2,47	2,39	2,32	2,27
27	4,21	3,35	2,96	2,73	2,57	2,46	2,37	2,31	2,25
28	4,20	3,34	2,95	2,71	2,56	2,45	2,36	2,29	2,24
29	4,18	3,33	2,93	2,70	2,55	2,43	2,35	2,28	2,22
30	4,17	3,32	2,92	2,69	2,53	2,42	2,33	2,27	2,21
40	4,08	3,23	2,84	2,61	2,45	2,34	2,25	2,18	2,12
60	4,00	3,15	2,76	2,53	2,37	2,25	2,17	2,10	2,04
120	3,92	2,07	2,68	2,45	2,29	2,17	2,09	2,02	1,96
∞	3,84	3,00	2,60	2,37	2,21	2,10	2,0	1,94	1,88

Окончание таблицы К.3

v_2	v_1									
	10	12	15	20	24	30	40	60	120	∞
1	241,9	243,9	245,9	248,0	249,1	250,1	251,1	252,2	253,3	254,3
2	19,40	19,41	19,43	19,45	19,45	19,46	19,47	19,48	19,49	19,50
3	8,79	8,74	8,70	8,66	8,64	8,62	8,59	8,57	8,55	8,53
4	5,96	5,91	5,86	5,80	5,77	5,75	5,72	5,69	5,66	5,63
5	4,74	4,68	4,62	4,56	4,53	4,50	4,46	4,43	4,40	4,36
6	4,06	4,00	3,94	3,87	3,84	3,81	3,77	3,74	3,70	3,67
7	3,64	3,57	3,51	3,44	3,41	3,38	3,34	3,30	3,27	3,23
8	3,35	3,28	3,22	3,15	3,12	3,08	3,04	3,01	2,97	2,93
9	3,14	3,07	3,01	2,94	2,90	2,86	2,83	2,79	2,75	2,71
10	2,98	2,91	2,85	2,77	2,74	2,70	2,66	2,62	2,58	2,54
11	2,85	2,79	2,72	2,65	2,61	2,57	2,53	2,49	2,45	2,40
12	2,75	2,69	2,62	2,54	2,51	2,47	2,43	2,38	2,34	2,30
13	2,67	2,60	2,53	2,46	2,42	2,38	2,34	2,30	2,25	2,21
14	2,60	2,35	2,46	2,39	2,35	2,31	2,27	2,22	2,18	2,13
15	2,54	2,48	2,40	2,33	2,29	2,25	2,20	2,16	2,11	2,07
16	2,49	2,42	2,35	2,28	2,24	2,19	2,15	2,11	2,06	2,01
17	2,45	2,38	2,31	2,23	2,19	2,15	2,10	2,06	2,01	1,96
18	2,41	2,34	2,27	2,19	2,15	2,11	2,06	2,02	1,97	1,92
19	2,38	2,31	2,23	2,16	2,11	2,07	2,03	1,98	1,93	1,88
20	2,35	2,28	2,20	2,12	2,08	2,04	1,99	1,95	1,90	1,84
21	2,32	2,25	2,18	2,10	2,05	2,01	1,96	1,92	1,87	1,81
22	2,30	2,23	2,15	2,07	2,03	1,98	1,94	1,89	1,84	1,78
23	2,27	2,20	2,13	2,05	2,01	1,96	1,91	1,86	1,81	1,76
24	2,25	2,18	2,11	2,03	1,98	1,94	1,89	1,84	1,79	1,73
25	2,24	2,16	2,09	2,01	1,96	1,92	1,87	1,82	1,77	1,71
26	2,22	2,15	2,07	1,99	1,95	1,90	1,85	1,80	1,75	1,69
27	2,20	2,13	2,06	1,97	1,93	1,88	1,84	1,79	1,73	1,67
28	2,19	2,12	2,04	1,96	1,91	1,87	1,82	1,77	1,71	1,65
29	2,18	2,10	2,03	1,94	1,90	1,85	1,81	1,75	1,70	1,64
30	2,16	2,09	2,01	1,93	1,89	1,84	1,79	1,74	1,68	1,62
40	2,08	2,00	1,92	1,84	1,79	1,74	1,69	1,64	1,58	1,51
60	1,99	1,92	1,84	1,75	1,70	1,65	1,59	1,53	1,47	1,39
120	1,91	1,83	1,75	1,66	1,61	1,55	1,50	1,43	1,35	1,25
∞	1,83	1,75	1,67	1,57	1,52	1,46	1,39	1,32	1,22	1,00

Т а б л и ц а К.4 – Критические значения для критерия Кохрена ($\alpha = 0{,}05$); k – число степеней свободы в выборке; l – количество выборок

l	k						
	1	2	3	4	5	6	7
2	0,9985	0,9750	0,9392	0,9057	0,8772	0,8534	0,8332
3	0,9669	0,8709	0,7977	0,7457	0,7071	0,6771	0,6530
4	0,9065	0,7679	0,5841	0,6287	0,5895	0,5598	0,5365
5	0,8412	0,6838	0,5981	0,5441	0,5065	0,4783	0,4564
6	0,7808	0,6181	0,5321	0,4803	0,4447	0,4184	0,3980
7	0,7271	0,5612	0,4800	0,4307	0,3974	0,3726	0,3535
8	0,6798	0,5157	0,4377	0,3910	0,3595	0,3362	0,3185
9	0,6385	0,4775	0,4027	0,3584	0,3286	0,3067	0,2901
10	0,6020	0,4450	0,3733	0,3311	0,3029	0,2823	0,2666
12	0,5410	0,3934	0,3264	0,2880	0,2624	0,2439	0,2299
15	0,4709	0,3346	0,2758	0,2419	0,2195	0,2034	0,1911
20	0,3894	0,2705	0,2205	0,1921	0,1735	0,1602	0,1501
24	0,3434	0,2354	0,1907	0,1656	0,1493	0,1374	0,1286
30	0,2929	0,1980	0,1593	0,1377	0,1237	0,1137	0,1061
40	0,2370	0,1576	0,1259	0,1082	0,0968	0,0887	0,0827
60	0,1737	0,1131	0,0892	0,0765	0,0682	0,0623	0,0583
120	0,0998	0,0632	0,0495	0,0419	0,0371	0,0337	0,0312
∞	0	0	0	0	0	0	0

Окончание таблицы К.4

l	k						
	8	9	10	16	36	144	∞
2	0,8159	0,8010	0,7880	0,7341	0,6602	0,5813	0,5000
3	0,6333	0,6167	0,6025	0,5466	0,4748	0,4031	0,3333
4	0,5175	0,5017	0,4884	0,4366	0,3720	0,3093	0,2500
5	0,4387	0,4241	0,4118	0,3645	0,3066	0,2513	0,200
6	0,3817	0,3682	0,3568	0,3135	0,2612	0,2129	0,1667
7	0,3384	0,3259	0,3154	0,2756	0,2278	0,1833	0,1429
8	0,3043	0,2926	0,2829	0,2462	0,2022	0,1616	0,1250
9	0,2768	0,2659	0,2569	0,2226	0,1820	0,1446	0,1111
10	0,2541	0,2439	0,2353	0,2032	0,1655	0,1308	0,1000
12	0,2187	0,2098	0,2020	0,1737	0,1403	0,1109	0,0836
15	0,1815	0,1736	0,1671	0,1429	0,1144	0,0889	0,0667
20	0,1422	0,1357	0,1303	0,1108	0,0879	0,0675	0,0500
24	0,1216	0,1160	0,1113	0,0942	0,0743	0,0567	0,0417
30	0,1002	0,0958	0,0921	0,0771	0,0604	0,0457	0,0333
40	0,0780	0,0745	0,0713	0,0595	0,0462	0,0347	0,0250
60	0,0552	0,0520	0,0497	0,0411	0,0316	0,0234	0,0167
120	0,092	0,0279	0,0266	0,0218	0,0165	0,0120	0,0083
∞	0	0	0	0	0	0	0

Приложение Л
(справочное)

Доверительные пределы некоторых классов распределений

Для классов экспоненциальных и трапецеидальных распределений, а также распределений Стьюдента при $n > 8$, в качестве конкретных моделей, соответствующих области реально встречающихся распределений погрешностей, примем: распределение Лапласа ($\varepsilon = 6$, æ = 0,4), нормальное ($\varepsilon = 3$, æ = 0,577), трапецеидальное с отношением верхнего и нижнего оснований 1:2 ($\varepsilon = 1{,}8$, æ = 0,745) распределения.

Аппроксимирующая формула имеет вид $G = f(\varepsilon, P_д)$ и в пределах значений $P_д$ от 0,9 до 0,99 с погрешностью, не превышающей 4 %, принимает выражение

$$G = 1{,}62\left[3{,}8(\varepsilon - 1{,}6)^{2/3}\right]^{\lg\lg\left[1/(1-P_Д)\right]}, \qquad (Л.1)$$

а с погрешностью 8 % оно пригодно для $P_д$ от 0,99 до 0,999.

Для кругловершинных двухмодальных распределений, представляющих собой композиции нормального и двузначного дискретного распределений, на участке ε от 3 до 1,3 (æ от 0,6 до 0,9) для $P_д$ от 0,9 до 0,999 с погрешностью 10 % аппроксимирующая формула имеет вид

$$G = 1{,}6\left\{3{,}6\left[1 + \lg(\varepsilon - 1)\right]\right\}^{\lg\lg\left[1/(1-P_Д)\right]}. \qquad (Л.2)$$

Для распределений класса шапо, образующихся как композиции экспоненциального распределения с $\alpha = 1/2$ и равномерного распределения в интервале значений ε от 6 до 1,8 с погрешностью 8 %, аппроксимирующая формула имеет вид

$$G = 1{,}56\left[1{,}12 + (\varepsilon - 1{,}8)^{0{,}58} / \sqrt{10}\right]^{\lg\left[0{,}1/(1-P_Д)\right]}. \qquad (Л.3)$$

Для островершинных двухмодальных распределений, образующихся как композиция распределения Лапласа и дискретного двузначного распределения, в интервале значений ε от 6 до 1,8 для $P_д$ от 0,9 до 0,999 с погрешностью 5 % аппроксимирующая формула имеет вид

$$G = 1{,}23\left[1 + \sqrt{\frac{\varepsilon - 1}{2{,}5}}\lg\frac{0{,}175}{1 - P_Д}\right]. \qquad (Л.4)$$

Таким образом, используя соотношения (Л.1) – (Л.4), можно с достаточной для практики точностью, не прибегая к использованию таблиц, вычислять доверительные значения погрешностей для всех классов практически встречающихся распределений погрешностей. Однако для выбора нужной формулы необходимо знать вид класса распределения погрешности.

Приложение М
(справочное)

Доверительные пределы для параметра распределения Пуассона

Согласно общей теории интервальных оценок нижний доверительный предел λ_1 для неизвестного параметра λ распределения Пуассона определяется как решение уравнения

$$p(2\lambda_1, 2\xi) = P\,, \qquad (М.1)$$

где ξ – случайная величина, подчиняющаяся распределению Пуассона с параметром λ;

P – заданный коэффициент доверия ($0{,}5 \le P < 1$);

p – интеграл вероятностей χ^2-распределения с n степенями свободы, при этом если $\xi = 0$, то и $\lambda_1 = 0$.

Верхний доверительный предел λ_2 представляет собой решение уравнения

$$p(2\lambda_2, 2\xi + 2) = 1 - P\,. \qquad (М.2)$$

Пара случайных величин λ_1 и λ_2, соответствующих одним и тем же значениям ξ и P, определяет для неизвестного параметра λ доверительный интервал (λ_1, λ_2) с коэффициентом доверия $2P$-1, т.е. $\inf\limits_{\lambda>0} P\left\{\lambda_1 < \lambda < \dfrac{\lambda_2}{\lambda}\right\} = 2P - 1$.

Как следует из формул (М.1) и (М.2), удвоенные доверительные пределы являются процентными точками χ^2-распределения $\lambda_1 = \dfrac{1}{2}x\left(100P\%; 2\xi\right)$ и $\lambda_2 = \dfrac{1}{2}x\left[100(1-P)\%; 2\xi + 2\right]$.

В таблице М.1 приведены пары чисел (λ_1, λ_2) для P = 0,95 (т.е. для $2P$-1 = 0,90) и для ξ от 0 до 50.

Т а б л и ц а М.1

ξ	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
λ_1	0	0,0513	0,355	0,818	1,37	1,97	2,61	3,29	3,98	4,70	5,43	6,17	6,92
λ_2	3,00	4,74	6,30	7,75	9,15	10,51	11,84	13,15	14,43	15,71	16,96	18,21	19,44

Продолжение таблицы М.1

ξ	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
λ_1	7,69	8,46	9,25	10,04	10,83	11,63	12,44	13,25	14,07	14,89	15,72	16,55	17,38
λ_2	20,67	21,89	23,10	24,30	25,50	26,69	27,88	29,06	30,24	31,42	32,59	33,75	34,92

Продолжение таблицы М.1

ξ	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38
λ_1	18,22	19,06	19,90	20,75	21,59	22,44	23,30	24,15	25,01	25,87	26,73	27,59	28,46
λ_2	36,08	37,23	38,39	39,54	40,69	41,84	42,98	44,12	45,27	46,40	47,54	48,68	49,81

Окончание таблицы М.1

ξ	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50
λ_1	29,33	30,20	31,07	31,94	32,81	33,69	34,56	35,44	36,32	37,20	38,08	38,96
λ_2	50,94	52,07	53,20	54,32	55,45	56,57	57,70	58,82	59,94	61,05	62,17	63,29

Если $\xi > 50$, то для вычисления λ_1 и λ_2 следует воспользоваться следующими формулами

$$\lambda_1 = \xi - \psi(P)\sqrt{\xi} + r_1\left(P; \frac{1}{2\sqrt{\xi}}\right), \quad \text{(М.3)}$$

$$\lambda_2 = \xi + \psi(P)\sqrt{\xi} + r_2\left(P; \frac{1}{2\sqrt{\xi}}\right), \quad \text{(М.4)}$$

где $\psi(P)$ – квантиль нормального распределения с параметрами (0 и 1).

Значения параметров $\psi(P)$, r_1 и r_2 при $\xi > 50$ для $P = 0{,}95$ (т.е. для $2P$-1 = 0,90) приведены в таблице М.2.

Т а б л и ц а М.2

$\frac{1}{2\sqrt{\xi}}$	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08
r_1	0,569	0,572	0,576	0,580	0,584	0,588	0,592	0,595	0,599
r_2	1,569	1,581	1,594	1,606	1,618	1,631	1,643	1,655	1,667
$\psi(P)$	1,64485363								

Приложение Н
(рекомендуемое)

Пример оценивания погрешности построения градуировочной характеристики

Н.1 Полученные экспериментальные данные для построения градуировочной характеристики приведены в таблице Н.1.

Т а б л и ц а Н.1

X_j	σ_{xj}	Y_j	σ_{yj}
0,2000	0,0010	0,196	0,006
0,5000	0,0025	0,371	0,006
1,0000	0,0050	0,649	0,007
1,5000	0,0075	0,934	0,005
2,0000	0,0100	1,191	0,007
2,5000	0,0125	1,460	0,007
3,0000	0,0150	1,709	0,008
3,5000	0,0175	1,933	0,005
4,0000	0,0200	2,150	0,007
4,5000	0,0225	2,362	0,008
5,0000	0,0250	2,511	0,010

Здесь и далее все обозначения соответствуют приложению И, т.е.

X_j – аттестованные значения образцов для градуировки;

Y_j – средние значения величины аналитического сигнала (см. 6.10);

σ_{xj} – оценки некоррелированных СКО аттестованных значений X_j;

σ_{yj} – оценки СКО значений Y_j (см. 6.11).

Н.2 Образцы для градуировки представляют собой растворы с разным содержанием анализируемого компонента, приготовленные из одного исходного материала. Их аттестованные значения вычислялись по формуле

$$X_j = \mu m_j / V_j, \qquad \text{(Н.1)}$$

где μ – массовая доля анализируемого компонента в исходном материале;

m_j – масса навески для приготовления j-го раствора;

V_j – объем растворителя для приготовления j-го раствора.

Н.3 Из формулы (Н.1) следует, что погрешность образцов для градуировки, обусловленная погрешностью определения массовой доли анализируемого компонента в исходном материале, является общей для всех образцов и ее относительное значение Δ_μ/μ = 0,004 отн.ед. одинаково для всех образцов (см. 6.4.5). Некоррелированные составляющие погрешности образцов для градуировки обусловлены погрешностью измерения объема раствора при его приготовлении Δ_V (погрешность взвешивания Δm пренебрежимо мала) и равны

$$\Delta_{Xj} / X_j = \Delta_V / V = 0{,}01 \text{ отн.ед.}, \qquad \text{(Н.2)}$$

поэтому их относительные СКО приняты равными 0,005 отн.ед.

Н.4 Поскольку в области больших значений аналитического сигнала градуировочная характеристика имеет явный «загиб», разработчиком МВИ в качестве функции, описывающей градуировочную характеристику, принята квадратичная парабола

$$Y = a_1 + a_2 X + a_3 X^2. \qquad \text{(Н.3)}$$

Квадратичная модель (Н.3) правильно описывает экспериментальные данные, поскольку для нее выполняется критерий (И.10, приложение И)

$$\chi^2_{\min} = 1{,}666 < \chi^2_{(n-m);0,95} /(n-m) = \chi^2_{(8);0,95} /(11-3) = 15{,}507/8 = 1{,}938,$$

в то время как для линейной модели

$$\chi^2_{\min} = 32{,}269 > \chi^2_{(n-m);0,95} /(n-m) = \chi^2_{(9);0,95} /(11-2) = 16{,}919/9 = 1/880.$$

Н.5 В МВИ предусмотрено вычисление коэффициентов градуировочной характеристики a_1, a_2, a_3 с помощью программных средств путем обработки по методу наименьших квадратов в предположении, что $\sigma_{xj} = 0$, и равноточных измерений аналитического сигнала (все σ_{yj}^2 равны).

В графе 2 таблицы Н.2 приведены результаты вычисления в нескольких точках диапазона величин Y по формуле (Н.3) и в графе 3 - ширины доверительного интервала $Ix(X)$ по формуле (И.15, приложение И) при наилучших значениях коэффициентов, найденных по процедуре Н.5.

Таблица Н.2

X	Без учета погрешностей			С учетом погрешностей			Разность величин Y
	Y	$Ix(X)$	$\theta_{гр}$	Y	$Ix(X)$	$\theta_{гр}$	
1	2	3	4	5	6	7	8
0,2000	0,185	0,036	0,036	0,190	0,023	0,023	0,005
0,5000	0,367	0,029	0,029	0,370	0,018	0,018	0,003
1,0000	0,660	0,023	0,025	0,659	0,016	0,016	-0,001
1,5000	0,940	0,023	0,028	0,937	0,019	0,020	-0,003
2,0000	1,206	0,026	0,034	1,202	0,022	0,023	-0,004
2,5000	1,460	0,029	0,040	1,456	0,025	0,027	-0,004
3,0000	1,701	0,030	0,044	1,697	0,025	0,028	-0,004
3,5000	1,928	0,030	0,048	1,926	0,027	0,030	-0,002
4,0000	2,143	0,031	0,053	2,143	0,033	0,037	0,000
4,5000	2,344	0,042	0,064	2,349	0,049	0,052	0,005
5,0000	2,532	0,066	0,085	2,542	0,074	0,077	0,010

Н.6 В графах 5 и 6 таблицы Н.2 приведены результаты вычисления величин Y и ширины доверительного интервала $Ix(X)$ по формуле (И.15, приложение И) при наилучших значениях коэффициентов, найденных по процедуре приложения И методом конфлюентного анализа с учетом погрешностей σ_{xj} и σ_{yj}.

Н.7 Из сравнения граф 3 и 6 следует, что предложенная разработчиком МВИ упрощенная процедура градуировки завышает оценку ширины доверительного интервала при малых значениях аналитического сигнала и, напротив, занижает ее при больших значениях аналитического сигнала. Кроме того, упрощение процедуры градуировки приводит и к ее систематическому смещению – в графе 8 приведены значения разностей между двумя градуировочными характеристиками, построенными разными способами.

Н.8 В соответствии с 6.4 к ширине доверительного интервала необходимо добавить еще общую погрешность образцов для градуировки. Для случая Н.6 ее относительное значение Δ_μ/μ = 0,004 отн.ед. (Н.3); для случая Н.5, кроме того, добавляется величина Δ_V/V= 0,01 отн.ед. Результаты расчета погрешности построения градуировочной характеристики по формуле (6.14) (без учета временного дрейфа) представлены в графах 4 и 7 таблицы Н.2 для двух способов построения градуировочной характеристики. Из сравнения этих граф видно, что упрощение процедуры градуировки приводит к завышению оценки ее погрешности, в особенности при малых значениях аналитического сигнала – более чем в полтора раза.

Библиография

[1] Руководство по выражению неопределенности измерения («Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement» ISO, Switzerland, 1993). Перевод с английского под редакцией В.А. Слаева. – ВНИИМ. – С-Пб, 1999

УДК 389.14:006.354 ОКС 17.020 Т80 ОКСТУ 0008

Ключевые слова: отраслевая система обеспечения единства измерений, алгоритмы оценки, метрологические характеристики, методики выполнения измерений, способы установления характеристик погрешности, составляющие погрешности