СОГЛАСОВАНО
Директор ФГУП «ВНИИМС»

С.А. Кононогов

«_____» _____ 2014 г.

УТВЕРЖДАЮ
Первый заместитель генерального директора по операционному управлению Госкорпорации «Росатом»

_____ А.М. Локшин

«_____» _____ 2014 г.

Применение нормативно-правового акта «Об утверждении метрологических требований к измерениям, эталонам единиц величин, стандартным образцам, средствам измерений, их составным частям, программному обеспечению, методикам (методам) измерений, применяемым в области использования атомной энергии». Методические рекомендации

Главный метролог
Госкорпорации «Росатом»

_____ Н.А. Обысов

«12» 12 2014 г.

Москва
2014 год

Содержание

1 Область применения 6
2 Нормативные ссылки 6
3 Понятия, термины, определения и сокращения 7
4 Общие положения 10
5 Пояснения к разделу «Метрологические требования к измерениям» 10
6 Пояснения к разделу «Метрологические требования к эталонам единиц величин» 12
7 Пояснения к разделу «Метрологические требования к стандартным образцам» 12
8 Пояснения к разделу «Метрологические требования к средствам измерений, их составным частям и программному обеспечению» 15
9 Пояснения к разделу «Метрологические требования к методикам (методам) измерений 17
Приложение А (справочное). СТО 95 10351. Методики измерений. Основные положения 19
1 Область применения 19
2 Нормативные ссылки 19
3 Определения 20
4 Классификация МВИ 22
5 Нормируемые метрологические характеристики МВИ 23
6 Технические требования к МВИ 26
Приложение А (обязательное). Методики, не требующие регламентации и (или) аттестации 32
Приложение Б (справочное). Отличительные признаки и классификация МВИс и МВИк 34
Приложение В (справочное). Обоснование комплекса нормируемых метрологических характеристик МВИ 35
Приложение Г (справочное). Термины и определения, относящиеся к измерительному контролю 40
Приложение Д (справочное). Термины и определения, применяемые в МВИ, в т.ч. МКХА 42
Приложение Е (обязательное). Обнаружение и исключение промахов 43
Библиография 44
Приложение Б (справочное). ОСТ 95 10353. Отраслевая система обеспечения единства измерений. Алгоритмы оценки метрологических характеристик при аттестации методик выполнения измерений 45
Введение 45
1 Область применения 57
2 Нормативные ссылки 57
3 Термины и определения 58
4 Общие положения 61
5 Экспериментально-расчетный способ 67
6 Установление неисключенной систематической составляющей погрешности (чистой воспроизводимости) 83

7 Установление показателя правильности МВИ 99
8 Установление интервальной оценки суммарной погрешности МВИ (показателя точности) 108
9 Экспериментальный способ установления характеристик погрешности 109
10 Особенности установления характеристик погрешности для разных видов МВИ 112
10.1 Методики количественного химического анализа 112
10.2 Методики испытаний 115
10.3 Методики контроля измерительного типа 117
10.4 Методики контроля измерительно-преобразовательного типа 118
10.5 Методики контроля альтернативного типа 118
10.6 Методики контроля дефектов материалов и изделий 120
10.7 МВИ с неустойчивой погрешностью 121
11 Расчетный способ аттестации МВИ 121
Приложение А (рекомендуемое). Примеры аттестации МВИ 123
Приложение Б (справочное). Проверка на нормальность по W-критерию 142
Приложение В (справочное). Проверка на нормальность по составному критерию 146
Приложение Г (справочное) Критерий Колмогорова 148
Приложение Д (справочное) Анормальные результаты 151
Приложение Е (справочное) Критерии проверки однородности дисперсий 153
Приложение Ж (справочное) Сравнение двух независимых выборок по Колмогорову и Смирнову 156
Приложение И (справочное) Построение функциональной зависимости между двумя величинами 158
Приложение К (справочное) Значения коэффициента æ, квантилей распределений Стьюдента, χ^2, Фишера, Кохрена и их аналогов 161
Приложение Л (справочное) Доверительные пределы некоторых классов распределений 166
Приложение М (справочное) Доверительные пределы для параметра распределения Пуассона 167
Приложение Н (рекомендуемое) Пример оценивания погрешности построения градуировочной характеристики 169
Библиография 172
Приложение В (справочное) ОСТ 95 10289. Отраслевая система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества измерений 173
1 Область применения 173
2 Нормативные ссылки 173
3 Термины и определения 173
4 Общие положения 175
5 Порядок проведения и правила обработки результатов оперативного контроля 176
6 Контроль стабильности результатов измерений с помощью контрольных карт 187
7 Статистический контроль измерений 196
Приложение А (справочное) Характеристики показателей качества измерений 203
Приложение Б (справочное) Примеры планирования схем проведения оперативного и периодического контроля качества измерений 206

Приложение В (рекомендуемое) Формы регистрации результатов (ведения журналов) внутреннего оперативного и статистического контроля 213
Приложение Г (рекомендуемое) Формы таблиц для построения контрольных карт 216
Библиография 218
Приложение Г (справочное) СТО 95 10460. Порядок определения и установления норм на контролируемые параметры и норм точности. Согласование норм точности 219
1 Область применения 219
2 Нормативные ссылки 219
3 Определения 220
4 Общие положения 220
5 Назначение норм на контролируемые параметры 222
6 Назначение норм точности 224
7 Назначение приемочных значений 227
8 Правила приемки продукции 228
Приложение А (обязательное) Определение погрешности контроля параметра и показателей достоверности контроля 230
Приложение Б (обязательное) Сопоставление результатов контроля продукции на предприятии-изготовителе и предприятии-потребителе 237
Библиография 239
Приложение Д (справочное) ОСТ 95 10600. Отраслевая система обеспечения единства измерений. Учет и контроль ядерных материалов. Аттестация стандартных образцов способом образцов-свидетелей 240
1 Область применения 240
2 Нормативные ссылки 240
3 Термины и определения 241
4 Общие положения 242
5 Планирование и проведение исследований 244
6 Обработка результатов измерений. Простейший случай 249
7 Обработка результатов измерений. Случай линейной зависимости 250
8 Обработка результатов измерений. Случай произвольной зависимости 251
Приложение А (рекомендуемое) Предварительное рассмотрение способа образцов-свидетелей 253
Приложение Б (рекомендуемое) Примеры влияющих факторов объектов 256
Приложение В (рекомендуемое) Примеры обработки данных при аттестации образцов-свидетелей 257
Приложение Г (справочное) Сокращения и обозначения 259
Приложение Е (справочное) ОСТ 95 10596. Учет и контроль ядерных материалов. Межлабораторная аттестация стандартных образцов при малом количестве лабораторий 261
Введение
1 Область применения 261
2 Нормативные ссылки 262
3 Термины, определения и сокращения 262

4 Предварительное рассмотрение целей межлабораторного эксперимента 262
5 Организация межлабораторного сличения и планирование аттестационных измерений 264
6 Установление аттестуемых характеристик по результатам измерений в одной лаборатории без подтверждающих измерений 270
7 Установление аттестуемых характеристик по результатам измерений в одной лаборатории с подтверждающими измерениями 274
8 Установление метрологических характеристик СО по результатам измерений нескольких лабораторий 276
Приложение А (рекомендуемое) Пример программы экспериментов по аттестации СО 277
Приложение Б (рекомендуемое) Пример применения алгоритмов расчета аттестованного значения и погрешности 281
Приложение Ж (справочное) ОСТ 95 10597. Учет и контроль ядерных материалов. Аттестация стандартных образцов методом передачи размера 288
Введение 288
1 Область применения 290
2 Нормативные ссылки 291
3 Термины, определения и сокращения 291
4 Передача размера дифференциальным методом 292
5 Передача размера методом «пропорции» 293
6 Передача размера аттестуемой характеристики с помощью двух образцов (метод «вилки») 294
7 Передача размера аттестуемой характеристики методом градуировки 297
8 Передача размера аттестуемой характеристики при косвенных измерениях 300
9 Процедура обеспечения единства измерений (прослеживаемости) для стандартных образцов … 303
Приложение А (рекомендуемое) Оценка значимости пропорциональной систематической составляющей погрешности методики 306
Приложение Б (рекомендуемое) Аттестация стандартного образца состава диоксида урана на содержание урана 309
Приложение В (рекомендуемое) Оценка значимости постоянной составляющей систематической погрешности методики 311
Приложение Г (рекомендуемое) Пример применения для передачи размера метода «пропорции» 313
Приложение Д (рекомендуемое) Передача размера методом «вилки» 314
Приложение Е (рекомендуемое) Построение функциональных зависимостей 315
Приложение Ж (рекомендуемое) Применения метода градуировки 317
Приложение И (рекомендуемое) Аттестация стандартного образца массы урана-235 в диоксиде урана 320
Библиография 324

1 Область применения

Документ предназначен для применения Государственной корпорацией по атомной энергии «Росатом» (далее - Госкорпорация «Росатом»), федеральными государственными унитарными предприятиятиями (ФГУП) и учреждениями, находящимися в ведении Госкорпорации «Росатом», акционерными обществами (ОАО), акционером которых является Госкорпорация «Росатом», акционерными обществами, в которых права акционера от имени Российской Федерации осуществляет Госкорпорация «Росатом», их дочерними и зависимыми обществами, а также организациями, выполняющими (заинтересованными в выполнении) работ по обеспечению единства измерений в области использования атомной энергии.

2 Нормативные ссылки

В настоящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы и рекомендации:

ГОСТ РВ 1.1-96 «Метрологическое обеспечение вооружения и военной техники.

ГОСТ 8.009-84 ГСИ. Нормируемые метрологические характеристики средств измерений.

ГОСТ 8.315-97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

ГОСТ Р 8.563-2009 ГСИ. Методики (методы) измерений.

ГОСТ Р 8.594-2002 ГСИ. Метрологическое обеспечение радиационного контроля. Основные положения.

ГОСТ Р 8.596-2002 ГСИ. Метрологическое обеспечение измерительных систем. Основные положения.

ГОСТ Р 8.609-2004 ГСИ. Стандартные образцы системы государственного учета и контроля ядерных материалов. Основные положения.

ГОСТ Р 8.654-2009 ГСИ. Требования к программному обеспечению средств измерений. Основные положения.

ГОСТ Р 8.731-2010 ГСИ. Системы допускового контроля. Основные положения.

ГОСТ 1497-84 Металлы. Методы испытаний на растяжение.

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 ИСО 5725-3-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений».

ГОСТ Р ИСО 5725-4-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения

правильности стандартного метода измерений».

ГОСТ Р ИСО 5725-5-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений».

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

ГОСТ 16504-81 Система государственных испытаний продукции. Испытания и контроль качества продукции. Основные термины и определения.

ГОСТ Р 54500.3-2011 Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения.

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

РМГ 60-2003 ГСИ. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке.

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

МИ 2439-97 ГСИ. Метрологические характеристики измерительных систем. Номенклатура. Принципы регламентации, определения и контроля.

РД 50-453-84 ГСИ. Характеристики погрешности средств измерений в реальных условиях эксплуатации. Методы расчета.

3 Понятия, термины, определения и сокращения

3.1 В настоящем документе применяются понятия, установленные Федеральным законом «Об обеспечении единства измерений», термины и определения, приведенные в документах государственной системы обеспечения единства измерений а также следующие термины и определения, использующиеся в 1/10-НПА:

3.1.1 **аттестованные объекты** – объекты, для которых установлены значения одной и более величин, характеризующих состав, структуру или свойства реальных объектов измерений. Аттестованные объекты включают: аттестованные вещества, материалы и изделия, образы объектов, образцы для контроля качества результатов испытаний, аттестованные смеси, имитаторы изделий, радиационные источники;

3.1.1.1 **аттестованные вещества, материалы и изделия** – вещества, материалы и изделия, состав, структура и свойства которых имеют аналогичное влияние на результаты измерений, как и объекты измерений; метрологическое назначение веществ, материалов и изделий аналогично назначению стандартных образцов, но они не соответствуют понятию «стандартный образец»;

3.1.1.2 **образы объектов** – нематериальные объекты (файлы), являющиеся носителями информации о свойствах реальных объектов;

3.1.1.3 **образцы для контроля качества результатов испытаний** – образцы изделий, для которых установлены ожидаемые результаты их испытаний

и соответствующие характеристики погрешности, применяемые для контроля правильности воспроизведения режима испытаний;

3.1.1.4 **аттестованная смесь** – смесь двух или более веществ (материалов), приготовленная по документированной методике, с установленными по результатам аттестации по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления значениями величин, характеризующими состав смеси;

3.1.1.5 **имитаторы изделий** – изделия, свойства которых оказывают на результаты измерений влияние, аналогичное влиянию реальных объектов измерений, но отличающиеся от них составом и свойствами; иногда имитаторы называют также калибровочными образцами;

3.1.1.6 **радиационные источники** − не относящиеся к ядерным установкам комплексы, установки, аппараты, оборудование и изделия, в которых содержатся радиоактивные вещества или генерируется ионизирующее излучение, выполняющие роль мер.

3.1.2 **измерительный контроль** – контроль, при котором решение об отнесении объекта к одной из групп принимается путем измерения (или измерительного преобразования) контролируемого параметра и его сравнения с заранее установленными значениями: границами поля контрольного допуска. При этом под контролем здесь понимается проверка соответствия объекта установленным требованиям (в том числе к техническим и потребительским свойствам), включающая принятие решения об отнесении объекта к одной из двух или более групп, например, к группе годных или группе дефектных объектов.

Примечание - Понятие контроля многообразно. Можно выделить несколько видов контроля объектов:

- качественный контроль - контроль, при котором решение об отнесении объекта к одной из групп принимается без проведения измерения, путем качественного (например, визуального) сравнения контролируемого объекта с объектами, заведомо принадлежащими к определенным группам, например, заведомо годным и с заведомо дефектным объектом. Пример - сравнение с образцами внешнего вида изделия.

- пороговый контроль - контроль, при котором решение об отнесении объекта к одной из групп принимается путем непосредственного сравнения контролируемого параметра с границами поля контрольного допуска без проведения измерения. Пример - контроль размера изделия с помощью проходного калибра.

Эти виды контроля 1/10-НПА не рассматривает, поскольку они не включают измерений или измерительных преобразований, и, следовательно, не относятся к понятию «измерительный контроль».

Определение измерительного контроля в 1/10-НПА соответствует определениям в ГОСТ 16504 и РМГ 29: «Контроль, осуществляемый с применением средств измерений», но более узкое и соответствуют рекомендации МИ 1317: «5.1.2 Контроль параметра образца (пробы) на соответствие требованию, заданному в виде $x_l \le x \le x_h$ …».

3.1.3 **испытания** (объекта) – в настоящем документе – измерение значения характеристики (параметра) объекта при заданных значениях параметров испытательного воздействия и (или) параметров условий, в которых испытывается объект (параметров условий испытаний);

Примечание - Это определение испытаний соответствует ГОСТ 16504, который содержит определения испытаний («Экспериментальное определение количественных и (или)

качественных характеристик свойств объекта испытаний как результата воздействия на него, при его функционировании, при моделировании объекта и (или) воздействий») и определительных испытаний («Испытания, проводимые для определения значения характеристик объекта с заданными значениями показателей точности и (или) достоверности»). Сопоставление определений ГОСТ 16504 и 1/10-НПА показывает, что в 1/10-НПА рассматриваются только определительные испытания, а качественные испытания (СТО 95 10351, приложение А) не рассматриваются, т.к. не связаны с измерениями.

3.1.4 **испытательное оборудование** – техническое устройство для воспроизведения условий испытаний;

3.1.5 **методика измерений с неустойчивой погрешностью** – методика измерений, для которой небольшие изменения объекта или условий измерений могут приводить к резкому увеличению погрешности;

3.1.6 **методика измерений при измерительном контроле** – совокупность конкретно описанных операций, выполнение которых обеспечивает получение результатов контроля с установленными показателями достоверности;

3.1.7 **методика измерений при испытаниях** – совокупность конкретно описанных операций, выполнение которых обеспечивает получение результатов испытаний с установленными показателями точности;

3.1.8 **показатели достоверности контроля** – показатели процедур принятия решений на основе результатов измерений или измерительных преобразований, характеризующиеся вероятностями неверного принятия решений; основным показателем является наибольшая вероятность неверного принятия положительного решения, в частности, при контроле качества продукции, - наибольшая вероятность ошибочного признания годным в действительности дефектного объекта. В ряде документов - МИ 1317, СТО 95 10351 (приложение Г), ОСТ 95 10353 эта величина обозначается P_{baM}; используется и обратная величина $P_{об}=(1-P_{baM})$ - наименьшая вероятность правильного принятия положительного решения.

3.1.9 **промежуточная продукция** – комплектующие конечную продукцию изделия, эксплуатационные и потребительские свойства которых являются определяющими для эксплуатационных и потребительских свойств конечной продукции;

3.1.10 **сводный перечень документов по стандартизации** – документ, разрабатываемый в соответствии с постановлением Правительства Российской Федерации от 01.03.2013 № 173 для информационного обеспечения изготовителей (поставщиков, приобретателей) продукции (работ, услуг), а также для отнесения документов (части документов) по стандартизации, включенных в указанный сводный перечень, к документам, которые применяются на обязательной основе;

3.1.11 **стабильность стандартного образца** – свойство стандартного образца, характеризующее неизменность или закономерное изменение во времени аттестованного значения;

3.1.12 **стандартный образец состава и свойств изделий** – стандартный образец в виде изделия, с установленными значениями одной и более величин, характеризующими состав, структуру или свойства изделия.

3.2 В настоящем документе используются следующие сокращения:

ГСИ - государственная система обеспечения единства измерений;

ИК - измерительный канал, в т.ч. измерительной системы;

ИС - измерительная система;

НД – нормативная документация;

НП-030 - федеральные нормы и правила в области использования атомной энергии "Основные правила учета и контроля ядерных материалов", утверждены приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 17.04.2012 № 255 (зарегистрирован Минюстом России 17.08.2012, рег. № 25210);

ОИАЭ - объекты использования атомной энергии;

ПО - программное обеспечение;

СИ – средство измерений;

Федеральный закон «Об обеспечении единства измерений» - Федеральный закон от 26.07.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений»;

1/10-НПА – приложение к нормативно-правовому акту «Об утверждении метрологических требований к измерениям, эталонам единиц величин, стандартным образцам, средствам измерений, их составным частям, программному обеспечению, методикам (методам) измерений, применяемым в области использования атомной энергии», утвержденному приказом Госкорпорации «Росатом» от 31.10.2013 № 1/10-НПА.

4 Общие положения

4.1 Настоящий документ содержит методические рекомендации по применению нормативно-правового акта «Об утверждении метрологических требований к измерениям, эталонам единиц величин, стандартным образцам, средствам измерений, их составным частям, программному обеспечению, методикам (методам) измерений, применяемым в области использования атомной энергии», утвержденного приказом Госкорпорации «Росатом» от 31.10.2013 № 1/10-НПА, разработанного в соответствии с постановлением Правительства Российской Федерации от 30.12.2012 № 1488 и зарегистрированного в Минюсте Российской Федерации 27 февраля 2014 г. регистрационный № 31442 (далее – 1/10-НПА).

4.2 Документ содержит перечень терминов и определений, использующихся в 1/10-НПА, примеры и комментарии, поясняющие термины и ключевые положения 1/10-НПА, ссылки на нормативные документы, необходимые для эффективного применения 1/10-НПА.

5 Пояснения к разделу «Метрологические требования к измерениям»

5.1 Пункты 3.1, 3.2 1/10-НПА следует понимать таким образом. Характеристики погрешности или неопределенности измерений (испытаний) или показателей достоверности контроля должны быть указаны:

А) для измерений, осуществляемых СИ утвержденного типа в условиях

эксплуатации, предусмотренных в НД на СИ и идентичных с условиями поверки, характеристики погрешности измерений должны быть указаны в описании типа (приложении к свидетельству об утверждении типа СИ) и подтверждены при проведении поверки СИ;

Б) для измерений, осуществляемых СИ утвержденного типа в условиях эксплуатации, предусмотренных в НД на СИ, но отличающихся от условий поверки, характеристики погрешности измерений должны быть указаны в заключении о метрологической экспертизе технической документации, предусматривающей применение данного СИ (путем оценки характеристик погрешности измерений в рабочих условиях выполнения измерений в соответствии с ГОСТ 8.009, РД 50-453) или в сертификате о калибровке СИ в рабочих условиях выполнения измерений;

В) для измерений, осуществляемых СИ неутвержденного типа характеристики погрешности измерений должны быть указаны в сертификате о калибровке СИ в рабочих условиях выполнения измерений или в заключении о метрологической экспертизе технической документации, предусматривающей применение данного СИ (путем оценки характеристик погрешности измерений в рабочих условиях выполнения измерений в соответствии с ГОСТ 8.009, РД 50-453);

Г) для измерений, осуществляемых с использованием методик количественного химического анализа и методик измерений характеристик свойств, характеристики погрешности или неопределенности измерений должны быть указаны в свидетельстве об аттестации методики измерений и подтверждены при проведении контроля качества измерений; требования к методикам измерений приведены в СТО 95 10351; алгоритмы оценивания метрологических характеристик - в ОСТ 95 10353; требования к контролю качества измерений приведены в ОСТ 95 10289 (в указанных стандартах для таких методик измерений используется аббревиатура МВИ);

Д) для испытаний характеристики погрешности или неопределенности результатов испытаний должны быть указаны в свидетельстве об аттестации методики измерений при испытаниях и подтверждены при проведении контроля качества результатов испытаний; требования к методикам измерений при испытаниях приведены в СТО 95 10351; алгоритмы оценивания метрологических характеристик - в ОСТ 95 10353; требования к контролю качества результатов испытаний приведены в ОСТ 95 10289 (в указанных стандартах для методик измерений при испытаниях используется аббревиатура МВИс);

Е) для измерительного контроля характеристики погрешности результатов измерений или показатели достоверности контроля должны быть указаны в свидетельстве об аттестации методики измерений при измерительном контроле или в заключении о метрологической экспертизе технической документации на методику контроля; требования к методикам измерений при измерительном контроле приведены в СТО 95 10351; алгоритмы оценивания показателей достоверности контроля - в ОСТ 95 10353 (в указанных стандартах для методик измерений при измерительном контроле используется аббревиатура МВИк).

Ж) для радиационного контроля характеристики погрешности или

неопределенности результатов радиационного контроля или показатели достоверности контроля должны быть указаны в свидетельстве об аттестации методики радиационного контроля и подтверждены при проведении контроля качества результатов измерений; требования к методикам радиационного контроля и алгоритмы оценивания метрологических характеристик приаедены в ГОСТ Р 8.594.

Содержащиеся в официальных документах организаций (подписывемых руководством, в т.ч. главным метрологом) результаты измерений (испытаний), должны сопровождаться указанием доверительных границ погрешности измерений для принятой доверительной вероятности или расширенной неопределенности для принятого коэффициента охвата или показателей достоверности контроля P_{baM} или $P_{об}$ (3.1.8).

5.2 Пункты 3.3, 3.4 1/10-НПА демонстрируют практическое применение сведений об погрешности или неопределенности результатов измерений (пункт 1.1 1/10-НПА) при измерениях в целях учета и контроля ядерных материалов (НП-030**)** и для оценки соответствия характеристик продукции и параметров технологических процессов (СТО 95 10460, приложение Г).

5.3 Пункты 3.5 - 3.7 1/10-НПА:

- устанавливают сферу государственного регулирования обеспечения единства измерений, сферу ответственности Госкорпорации «Росатом» и сферу ответственности организаций;
- для каждой сферы устанавливают требования к достоверности принятия решений по результатам измерений.

Указанная в пунктах 3.5 и 3.6 1/10-НПА вероятность правильного принятия положительного решения соответствует величине $P_{об}=(1-P_{baM})$ (3.1.8).

Требуемое значение вероятности правильного принятия положительного решения обеспечивается путем введения приемочных значений в соответствии с СТО 95 10460.

5.4 Упомянутая в пункте 3.8 1/10-НПА процедура оценки состояния измерений проводится в соответствии с Приказом Госкорпорации «Росатом» от 23.12.11 № 1/1114П.

6 Пояснения к разделу «Метрологические требования к эталонам единиц величин»

Данный раздел не содержит каких-либо особенностей.

7 Пояснения к разделу «Метрологические требования к стандартным образцам»

7.1 Примеры аттестованных объектов (пункт 5.2 1/10-НПА)

7.1.1 Аттестованные вещества, материалы и изделия

В области использования атомной энергии, как в наукоемкой отрасли, часто применяются вещества, материалы и изделия, измерения характеристик которых требуют точности, сравнимой с максимально достигнутой на сегодняшнем уровне развития науки и техники. Примером являются фрагменты корпуса ядерного реактора, содержащие реальные дефекты в металле; размеры и (или) характеристики отражающей способности которых установлены при их исследовании. Такие фрагменты используются для настройки амплитудной и (или) временной шкалы ультразвукового прибора, аттестации методик измерительного (неразрушающего) контроля. Второй случай – uncertainty in object (неопределенность объекта) сравнима с неопределенностью измерений. Третий случай – измерению подлежит содержание хлора в нитридном топливе; однако хлор редко встречается в нитридном топливе. Для измерений таких характеристик нельзя создать стандартных образцов, т.к. нельзя или получить приемлемую погрешность или достаточное для испытаний количество материала или обеспечить стабильность этого материала. Таким образом, аттестованные вещества, материалы и изделия не соответствуют понятию «стандартный образец».

Кроме того, в области использования атомной энергии к большинству веществ, материалов и изделий нельзя применить процедуру испытаний с целью утверждения типа СО, регламентированную Приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 30 ноября 2009 г. № 1081 «Об утверждении Порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, Порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, Порядка выдачи свидетельств об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, установления и изменения срока действия указанных свидетельств и интервала между поверками средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения». Такие вещества, материалы и изделия подлежат аттестации как аттестованные объекты.

7.1.2 Образы объектов

Образы объектов - нематериальные объекты (файлы), являющиеся носителями информации о свойствах реальных объектов. Примером образов объектов являются изображения зеренной структуры таблеток ядерного керамического топлива. Характеристики размера зерна устанавливаются путем экспертных оценок, получаемых экспертами высшей квалификации. Изображения являются носителями свойств реальных таблеток. Таким образом, образы объектов выполняют функции стандартных образцов, но не являются ими, - файлы, содержащие изображения, нематериальны.

7.1.3 Образцы для контроля качества результатов испытаний

Примером образцов для контроля качества результатов испытаний являются образцы оболочечных труб из сплавов циркония, для которых установлены ожидаемые привесы при коррозионных испытаниях труб. Такие образцы испытываются вместе с проведением штатных испытаний и служат для контроля качества результатов испытаний. Т.е. это образцы изделий, для которых

установлены (до автоклавной обработки) ожидаемые значения привесов (изменений массы после автоклавной обработки) и соответствующие характеристики погрешности. Образцы для контроля качества результатов механических испытаний – образцы изделий, для которых установлены (до разрыва образцов) ожидаемые значения предела текучести и т.д.

7.1.4 Аттестованные смеси

Требования к аттестованным смесям изложены в РМГ 60.

7.1.5 Имитаторы изделий

Примером имитаторов плотности таблеток ядерного керамического топлива являются металлические цилиндрические образцы, размеры которых соответствуют размерам таблеток, а состав сплава подбирается так, чтобы его коэффициент поглощения гамма-излучения был близок к коэффициенту поглощения диоксида урана. Для таких имитаторов устанавливаются «аттестованные» значения «эффективной» плотности путем сравнительных измерений на гамма-абсорбционной установке реальных таблеток с известной плотностью и имитаторов. Применение имитаторов (в сравнении со стандартными образцами плотности таблеток) имеет ряд преимуществ – они практически не изнашиваются, меньше случайная погрешность при градуировке установки (гораздо проще изготовить цилиндр правильной формы из металла, чем из керамики). Однако их применение ограничено – описанные имитаторы могут применяться только для гамма-абсорбционных установок одного типа, но не могут применяться в методиках измерений, основанных на иных принципах, например, методике гидростатического взвешивания и даже для гамма-абсорбционных установок, в которых используются разные источники гамма-излучения. Имитаторы нельзя использовать для определения характеристик погрешности измерений вследствие отличия их свойств от реальных таблеток.

7.1.6 Радиационные источники – это источники ионизирующих излучений или поля ионизирующих излучений. Также, как и стандартные образцы, они выполняют роль мер. В настоящее время радиационные источники квалифицируются или как меры, т.е. средства измерений, или как стандартные образцы. Однако, они имеют ряд особенностей нормирования и определения метрологических характеристик, отличающих их от мер и стандартных образцов в классическом понимании.

7.2 Пояснения к пункту 5.3 1/10-НПА

7.2.1 В области использования атомной энергии широко применяются стандартные образцы состава и свойств изделий. Пример – стандартный образец массы ядерного материала, представляющий собой контейнер (изделие), содержащий ядерный материал (ГОСТ Р 8.609). Определение метрологических характеристик стандартного образца включает исследование путем взвешивания, анализа химического состава и измерение изотопного состава материала. Применение стандартного образца – градуировка аппаратуры, принцип действия которой основан на гамма-спектрометрических измерениях или регистрации нейтронных совпадений. При этом химический и изотопный состав, а также

поглощающие свойства материала образца и контейнера характеризуют состав и свойства изделий, в которых необходимо измерять массу ядерного материала.

7.2.2 Определение понятия стабильности стандартных образцов не только как неизменности аттестованного значения (ГОСТ 8.315), но и как закономерного изменения во времени, необходимо во многих случаях применения стандартных образцов в области использования атомной энергии. Это связано с радиоактивным распадом веществ, определяющих свойства таких стандартных образцов. При практическом применении таких стандартных образцов вводят поправки на распад в аттестованное значение стандартного образца и характеристики его погрешности, основываясь на стандартных справочных данных по периоду полураспада. Такое понятие стабильности стандартных образцов описано в ГОСТ Р 8.609.

7.2.3 ГОСТ 8.315 фактически предусматривает нормирование метрологических характеристик стандартных образцов в виде делимого материала (вещества или и материала, от которого при его использовании отбирают определенную часть - пробу, сохраняющую аттестованные значения стандартного образца, ГОСТ 8.609). В ряде случаев нормирование погрешности от неоднородности в виде среднего квадратического отклонения и включение ее в погрешность аттестованного значения не позволяют правильно использовать метрологические характеристики стандартных образцов. ГОСТ 8.315 предусматривает, что дополнительные характеристики стандартных образцов приводятся без указания погрешности, что в случае их существенного влияния не дает возможности корректного внесения поправок в результаты измерений. Кроме того, для стандартных образцов, применяемых комплектами (для градуировки средств измерений) необходимым является выделение общей составляющей систематической погрешности для всех стандартных образцов, входящих в комплект. Поэтому нормирование метрологических характеристик стандартных образцов способами, соответствующими специфике их применения, предоставляет разработчику и пользователю больше возможностей для их эффективного применения.

7.2.4 Установление метрологических характеристик стандартных образцов специфическими методами предусмотрено:

- для метода образцов-свидетелей - в ОСТ 95 10600 (приложение Д);
- для метода межлабораторного эксперимента при малом количестве участников - в ОСТ 95 10596 (приложение Е).

7.3 В настоящее время обязательность прослеживаемости к стандартным образцам высших классов (пункт 5.4 1/10-НПА) установлена ГОСТ 8.609 только для стандартных образцов системы учета и контроля ядерных материалов. Реализуется передача размера от образцов высших классов в соответствии с ОСТ 95 10597 (приложение Ж). Однако, нельзя исключать возможности установления этого требования и в отношении других стандартных образцов.

8 Пояснения к разделу «Метрологические требования к средствам измерений, их составным частям и программному обеспечению»

8.1 Пункт 6.1.2 1/10-НПА предусматривает, что для измерений, проводимых в соответствии с пунктами 3.6 и 3.7 1/10-НПА, к применению допускаются средства измерений, прошедшие поверку или калибровку. Это означает, что пользователь вправе выбирать, какие значения метрологических характеристик СИ он будет использовать: типовые значения метрологических характеристик, полученные при испытаниях СИ с целью утверждения типа, и подтвержденные при поверке, или действительные значения метрологических характеристик, полученные при калибровке СИ. Выбор вида метрологического обслуживания СИ (поверка или калибровка) является добровольным, но если СИ не поверяется, то его калибровка является обязательной. Выбор вида метрологического обслуживания осуществляется на основе оценки соответствия показателей точности и стабильности результатов измерений предъявляемым к ним метрологическим требованиям.

8.2 Калибровка средств измерений (пункты 6.1.3, 6.1.4 1/10-НПА) может применяться не только для СИ применяемых для измерений, проводимых в соответствии с пунктами 3.6 и 3.7 1/10-НПА, но и в соответствии с пунктом 3.5 1/10-НПА - для оценки показателей точности измерений в рабочих условиях выполнения измерений в течение межповерочного интервала СИ утвержденного типа, прошедших поверку.

8.3 На ОИАЭ применяются СИ, которые недоступны для метрологического обслуживания (поверки или калибровки) в течение всего срока их эксплуатации (или эксплуатации оборудования, в котором они применяются) вне зависимости от установленного при испытаниях для целей утверждения типа межповерочного интервала. Пункт 6.2 1/10-НПА предусматривает несколько вариантов решения данной проблемы:

- обеспечение соответствия показателей метрологической надежности СИ условиям их эксплуатации;
- установление межповерочного интервала, равного сроку службы СИ;
- разработка и применение методик поверки (калибровки) без демонтажа СИ;
- корректировка межповерочных интервалов и метрологических характеристик СИ.

8.4 Пункт 6.3.2 1/10-НПА обязывает проектировщика (производителя, поставщика) ИС, ИК установить границы ИС или ИК, определяющие ее выделение на функциональном уровне из состава более сложных структур. Это требование необходимо, т.к. поставляемое на ОИАЭ оборудование, в т.ч. автоматизированной системы, часто включает множество компонентов и имеет сложную структуру; при этом не все компоненты выполняют измерительные функции.

8.5 Пункты 6.3.3 и 6.3.4 1/10-НПА устанавливают требования к регламентации всей информации, необходимой для метрологического обслуживания ИС. Пункт 6.3.4 1/10-НПА дополняет положения МИ 2439 по регламентации метрологических характеристик ИК.

8.6 Пункт 6.3.5 1/10-НПА является дополнением, развивающим положение пункта 1.6 МИ 2439: «Регламентация МХ измерительных каналов ИС не исключает нормирование МХ их компонентов, обеспечивающее соответствие метрологических свойств измерительных каналов регламентированным и взаимозаменяемость компонентов».

8.7 Пункты 6.3.6 и 6.3.7 1/10-НПА предусматривают обязательность утверждения типа и проведения первичной поверки всех ИС (ИК), применяемых в области использования атомной энергии, причем не только для измерений по пункту 3.5 1/10-НПА.

8.8 Подраздел 6.4 1/10-НПА устанавливает метрологические требования к программному обеспечению (ПО) средств измерений и является дополнением к требованиям ГОСТ Р 8.654. Пункты 6.4.2 и 6.4.3 1/10-НПА конкретизируют условия, при которых является необходимой аттестация ПО. Пункты 6.4.5 1/10-НПА устанавливает требования к ПО, осуществляющему измерительное преобразование и входящему в состав методик (методов) измерений.

9 Пояснения к разделу «Метрологические требования к методикам (методам) измерений

9.1 Существует множество нормативных документов (пример – ГОСТ 1497), регламентирующих процедуры испытаний (в понимании определения 3.1.3) и называющихся «методики испытаний» или «методы испытаний». Если эти «методики испытаний» предусматривают определение количественной характеристики объекта испытаний, то их также следует рассматривать как методики измерений при испытаниях (пункт 9.1 1/10-НПА).

9.2 И для методик измерительного контроля (пункт 9.1 1/10-НПА) и для систем допускового контроля по ГОСТ Р 8.731 определяются значения показателей достоверности контроля по МИ 1317. Но для методик измерительного контроля (МВИк по СТО 95 10351, приложение А) определяются предельные значения, а для систем допускового контроля – усредненные.

9.3 Пункт 7.3 1/10-НПА конкретизирует требования к методикам (методам) измерений, изложенных в ГОСТ Р 8.563., а также устанавливает основные требования к методикам измерений при испытаниях и методикам измерений при измерительном контроле (см. также СТО 95 10351).

9.4 Принципы достаточности и проверяемости (пункт 7.4 1/10-НПА : «комплекс метрологических характеристик должен быть достаточен для принятия достоверных решений» и «метрологические характеристики должны быть контролепригодными (проверяемыми)») при нормировании метрологических характеристик методик (методов) измерений по-существу тождественны аналогичным принципам для СИ (ГОСТ 8.009).

9.5 Особенности нормирования метрологических характеристик и модели погрешности различных видов методик (методов) измерений (пункт 7.5 1/10-НПА) подробно описаны в СТО 95 10351.

9.6 Раздельное нормирование случайной и систематической составляющих погрешности (пункт 7.6 1/10-НПА) обусловлено тем, что при приемке продукции

эти составляющие по-разному влияют на результаты приемки (СТО 95 10460, приложение Г). В большинстве случаев раздельное нормирование необходимо и для методик измерений, применяющихся в целях учета и контроля ядерных материалов и для методик радиационного контроля (ГОСТ Р 8.594).

9.7 Особенности нормирования и определения метрологических характеристик методик измерений при испытаниях (9.4, пункт 7.7 1/10-НПА) и при измерительном контроле (пункт 7.8 1/10-НПА) вытекают из общих принципов достаточности и проверяемости (пункт 7.4 1/10-НПА).

9.8 «Консервативный» подход к оцениванию составляющих погрешности или неопределенности (пункт 7.9 1/10-НПА) – основополагающий принцип определения и использования метрологических характеристик методик измерений. На практике при оценивании составляющей неопределенности по типу В в соответствии с Руководством по выражению неопределенности (ГОСТ Р 54500.3), если нет достаточной информации о распределении влияющего фактора, рассматривают случай, приводящий к наихудшим последствиям. Однако, при оценивании составляющей неопределенности по типу А этого не делают. Пункт 7.9 1/10-НПА устанавливает необходимость «консервативного» подхода к оцениванию всех составляющих погрешности, в том числе и составляющих погрешности, оцениваемых экспериментальным способом. Подробно описание алгоритмов оценивания составляющих погрешности описано в ОСТ 95 10353 (приложение Б).

9.9 Указанные в пункте 7.10 1/10-НПА особенности расчетно-экспериментального способа оценки метрологических характеристик при аттестации методик (методов) измерений (способ экспертных оценок, рассмотрение различных видов распределений, учет «физической корреляции», особенности оценивания метрологических характеристик методик с неустойчивой погрешностью) описаны в ОСТ 95 10353 (приложение Б).

Например, для аттестации методик часто применяют стандарты серии ГОСТ Р ИСО 5725, которые распространяются только на методики измерений с устойчивой погрешностью (ГОСТ Р ИСО 5725-1).

9.10 Пункт 7.11 1/10-НПА подчеркивает границы применимости стандартов серии ГОСТ Р ИСО 5725 для аттестации методик (методов) измерений.

Приложение А
(справочное)

СТАНДАРТ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»
СТО 95 10351
Методики измерений. Основные положения

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методикам измерений (далее – МВИ), классификацию их в зависимости от сферы применения и характера получаемой информации об определяемой характеристике (параметре), способы нормирования и представления метрологических характеристик МВИ, правила представления результатов измерений, испытаний и измерительного контроля.

1.2 Стандарт распространяется на МВИ, применяющиеся на предприятиях (организациях) отрасли, в т.ч. при:

- контроле показателей качества продукции (сырья, полуфабрикатов, веществ, материалов и изделий) в процессе ее производства, выпуска, приемки, хранении, переработки и утилизации;
- контроле параметров технологических процессов;
- контроле объектов окружающей среды;
- дореакторных, реакторных и послереакторных исследованиях материалов и изделий, если результаты измерений используют в расчетах характеристик надежности, долговечности и работоспособности ядерных реакторов;
- получении стандартных справочных данных о составе и свойствах веществ и материалов;
- учете и контроле ядерных материалов;
- исследованиях метрологических характеристик стандартных образцов;
- контроле объектов промышленной санитарии;
- дозиметрическом и радиационном контроле;
- производстве изыскательских геодезических и гидрометеорологических работ.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 2.601-2006 ЕСКД. Эксплуатационные документы.

ГОСТ Р 8.563-2009 ГСИ. Методики (методы) измерений.

ГОСТ Р 8.568-97 ГСИ. Аттестация испытательного оборудования. Основные положения.

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ Р 12.1.019-2009 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

ГОСТ 6709-72 Реактивы. Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 21130-75 Изделия электротехнические. Зажимы заземляющие и знаки заземления. Конструкция и размеры.

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

ОСТ 95 10353-2008 ОСОЕИ. Алгоритмы оценки метрологических характеристик при аттестации методик выполнения измерений.

ОСТ 95 10430-2001 ОСОЕИ. Порядок проведения аттестации методик выполнения измерений.

ОСТ 95 10542-98 ОСОЕИ. Контроль химических реактивов.

3 Определения

Для целей настоящего стандарта применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Объект измерений или контроля: образец продукции, проба, параметр процесса, изделие и т.д., объект, характеристики (параметры) которого подлежат измерению или контролю.

3.2 Контроль: проверка соответствия объекта установленным требованиям (в т.ч. к техническим и потребительским свойствам), включающая принятие решения об отнесении объекта к одной из двух или более групп, например, к группе годных или группе дефектных объектов.

3.3 Измерительный контроль: контроль, при котором решение об отнесении объекта к одной из групп принимается путем измерения (или измерительного преобразования) контролируемого параметра и его сравнения с заранее

установленными значениями: границами поля контрольного допуска.

Примечание – Имеются также виды контроля, не требующие проведения измерений:

- допусковый (пороговый) контроль - контроль, при котором решение об отнесении объекта к одной из групп принимается путем непосредственного сравнения контролируемого параметра с границами поля контрольного допуска без проведения измерения. Пример - контроль размера изделия с помощью проходного калибра.

- качественный контроль - контроль, при котором решение об отнесении объекта к одной из групп принимается без проведения измерения, путем качественного (например, визуального) сравнения контролируемого объекта с объектами, заведомо принадлежащими к определенным группам, например, заведомо годным и с заведомо дефектным объектом. Пример - сравнение с образцами внешнего вида изделия.

3.4 Испытание: измерение фактического значения характеристики

(параметра) объекта при заданных значениях параметров испытательного воздействия и (или) параметров условий, в которых испытывается объект (далее – параметров условий испытаний).

Примечание - Имеется также вид испытаний, не требующий проведения измерений, - качественные испытания. Этот вид испытаний включает воздействие заданных условий на объект, но не включает определения числового значения характеристики объекта, а включает лишь качественный контроль. Пример - сравнение образцов продукции после проведения коррозионных испытаний с образцами внешнего вида.

3.5 Методика (метод, method) измерений (методика выполнения измерений, МВИ): совокупность операций, правил и требований, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с известными характеристиками погрешности.

Примечание – Некоторые методики измерений оформлены под названием «методы» (methods).

3.6 Методика испытаний (МВИс): вид МВИ, обеспечивающей получение результатов испытаний с известными характеристиками погрешности.

3.7 Методика измерительного контроля (МВИк): вид МВИ, обеспечивающей получение результатов измерительного контроля с известными характеристиками погрешности или показателями достоверности.

3.8 Методика количественного химического анализа (МКХА): вид МВИ, обеспечивающей получение результатов измерений величин, характеризующих химический состав исследуемого (анализируемого) объекта. Для МКХА наряду с терминами «измерение», «результат измерения» допускается применение терминов «анализ», «результат анализа».

3.9 Показатели качества измерений: точность, правильность, воспроизводимость, сходимость измерений.

3.10 Точность измерений: показатель качества измерений, отражающий близость результатов измерений к истинным значениям. Чем меньше погрешность результатов измерений, тем выше точность.

3.11 Правильность измерений: показатель качества измерений, отражающий близость к нулю систематической составляющей погрешности.

3.12 Воспроизводимость измерений: показатель качества измерений, отражающий близость друг к другу значений результатов измерений одной и той же величины, по одной и той же методике, в различных условиях измерений (разное время, разные экземпляры средств измерений, разные исполнители и т.д.).

3.13 Сходимость (повторяемость) измерений: показатель качества измерений, отражающий близость друг к другу значений результатов измерений, полученных на одном и том же объекте или однородных объектах в одинаковых условиях (практически в одно и то же время, на одном средстве измерений).

3.14 Регламентация МВИ: оформление и утверждение в установленном порядке документа, регламентирующего МВИ. Стандартизация МВИ – регламентация МВИ в виде стандарта. Документ, регламентирующий МВИ, далее также обозначается аббревиатурой МВИ.

Примечание – МВИ также может быть регламентирована в виде части или раздела

документа (стандарта, технического процесса, методики поверки, технических условий, регламента контроля, руководства по эксплуатации по эксплуатации средства измерений и т.п.).

3.15 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 об аттестации).

3.16 Термины и определения, применяемые в МВИ, в т.ч. в МКХА, приведены в приложении Д.

4 Классификация МВИ

4.1 В зависимости от уровня утверждения или согласования МВИ подразделяются на МВИ государственного уровня, МВИ отраслевого уровня, МВИ уровня предприятия (организации).

МВИ отраслевого уровня оформляют в виде отраслевого стандарта, отраслевой инструкции или приложений к техническим условиям.

МВИ уровня предприятия (организации) оформляют в виде документа предприятия (организации).

4.2 В зависимости от степени распространения на различные объекты и (или)
различные условия измерений (испытаний, контроля), МВИ могут подразделяться на типовые и рабочие МВИ.

4.2.1 Если операции и правила выполнения измерений (испытаний, контроля) аналогичны для различных (но однотипных) объектов измерений и (или) различных (но близких) условий измерений (испытаний, контроля) и для нескольких предприятий (организаций) отрасли, то целесообразной является разработка МВИ отраслевого уровня, регламентирующей общие правила для всех объектов и (или) условий. Такая МВИ называется типовой МВИ. Типовую МВИ оформляют в виде отраслевого стандарта или отраслевой инструкции. Метрологические характеристики типовой МВИ отражают достигнутый минимальный уровень метрологического обеспечения и технического оснащения лабораторий и предприятий отрасли. В типовой МВИ могут быть регламентированы требования к рабочим МВИ и методика аттестации рабочих МВИ.

Примечание – Типовые МВИ не подлежат аттестации, их метрологические характеристики определяют как наибольшие значения метрологических характеристик рабочих МВИ.

4.2.2 В развитие типовой МВИ могут быть разработаны рабочие МВИ, описывающие особенности выполнения измерений (испытаний, контроля) для конкретного объекта и (или) конкретных условий (например, для условий конкретного предприятия (организации)), а также включающие соответствующие метрологические характеристики и нормативы контроля качества измерений. Рабочую МВИ оформляют в виде отраслевой инструкции, приложения к

техническим условиям или документа предприятия (организации) (или его части).

Значения метрологических характеристик рабочей МВИ не могут превышать значений метрологических характеристик типовой МВИ.

Примечание - Термин «рабочая МВИ» имеет смысл только во взаимосвязи с термином «типовая МВИ» и не употребляется, если для данной МВИ не существует типовой МВИ.

4.3 В зависимости от характера получаемой информации об объекте измерений, и, как следствие, от особенностей нормирования и определения метрологических характеристик, общее понятие МВИ включает также методики испытаний (МВИс) и методики измерительного контроля (МВИк). Отличительные признаки и классификация этих видов МВИ приведены в приложении Б.

5 Нормируемые метрологические характеристики МВИ

5.1 Обоснование изложенных в настоящем разделе положений по нормированию метрологических характеристик МВИ описано в приложении В.

5.2 Метрологические характеристики МВИ, не относящихся к МВИс и МВИк

5.2.1 Метрологические характеристики МВИ представляют собой характеристики погрешности измерений в заданном диапазоне значений измеряемой величины.

5.2.2 Характеристиками погрешности измерений являются:

- границы интервала, в котором погрешность находится с заданной доверительной вероятностью Р (доверительные границы) - $\Delta_н$, $\Delta_в$;

- наибольшее возможное значение среднего квадратического отклонения $\sigma_{сх}$ или доверительные границы $\varepsilon_{сх,н}$, $\varepsilon_{сх,в}$ части случайной составляющей погрешности, характеризующей сходимость измерений;

- границы интервала, в котором неисключенная систематическая составляющая погрешности находится с заданной вероятностью Р, - $\Theta_н$, $\Theta_в$.

Примечание – Далее доверительные границы характеристик погрешности обозначены одним символом и без знака доверительной вероятности, например, «Δ» вместо «$\Delta_н$, $\Delta_в$, Р».

5.2.3 Для МВИ нормируют следующие характеристики погрешности :

- Δ;

- $\sigma_{сх}$ нормируют, если МВИ предусматривает проведение нескольких параллельных определений;

- вместо $\sigma_{сх}$ допускается нормировать $\varepsilon_{сх}$ в случаях: если количество параллельных определений заранее оговорено; если величина $\sigma_{сх}$ не имеет смысла, например, в случае дискретных распределений;

- если нормируют $\sigma_{сх}$ или $\varepsilon_{сх}$, то нормируют и Θ.

5.3 Метрологические характеристики МВИс

5.3.1 Метрологические характеристики МВИс представляют собой характеристики погрешности результатов испытаний в заданном диапазоне значений измеряемой величины.

5.3.2 Характеристиками погрешности испытаний являются:

- границы суммарной погрешности результатов испытаний Δ для заранее заданной доверительной вероятности P (доверительные границы);

- наибольшее возможное значение среднего квадратического отклонения σ_{cx} или доверительные границы ε_{cx} составляющей погрешности, характеризующей сходимость результатов испытаний ;

- доверительные границы составляющей погрешности, характеризующей воспроизводимость результатов испытаний Θ.

5.3.3 Для МВИс нормируют следующие характеристики погрешности :

- Δ;

- σ_{cx} нормируют, если МВИс предусматривает проведение нескольких параллельных определений или проведение испытаний нескольких однородных объектов в условиях сходимости;

- вместо σ_{cx} допускается нормировать ε_{cx} в случаях: если количество параллельных определений заранее оговорено; если величина σ_{cx} не имеет смысла, например, в случае дискретных распределений;

- если нормируют σ_{cx} или ε_{cx}, то нормируют и Θ;

- если МВИс предусматривает испытания нескольких объектов в условиях сходимости, то допускается вместо Θ нормировать доверительные границы двух ее составляющих :

${}^{усл}\Theta$ - доверительные границы составляющей погрешности, обусловленной разбросом условий испытаний при их повторении;

${}^{изм}\Theta$ - доверительные границы составляющей погрешности измерений, обусловленной факторами, не зависящими от условий испытаний (например, погрешности средств измерений).

5.4 Метрологические характеристики МВИк

5.4.1 Метрологические характеристики МВИк представляют собой или характеристики погрешности измерительного контроля или показатели достоверности контроля - вероятности неверного отнесения P_{baM}, P_{grM}. Определения, относящиеся к взаимосвязи характеристик погрешности измерительного контроля и показателей достоверности контроля, приведены в приложении Г.

5.4.2 Характеристиками погрешности измерительного контроля являются:

- границы суммарной погрешности измерительного контроля Δ для заданной доверительной вероятности P (доверительные границы);

- наибольшее возможное значение среднего квадратического отклонения σ_{cx} или доверительные границы ε_{cx} части случайной составляющей погрешности, характеризующей сходимость измерений при измерительном контроле;

- доверительные границы неисключенной систематической составляющей погрешности Θ.

5.4.3 Для МВИк измерительного типа нормируют характеристики погрешности измерительного контроля.

5.4.4 Для МВИк измерительно-преобразовательного типа нормируют характеристики погрешности измерительного контроля, выраженные в единицах контролируемой величины, или вероятности неверного отнесения P_{baM}, P_{grM} с указанием параметров методики контроля по приложению Г.

5.4.5 Для МВИк альтернативного типа нормируют вероятности неверного отнесения P_{baM}, P_{grM} с указанием параметров методики контроля.

5.4.6 Характеристики погрешности измерительного контроля нормируют аналогично 5.2.3.

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

5.4.8 Если определение P_{grM} при аттестации МВИк связано со значительными техническими трудностями, допускается нормировать только P_{baM}.

5.4.9 Вместо P_{baM} допускается нормировать величину $P_{обн} = (1 - P_{baM})$, характеризующую вероятность обнаружения дефектного объекта.

5.5 Представление приписанных характеристик погрешности и показателей достоверности

5.5.1 При указании приписанных характеристик погрешности и показателей достоверности в тексте МВИ и свидетельстве об аттестации МВИ указывают совокупность условий, для которых принятые характеристики действительны. В состав условий могут входить диапазон измеряемой величины, типоразмеры изделий, диапазоны значений всех величин, существенно влияющих на погрешность и т.д. Если характеристики погрешности или показателей достоверности различны для различных условий (например, в разных диапазонах), их указывают для каждой группы условий (например, для каждого диапазона).

5.5.2 Характеристики погрешности указывают:

- в абсолютной форме (в единицах измеряемой величины) - Δ;
- в относительной форме (в процентах, относительных долях), относительную погрешность обозначают как δ;
- в виде функциональной зависимости от результата измерения,

например, $\Delta = a + bX$, или $\delta = c + dX$, где X - результат измерения.

5.5.3 При указании интервальных характеристик погрешности Δ, Θ, ε_{cx} указывают верхнюю и нижнюю границы доверительного интервала и доверительную вероятность P (не менее 0,95). Если доверительные границы характеристики погрешности симметричны, их приводят со знаком «±»,

например, $\Delta = \pm 0{,}008$ г/см^3, P = 0,95 ; $\delta = \pm 0{,}05\%$, P = 0,95 .

5.5.4 При указании точечной характеристики погрешности $\sigma_{cx}\overset{\circ}{\overline{\Delta}}$ возможны следующие формы записи: «наибольшее возможное значение среднего квадратического отклонения результатов измерений - 0,015 мкм» или «среднее квадра-тическое отклонение результатов измерений - не более 0,015 мкм». При указании среднего квадратического отклонения, выраженного в относительной форме, используют форму записи «относительное среднее квадратическое отклонение».

5.5.5 Числовое значение характеристик погрешности, выраженных в абсолютной форме, округляют до одной или двух значащих цифр. Если первая значащая цифра характеристики погрешности 1 или 2, то должна присутствовать и вторая значащая цифра от 0 до 9, например, 0,20 г/см^3, 0,0014 мм. Если первая значащая цифра характеристики погрешности 3 или 4, то должна присутствовать и

вторая значащая цифра - 0 или 5, например, 0,35 г/см^3, 0,0040 мм. Если первая значащая цифра характеристики погрешности больше 4, то вторая значащая цифра должна отсутствовать, например, 0,5 г/см^3, 6 мг/дм^3. Полученное при аттестации значение характеристики погрешности округляют в большую сторону, например: 0,31 г/см^3 ≈ 0,35 г/см^3, а не 0,31 г/см^3 ≈ 0,30 г/см^3; 0,61 % ≈ 0,7 %; 2,72 % ≈ 2,8 %.

В числовом значении характеристики погрешности, выраженной в относительной форме, а также в значениях коэффициентов, определяющих функциональную зависимость характеристики погрешности (5.5.2), количество значащих цифр может быть равно двум вне зависимости от их первой значащей цифры.

5.5.6 Показатели достоверности - вероятности неверного отнесения P_{baM}, P_{grM} называют с использованием терминологии по приложению Г (Г3.1, Г3.2), например - «Наибольшая вероятность забраковать годный образец с дефектом допустимого объема G_β = 0,8 мм^3 - P_{grM} = 0,03».

Допускается форма записи с оборотом «не более», например - «Вероятность отнесения к годным образца с диаметром G ≥ 7,65 мм (недопустимое значение) - P_{baM} - не более 0,05».

В случае нормирования показателя достоверности $P_{обн}$ = (1 - P_{baM}) допускается форма записи: «Вероятность обнаружения образца с недопустимым

дефектом (....) $P_{обн}$ - не менее 0,95».

5.5.7 Количество значащих цифр в числовых значениях вероятностей неверного отнесения P_{baM}, P_{grM} определяется аналогично 5.5.5.

5.5.8 Значение P_{baM} не должно превышать 0,05, в противном случае МВИк не допускается к применению.

6 Технические требования к МВИ

6.1 Область применения МВИ

6.1.1 Область применения МВИ устанавливают во вводной части

документа, регламентирующего МВИ. МВИ может распространяться на несколько различных измеряемых (определяемых, контролируемых) характеристик объекта.

6.1.2 Область применения МВИ должна содержать описание характеристик объекта измерений и характеристик измеряемой (определяемой, контролируемой) величины. Для МВИс описание характеристики определяемой величины должно включать условия испытаний.

6.2 Метрологические характеристики

6.2.1 В разделе МВИ (не типовой) «Характеристики погрешности» (или «Показатели достоверности контроля») приводят конкретные значения приписанных характеристик погрешности (показателей достоверности контроля) в соответствии с разделом 5, полученные при аттестации МВИ.

6.2.2 В разделе типовой МВИ «Характеристики погрешности» (или «Показатели достоверности контроля») приводят максимально допустимые для данной группы объектов (условий) значения характеристик погрешности (показателей достоверности контроля), а также указывают: «Характеристики погрешности (показатели достоверности контроля) для конкретных типов объектов (условий измерений, испытаний или контроля) устанавливаются и приводятся в рабочих МВИ (свидетельстве об аттестации МВИ)».

6.2.3 Если описание всех операций и правил выполнения измерений (испытаний, контроля) достаточно полно сделано в типовой МВИ, то

- разработка рабочих МВИ необязательна,
- в свидетельстве(ах) об аттестации МВИ приводят характеристики погрешности (показатели достоверности контроля), а также значения критериев контроля качества (ОСТ 95 10289) для каждого конкретного типа объектов (условий измерений, испытаний или контроля).

6.3 Условия измерений, испытаний, контроля

6.3.1 Условия измерений, испытаний, контроля задают в виде номинальных значений и (или) границ диапазонов возможных значений влияющих величин. При необходимости указывают предельные скорости изменений или другие характеристики влияющих величин, а также ограничения на продолжительность измерений, число параллельных определений и т.д.

6.3.2 Условия измерений, испытаний, контроля не должны отличаться от условий эксплуатации средств измерений, испытаний, контроля, применяющихся в МВИ. Если такие отличия все же необходимы, метрологические характеристики МВИ должны быть определены с учетом этих отличий.

6.4 Средства измерений, испытаний, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы и т.д., применяемые в МВИ

6.4.1 Выбор средств измерений при разработке МВИ для применения в

сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений должен проводиться в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563.

6.4.2 В МВИ, не применяемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, допускается применение средств измерений, тип которых не утвержден. В этом случае возможны два варианта:

А) Метрологические характеристики этих средств измерений определяют при аттестации МВИ и учитывают при оценке характеристик погрешности МВИ, как отдельные составляющие. Тогда:

- должны быть определены нормативы контроля метрологических характеристик этих средств измерений;

- должна быть разработана методика калибровки этих средств измерений, которую рекомендуется включить в текст документа, регламентирующего МВИ;

- МВИ должна предусматривать проведение периодической и внеочередной (после ремонта или замены экземпляра средств измерений) калибровки таких средств измерений;

Б) Метрологические характеристики этих средств измерений не определяют отдельно, но учитывают их влияние на характеристики погрешности МВИ. Тогда:

- МВИ должна предусматривать проведение периодического контроля сходимости и правильности или точности измерений;

- в свидетельстве об аттестации МВИ должны быть указаны заводские (инвентарные) номера экземпляров средств измерений;

- в случае замены экземпляра средств измерений проводят переаттестацию МВИ.

6.4.3 Стандартные образцы, применяемые в МВИ отраслевого уровня, должны иметь категорию не ниже отраслевых стандартных образцов. По согласованию с Центральной головной организацией метрологической службы ГК «Росатом» (ЦГОМС) возможно применение стандартных образцов предприятия.

6.4.4 В МКХА применяют химические реактивы квалификаций не ниже ч.д.а., если в МВИ не оговорены иные требования. Допускается применение реактивов более высокой квалификации, чем указано в МВИ. Применение реактивов с истекшим гарантийным сроком хранения, а также реактивов зарубежного производства регламентировано ОСТ 95 10542.

6.4.5 В МКХА для приготовления водных растворов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709. Применение бидистиллированной или деионизированной воды должно быть специально оговорено.

6.4.6 Применяемое испытательное оборудование должно быть аттестовано в соответствии с ГОСТ Р 8.568.

6.5 Требования безопасности

6.5.1 При выполнении измерений, испытаний, контроля необходимо руководствоваться:

- «Техникой безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения). Методические рекомендации» ПНД Ф 12.13.1-03 (утверждены ФГУ «Центр экологического контроля и анализа» 04.09.2003).

- «Нормами радиационной безопасности НРБ-99/2009»;

- «Основными санитарными правилами обеспечения радиационной безопасности ОСПОРБ-99/2010», утвержденными Минздравом;

- «Правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей (ПТЭ)» и «Правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей (ПТБ)», утвержденными Главгосэнергонадзором;

- «Правилами устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», № ПБ 10-115-96;

- при использовании в качестве реактивов и материалов опасных (токсичных, едких, и т.д.) веществ - требованиями безопасности, изложенными в нормативной документации (НД) на указанные материалы;

- общими правилами безопасности и конкретными требованиями безопасности, связанными с возможными опасностями от использования технических средств, при этом должны быть обеспечены условия, установленные ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007.

6.5.2 Помещения лабораторий, их освещение, отопление, водоснабжение и канализация должны соответствовать СНиП 2.09.02-85, СНиП 41-01-2003, СНиП 2.04.01-85, СНиП 23-05-95, СН 245-71, СНиП 11-М.2-72, другим санитарным

нормам и правилам, действующим в отрасли.

6.5.3 Все электроустановки и электроаппаратура, используемые в МВИ, должны соответствовать требованиям «Правил устройства электроустановок (ПУЭ)», утвержденных Главгосэнергонадзором, ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 21130, ГОСТ 12.1.019.

6.6 МВИ должна регламентировать требования к уровню квалификации (профессии, образованию, практическому опыту и др.) операторов, выполняющих измерения.

6.7 Процедуры градуировки (настройки) аппаратуры должны обеспечивать оптимальное значение погрешности градуировки. Построение градуировочной зависимости должно проводиться расчетным способом с применением средств вычислительной техники. Периодичность построения градуировочной зависимости и настройки аппаратуры указывают в МВИ. Если такого указания нет, то периодичность должна быть не реже одного раза в 3 месяца.

6.8 Измерительные процедуры

6.8.1 При измерениях должны соблюдаться требования эксплуатационной документации на применяемые средства измерений, испытательное оборудование и т.д.

6.8.2 Если МВИ включает программные алгоритмы математической обработки, выполняющиеся средствами вычислительной техники, и существует возможность несанкционированного изменения программы, то с целью контроля ее сохранности МВИ должна регламентировать средства и методы тестирования программ, либо исходный текст программы.

6.8.3 Если при выполнении процедур МВИ велика вероятность промаха (вследствие ошибок оператора при подготовке пробы, записи промежуточных результатов и т.д.), и МВИ предусматривает проведение параллельных определений, результаты параллельных определений могут быть проверены на наличие про маха в соответствии с приложением Е. Для МВИ, в которых процедуры получения результата измерений осуществляются автоматическими средствами измерений без участия оператора, исключение промахов не допускается.

6.8.4 МВИ, применяющиеся при дозиметрическом и радиационном контроле, должны разрабатываться с учетом требований [1].

6.9 Процедуры контроля качества измерений

6.9.1 В МВИ должны быть регламентированы процедуры внутрилабораторного оперативного контроля качества измерений.

6.9.2 Контроль качества измерений проводят в соответствии с ОСТ 95 10289.

6.10 Вычисление и представление результатов измерений

6.10.1 В случае непрямых измерений в МВИ должны быть приведены формулы для расчета результата измерений.

6.10.2 Если при аттестации МВИ установлено, что требуется введение поправок, то перед расчетом результата измерений в результаты параллельных определений должны быть введены поправки, исключающие систематическую составляющую погрешности.

6.10.3 В случае симметричного распределения результатов измерений результат измерения вычисляют как среднее арифметическое значение из n результатов параллельных определений.

6.10.4 Для логарифмически нормального распределения результат измерения вычисляют как среднее геометрическое значение из n результатов параллельных определений.

В других случаях асимметричного распределения в МВИ должны быть приведены формулы для расчета результата измерения.

6.10.5 Числовое значение результата измерений (испытаний) должно содержать последнюю цифру в том же разряде, в котором находится последняя значащая цифра абсолютной погрешности результата измерений (испытаний).

6.10.6 Результат измерений, испытаний представляют в виде

$$X \pm \Delta, P \qquad (1)$$

для симметричных доверительных границ погрешности, или

$$X, \Delta_н, \Delta_в, P \qquad (2)$$

для асимметричных доверительных границ погрешности.

Допускается не указывать доверительную вероятность, равную P=0,95.

6.10.7 Если при выполнении измерений (испытаний) получено значение, находящееся вне диапазона измерений МВИ, то результат приводят в виде «< ^{н}A» или «>^{в}A», где ^{н}A, ^{в}A – нижняя и верхняя границы диапазона измерений соответственно. Количество значащих цифр при указании ^{н}A, ^{в}A должно быть таким же, как в документации на МВИ.

Если при выполнении измерений (испытаний) получено значение, меньшее суммарной погрешности МВИ Δ, то результат приводят в виде «< Δ».

6.10.8 Форма записи результатов без указания погрешности допустима только при представлении результатов измерений (испытаний) характеристик (параметров) продукции, выпускаемой по нормативной документации (например, техническим условиям), при условии, что в нормативной документации есть ссылка на аттестованную МВИ.

6.10.9 Результат альтернативного контроля представляют в виде «годен, P_{baM}» или «брак». Допускается не указывать вероятность неверного отнесения, равную P_{baM} = 0,05.

Приложение А
(обязательное)

Методики, не требующие регламентации и (или) аттестации

А1 Методики, не требующие регламентации и аттестации

А1.1 Методики, характеристики погрешности измерений по которым определяют в процессе или после их применения. Из области распространения настоящего стандарта, указанной в разделе «Область применения», такие методики могут применяться, в частности, при исследовании метрологических характеристик стандартных образцов. В этом случае отчет (протокол) исследования стандартных образцов должен содержать описание методов экспериментального и теоретического определения характеристик погрешности измерений по таким методикам.

А1.2 Методики, регламентация правил измерений по которым полностью определяется нормативной документацией (руководством по эксплуатации) на применяемое средство измерений и погрешность измерений равна инструментальной погрешности, которую можно определить расчетным путем, исходя из метрологических характеристик средств измерений и свойств измеряемого объекта.

А2 Методики, не требующие регламентации

А2.1 Не требуют регламентации методики, описание которых вследствие его простоты может быть включено непосредственно в нормативный документ, регламентирующий технические требования (технические условия).

А2.2 Исследование метрологических характеристик таких методик может оказаться необходимым. В этом случае характеристики погрешности измерений (достоверности контроля) указывают непосредственно в нормативном документе А2.1, а свидетельство об аттестации не оформляют.

А3 Методики, не требующие аттестации

А3.1 Методики, в которых отсутствует процедура измерения (или измерительного преобразования), в т.ч. методики, включающие качественное сравнение (контроль) или непосредственное сравнение с мерой.

А3.2 Регламентация таких методик, возможно, является необходимой вследствие сложности процедур задания условий испытаний, вследствие необходимости документального описания образцов сравнения и т.д.

А3.3 Для методик, включающих сложные процедуры задания условий испытаний (например, требующих применения специального испытательного оборудования, или включающих измерения параметров условий испытаний), и методик непосредственного сравнения необходимо проведение метрологической экспертизы с целью подтверждения соответствия условий испытаний (измерений) требуемым нормам.

А4 Характеристики погрешности некоторых методик, например, методик исследования метрологических характеристик стандартных образцов, могут быть определены в процессе или после их применения. В этом случае в отчете (протоколе) исследования стандартных образцов необходимо дать полное описание методики (или ссылку на нее). Указанные методики подвергаются метрологической экспертизе.

А5 Наиболее часто встречающиеся примеры

А5.1 Методики допускового контроля (примечание к 3.2), как правило, не требуют регламентации в виде отдельного документа, поскольку вследствие простоты процесса сравнения описание методики допускового контроля может быть включено непосредственно в документ, регламентирующий технические требования к образцу продукции (технические условия).

А5.2 Методики допускового контроля, как правило, не требуют аттестации, поскольку их единственным показателем достоверности является наихудшее (наибольшее или наименьшее) значение контролируемого параметра любого объекта, который может быть отнесен к определенной группе (например, признан годным или дефектным) - Δ_{xMba}. Соответствие значения показателя Δ_{xMba} требуемой норме может быть установлено путем метрологической экспертизы методики допускового контроля.

А5.3 Методики качественного контроля требуют регламентации, включающей описание или визуальное представление (например, фотография) качественных признаков объекта контроля, по которым проводят отнесение объекта к той или иной группе, или описание (визуальное представление) объектов сравнения, заведомо относящихся к той или иной группе.

А5.4 Методики качественного контроля не требуют аттестации.

А5.5 Методики качественных испытаний регламентируют процесс задания условий испытаний и включают качественный контроль. Методики качественных испытаний не требуют аттестации.

Приложение Б
(справочное)

Отличительные признаки и классификация МВИс и МВИк

Б1 Методики испытаний

Б1.1 Основным отличительным признаком МВИс является наличие внешнего воздействия на объект испытаний, поэтому понятие «истинного» значения определяемой величины, а, следовательно, и понятие правильности измерений, для МВИс носит условный характер.

Б2 Методики измерительного контроля

Б2.1 МВИк выделяются из общего понятия МВИ тем, что они, как правило, не предназначены для измерений характеристик объектов в широком диапазоне, а лишь для контроля характеристик в достаточно узком их диапазоне, позволяющем осуществить отнесение объектов к различным группам. Кроме того, некоторые МВИк не получают или не сообщают результатов измерений, а сообщают лишь результат контроля, т.е. результат отнесения объекта к той или иной группе, хотя и осуществляют измерение или измерительное преобразование, на основании которого принимается соответствующее решение.

Б2.2 МВИк подразделяются на МВИк измерительного типа, МВИк измерительно-преобразовательного типа и МВИк альтернативного типа.

Б2.3 МВИк измерительного типа регламентируют процедуру получения результатов измерений характеристики объекта и процедуру их сравнения с границами поля контрольного допуска с целью отнесения объекта к нескольким группам, например, к различным маркам сплавов, различным группам размеров и т.д. Наиболее часто встречается отнесение к двум группам: к группе годных и к группе дефектных объектов. Процесс сравнения в МВИк измерительного типа, как правило, осуществляется с помощью технических средств (компаратор, контроллер, компьютерная программа).

Б2.4 МВИк измерительно-преобразовательного типа не выводят (не сообщают) результат измерения контролируемого параметра, но осуществляют измерительное преобразование значения контролируемого параметра в значение выходного сигнала, которое затем сравнивается с границами поля контрольного допуска, и результат контроля представляется в альтернативной форме (например, «годный»-«дефектный»).

Б2.5 МВИк альтернативного типа - МВИк измерительно-преобразовательного типа, для которой выходной сигнал недоступен для пользователя (или трудно доступен по техническим причинам).

Примечание - Выделение МВИк альтернативного типа обусловлено особенностями определения показателей достоверности МВИк. Для МВИк альтернативного типа единственным способом определения показателей достоверности является прямой альтернативный эксперимент. При разработке новой аппаратуры для применения в МВИк следует стремиться к доступности выходного сигнала, т.е. исключать МВИк альтернативного типа.

Приложение В
(справочное)

Обоснование комплекса нормируемых метрологических характеристик МВИ

В1 Метрологические характеристики МВИ, не относящихся к МВИс и МВИк

В1.1 Нормирование характеристик погрешности измерений осуществляется на основе следующей модели представления суммарной погрешности МВИ

$$F = f_{сх} * f_{вс\text{-}сх} + f_{прав}, \qquad (В.1)$$

где $f_{сх}$ - часть погрешности измерений, обусловленная факторами, приводящими к разбросу результатов измерений в условиях сходимости (далее – факторами сходимости).

$f_{вс\text{-}сх}$ - часть погрешности измерений, обусловленная факторами, приводящими к разбросу результатов измерений в условиях воспроизводимости, за исключением факторов сходимости (далее – факторами воспроизводимости).

$f_{прав}$ - часть погрешности измерений, обусловленная факторами, приводящими к отклонениям результата измерений от фактического значения, за исключением факторов сходимости и воспроизводимости (далее – факторами правильности).

* - символ суммирования погрешностей, рассматриваемых как случайные величины.

В1.2 Составляющая погрешности $f_{сх}$ имеет случайный характер.

В1.3 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.

В1.4 Составляющая погрешности $f_{прав}$ имеет систематический характер и ее исключают при разработке и аттестации МВИ путем введения поправки к результатам измерений. Тогда модель погрешности МВИ можно представить в виде

$$F = f_{сх} * f_{вс\text{-}сх} * f_{с}, \qquad (В.2)$$

где $f_{с}$ - неисключенный остаток систематической составляющей погрешности.

Примечание – Значение характеристики неисключенного остатка систематической составляющей погрешности измерений $\Delta_{с}$ численно равно величине критерия при оценке значимости систематической составляющей погрешности (ОСТ 95 10289).

В1.5 Описание способа определения случайной составляющей погрешности в [2] свидетельствует о том, что этот документ относит составляющую погрешности $f_{вс} = f_{сх} * f_{вс\text{-}сх}$ к случайной. Действительно, поскольку по отношению к измерениям, проводимым в условиях воспроизводимости, составляющая погрешности $f_{вс\text{-}сх}$ (часть $f_{вс}$) имеет случайный характер, то случайный характер имеет и $f_{вс}$. Но по отношению к измерениям, проводимым в условиях сходимости, составляющая погрешности $f_{вс\text{-}сх}$ (часть $f_{вс}$) носит систематический характер. Поэтому в настоящем стандарте составляющая погрешности $f_{вс\text{-}сх}$ рассматривается как неисключенная систематическая составляющая погрешности.

Для этого есть следующие практические основания.

а) Следует нормировать такие характеристики погрешности, которые будут использоваться при применении МВИ. Так, если в МВИ нормировано среднее квадратическое отклонение случайной составляющей погрешности $\sigma_{в}(\Delta)$, то у пользователя МВИ создается впечатление, что он может уменьшить погрешность измерений путем увеличения количества параллельных определений и рассчитать ее, хотя это не так. Если же раздельно нормировать

характеристики составляющих погрешности $f_{сх}$ и $f_{вс\text{-}сх}$, то пользователь МВИ сможет рассчитать погрешность измерений при увеличении количества параллельных определений, причем при расчете он будет рассматривать составляющую погрешности $f_{вс\text{-}сх}$ как неисключенную систематическую.

б) При нормировании характеристик погрешности необходимо иметь в виду, каким способом они будут определяться. Полностью обеспечить варьирование всех факторов воспроизводимости (разное время, разные экземпляры средств измерений, разные исполнители и т.д.) нельзя. На предприятиях (организациях) отрасли используется много МВИ, применяющих уникальные средства измерений, существующие в ограниченном количестве экземпляров, а то и в единственном экземпляре. В таких случаях единственным способом определения составляющей погрешности $f_{вс\text{-}сх}$ является расчетный способ, аналогичный описанному в [2]. Но при таком способе характеристика Θ этой составляющей погрешности рассчитывается путем суммирования составляющих, рассматриваемых как неисключенные систематические.

в) На предприятиях (организациях) отрасли много МВИ используется в целях контроля продукции. Но на показатели достоверности контроля продукции систематическая и случайная составляющие погрешности влияют по разному.

г) По ОСТ 95 10353 характеристика неисключенной систематической составляющей погрешности Θ характеризует обе составляющих погрешности $f_{вс\text{-}сх}$ и f_c, т.е. $f_{вс\text{-}сх}*f_c$. Это положение применяется в настоящем стандарте. Кроме того, характеристика $\sigma_{сх}$ имеет тот же смысл, что и характеристика, применяемая в ранее выпущенных МВИ, и обозначаемая как ${}^{в}S$ (абсолютное среднее квадратическое отклонение) или ${}^{в}S_г$ (относительное среднее квадратическое отклонение).

В1.6 Обозначения приписанных характеристик составляющих погрешности, принятых в настоящем стандарте, и в ОСТ 95 10289, ОСТ 95 10353, РМГ 61 [2], МИ 1317 [3], в соответствии с рассматриваемой моделью (В2), приведены в таблице В1.

Примечание - [3] не содержит прямого указания о том, что $\sigma_M[\mathring{\Delta}]$ (обозначение по [3]) характеризует не всю случайную составляющую погрешности, а только ее часть, обусловленную факторами сходимости. Однако, поскольку в [3] неисключенная систематическая составляющая погрешности рассматривается как случайная величина, можно сделать вывод, что в этом документе под случайной составляющей погрешности имеется в виду составляющая $f_{сх}$, а под неисключенной систематической составляющей - составляющая $f_{вс\text{-}сх}*f_c$. Поэтому в отношении характеристик составляющих погрешности по [3] в таблице В1 составляющей погрешности $f_{сх}$ соответствует характеристика $\sigma_M[\mathring{\Delta}]$, а составляющей погрешности $f_{вс\text{-}сх}*f_c$ - характеристики $\sigma_M[\Delta_s]$, Δ_s.

Таблица В1 - Обозначения приписанных характеристик составляющих погрешности

Обозначение и наименование составляющей погрешности в настоящем приложении	**ид**	***Обозначения характеристик составляющих погрешности***				
		Настоящий стандарт	ОСТ 95 10289	ОСТ 95 10353	РМГ 61	МИ 1317
$f_{сх}$ - часть случайной составляющей погрешности, обусловленная факторами сходимости	Точ.	$\sigma_{сх}$	$\sigma_{сх}$	^{в}S	$\sigma_{сх}(\mathring{\Delta})$	$\sigma_{М}[\mathring{\Delta}]$
	Инт.	$\varepsilon_{сх}$	-	ε, $\varepsilon_{сх}$	-	-
$f_{вс\text{-}сх}$ - часть случайной составляющей погрешности, обусловленная факторами воспроизводимости	Точ.	-		-	-	-
	Инт.	-	-	-	-	-
$f_{вс} = f_{сх}*f_{вс\text{-}сх}$ - случайная составляющая погрешности	Точ.	-	$\sigma_{в}(\mathring{\Delta})$	-	$\sigma(\mathring{\Delta})$	-
	Инт.	-	-	-	-	-
$f_{с}$ - неисключенный остаток систематической составляющей погрешности	Точ.	-	-		$\sigma(\Delta_{с})$	-
	Инт.	-	$\Delta_{с}$	θ_{c}	$\Delta_{с}$	-
$f_{вс\text{-}сх}*f_{с}$ - неисключенная систематическая составляющая погрешности	Точ.	-	-	-	-	$\sigma_{М}[\Delta_{s}]$
	Инт.	Θ	-	Θ	-	Δ_{s}
$F= f_{сх}*f_{вс\text{-}сх}*f_{с}$ – суммарная погрешность	Точ.	-	-	-	$\sigma(\Delta)$	$\sigma_{М}[\Delta]$
	Инт.	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ

Примечание - В столбце «Вид» приведен вид характеристик составляющих погрешности – «Точ.» – точечная, «Инт.» – интервальная. Интервальные характеристики погрешности обозначены одним символом и без знака доверительной вероятности, например, «Δ» вместо «$\Delta_{н}$, $\Delta_{в}$, P».

В2 Метрологические характеристики МВИс

В2.1 Нормирование характеристик погрешности результатов испытаний осуществляется на основе следующей модели представления суммарной погрешности МВИс

$$F = {}^{изм}f_{сх} * {}^{изм}f_{вс\text{-}сх} * {}^{усл}f = ({}^{изм}f_{сх} * {}^{изм}f_{вс\text{-}сх}) * ({}^{усл}f_1 * \ldots * {}^{усл}f_i * \ldots * {}^{усл}f_m) =$$

$$= {}^{изм}f_{сх,изм} * {}^{изм}f_{вс\text{-}сх,изм} * ({}^{усл}f_{сх,1} * \ldots * {}^{усл}f_{сх,k})*({}^{усл}f_{вс\text{-}сх,1} * \ldots * {}^{усл}f_{вс\text{-}сх,n}) =$$

$$= {}^{изм}f_{сх} * {}^{изм}f_{вс\text{-}сх} * ({}^{усл}f_{сх})*({}^{усл}f_{вс\text{-}сх}) =$$

$$= ({}^{изм}f_{сх} * {}^{усл}f_{сх})*({}^{изм}f_{вс\text{-}сх} * {}^{усл}f_{вс\text{-}сх}) = {}^{исп}f_{сх} * {}^{исп}f_{вс\text{-}сх}, \qquad (В.3)$$

где ${}^{изм}f_{сх}$ - составляющая погрешности измерений, обусловленная факторами сходимости измерений параметра, определяемого при испытании;

${}^{изм}f_{вс\text{-}сх}$ - составляющая погрешности измерений, обусловленная факторами воспроизводимости (В1.1) измерений параметра, определяемого при испытании;

${}^{усл}f$ - составляющая погрешности результатов испытаний, обусловленная влиянием условий испытаний;

${}^{усл}f_i$ (i от 1 до m) - составляющие погрешности результатов испытаний, обусловленные влиянием i-го фактора влияния условий испытаний; эти составляющие разделены на две группы:

(${}^{усл}f_{сх,1}$, ... , ${}^{усл}f_{сх,k}$) - составляющие погрешности, приводящие к разбросу результатов испытаний в условиях сходимости;

(${}^{усл}f_{вс\text{-}сх,1}$, ... , ${}^{усл}f_{вс\text{-}сх,n}$) - остальные составляющие погрешности влияния условий испытаний (k+n=m).

В2.2 Таким образом, отличия модели погрешности МВИс, описываемой формулой (В3), от модели, описываемой формулой (В.2), заключаются в следующем:

- Погрешность МВИс складывается из составляющих погрешности измерений параметра, определяемого при испытаниях, и составляющих погрешности, обусловленных влиянием условий испытаний. Это положение находится в соответствии с [3].

- В модели погрешности МВИс отсутствует неисключенный остаток систематической составляющей погрешности f_c. Действительно, понятие правильности измерений для МВИс носит условный характер (Б1.1).

В2.3 Некоторые МВИс предусматривают одновременное (или почти одновременное) проведение испытаний нескольких объектов при близких условиях испытаний (испытания сериями). В этом случае целесообразно нормировать составляющую погрешности, характеризующую сходимость результатов испытаний. Также может оказаться целесообразным раздельное нормирование составляющих погрешности ${}^{изм}f_{вс\text{-}сх}$ и ${}^{усл}f_{вс\text{-}сх}$. При этом ${}^{усл}f_{вс\text{-}сх}$ - составляющая погрешности, обусловленная возможным разбросом условий испытаний при их повторении, и одинакова (хотя и неизвестна) в данном испытании, т.е. является систематической по отношению ко всем результатам испытаний, полученным в данной серии, и случайной по отношению к возможному множеству серий испытаний; ${}^{изм}f_{вс\text{-}сх}$ - составляющая погрешности измерений, обусловленная возможным разбросом факторов, влияющих на погрешность измерений при испытаниях, и не зависящих от условий испытаний (например, погрешности средств измерений). Раздельное нормирование ${}^{изм}f_{вс\text{-}сх}$ и ${}^{усл}f_{вс\text{-}сх}$ целесообразно, если МВИс предполагается использовать для сравнения параметров объектов из разных партий продукции путем их испытаний в одной серии. Тогда условия испытаний будут меньше влиять на погрешности разности результатов испытаний объектов из разных партий.

В3 Метрологические характеристики МВИк

В3.1 Способы нормирования метрологических характеристик МВИк вытекают из особенностей МВИк (приложение Б, Б2.1) и по сути следуют из определений показателей достоверности измерительного контроля, изложенным в [3].

В3.2 Нормирование характеристик погрешности и показателей достоверности измерительного контроля осуществляется на основе следующей модели представления суммарной погрешности МВИк

$$F = f_{сх} * f_{вс\text{-}сх} * f_{с} * f_{ср} \ . \qquad (В.4)$$

Здесь $f_{сх}$, $f_{вс}$, $f_{с}$ - составляющие погрешности измерения (или измерительного преобразования) при контроле, имеющие тот же смысл, что и в В1;

$f_{ср}$ - погрешность сравнения (приложение Г) контролируемого параметра X с границами поля контрольного допуска G_{γ} (на предприятии-изготовителе) или с границами поля допуска G (на предприятии-потребителе), равная сумме погрешности задания границ G_{γ} (G) и погрешности устройства сравнения контролируемого параметра X с G_{γ}(G).

В3.3 В большинстве случаев погрешность сравнения имеет систематический характер (по отношению к измерениям, проводимым в условиях сходимости). Поэтому неисключенная систематическая составляющая погрешности из-мерительного контроля, характеристикой которой является Θ, равна $f_{вс\text{-}сх}*f_{с}*f_{ср}$.

В3.4 МВИк измерительно-преобразовательного типа не выводят (не сообщают) результата измерения контролируемого параметра и представляют результат контроля в альтернативной форме. Тем не менее, при разработке и аттестации таких МВИ можно выразить все составляющие погрешности в единицах контролируемой величины, т.е. можно нормировать характеристики погрешности измерительного контроля. Поэтому для таких МВИк возможны оба варианта нормирования метрологических характеристик.

Приложение Г
(справочное)

Термины и определения, относящиеся к измерительному контролю

Г1 Оперативная характеристика измерительного контроля - зависимость вероятности отнесения объекта к определенной группе (например, признания объекта дефектным) от значения контролируемого параметра X - L(X).

Г2 Параметры методики измерительного контроля

Г2.1 Границы поля допуска контролируемого параметра G. Иначе границы поля допуска называют нормами.

Г2.2 Границы поля контрольного допуска G_γ - значения, с которыми при выходном контроле (на предприятии-изготовителе) сравнивается результат измерения (измерительного преобразования). Иначе границы поля контрольного допуска допускается называть приемочными значениями или приемочными границами.

Г2.3 Границы зоны риска изготовителя G_β - значения, для которых неверное отнесение объекта к определенной группе (например, неверное признание годного объекта дефектным), имеет существенные отрицательные последствия для предприятия-изготовителя.

Примечания

1 Если результат измерения X , а также G , G_γ , G_β представить в виде отклонений от номинального значения контролируемого параметра, то

- всегда имеет место соотношение $|G_\beta| < |G_\gamma| < |G|$,
- при контроле на предприятии-изготовителе объект признается годным, если $X \le |G_\gamma|$, на предприятии-потребителе - если $x \le |G|$.

2 Разность $Z = |G - G_\gamma|$ представляет собой смещение приемочных границ.

Г3 Показатели достоверности измерительного контроля - вероятности неверного отнесения (определения даны для случая отнесения объектов к группам годных и дефектных)

Г3.1 P_{baM} - наибольшая вероятность ошибочного признания годным в действительности дефектного объекта, $P_{baM} = 1 - L(G)$.

Г3.2 P_{grM} - наибольшая вероятность ошибочного признания дефектным в действительности годного объекта, $P_{grM} = L(G_\beta)$.

Г4 Погрешность измерительного контроля

Г4.1 Погрешность сравнения ε_{cp} - погрешность сравнения контролируемого параметра X с границами поля контрольного допуска G_γ (на предприятии-изготовителе) или с границами поля допуска G (на предприятии-потребителе), равная сумме погрешности задания границ G_γ (G) и погрешности устройства сравнения контролируемого параметра X с G_γ (G).

Г4.2 Погрешность измерительного контроля Δ - сумма погрешности (суммарной) измерения (измерительного преобразования) при контроле и погрешности сравнения.

Г5 Связь между погрешностью измерительного контроля Δ и вероятностями неверного отнесения

Г5.1 Для случая одностороннего допуска «не более...» (G>0)

$$P_{baM} = 1 - \int_{-\infty}^{G-G_\gamma} \varphi(\Delta)d\Delta \ , \qquad (Г.1)$$

$$P_{grM} = \int_{-\infty}^{G_\beta-G_\gamma} \varphi(\Delta)d\Delta \ , \qquad (Г.2)$$

где φ(Δ) - плотность распределения вероятности погрешности измерительного контроля. В случае нормального распределения вероятности с математическим ожиданием G_γ и дисперсией σ^2 (если погрешность измерительного контроля Δ определена для доверительной вероятности P=0,95, то σ = Δ/1,96), т.е.

$$\varphi(\Delta) = (2\pi\sigma)^{-1/2} \cdot \exp(-\Delta^2/2\sigma^2) \ , \qquad (Г.3)$$

связь между погрешностью измерительного контроля Δ и вероятностями неверного отнесения P_{baM}, P_{grM} дается формулами

$$P_{baM} = 1-\Phi[(G-G_\gamma)/\sigma] \ , \qquad (Г.4)$$

$$P_{grM} = \Phi[(G_\beta-G_\gamma)/\sigma] \ , \qquad (Г.5)$$

где

$$\Phi(t) = (2\pi)^{-1/2} \int_{-\infty}^{t} \exp(-X^2/2)\, dX \ . \qquad (Г.6)$$

Г5.2 На рисунке Г.1 показано графическое представление оперативной характеристики L(X) , параметров методики измерительного контроля G , G_γ , G_β , и вероятностей неверного отнесения P_{baM}, P_{grM} для случая одностороннего допуска «не более...».

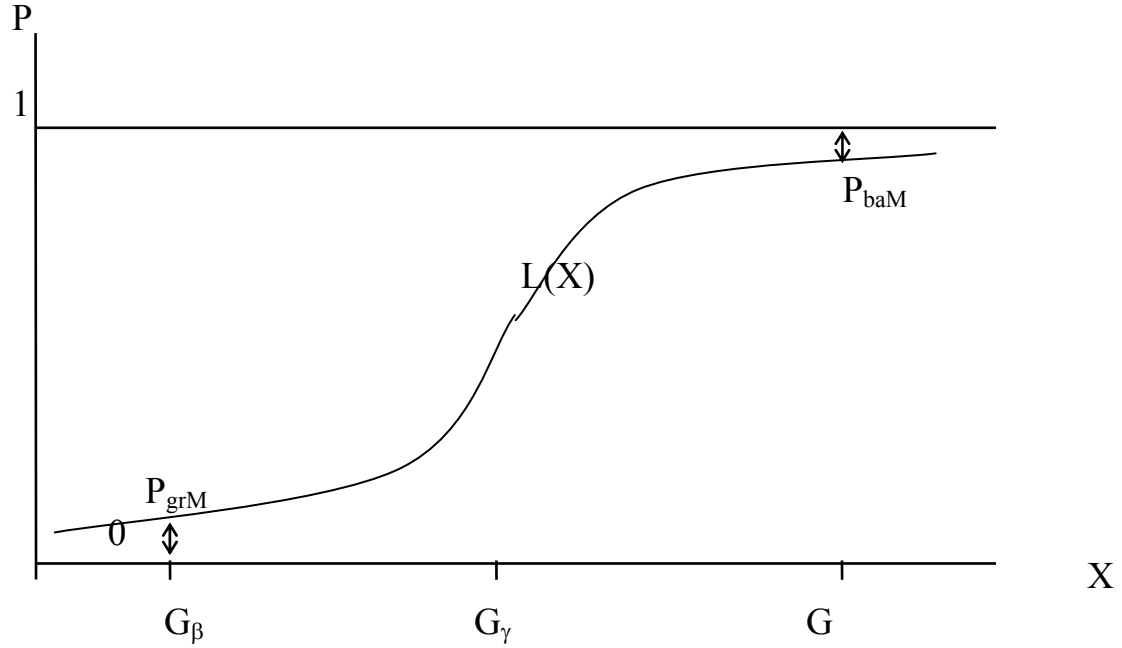


Рисунок Г.1 - Графическое представление оперативной характеристики.

Приложение Д
(справочное)

Термины и определения, применяемые в МВИ, в т.ч. МКХА

Д.1 Проба - часть анализируемого объекта, отобранная для проведения измерений (анализа).

Д.2 Навеска (аликвота) - часть пробы, используемая при выполнении одного определения.

Д.3 Параллельное определение - проведение в условиях сходимости всей совокупности операций (включая операции подготовки объекта к измерению), предусмотренных МВИ, заканчивающееся вычислением результата.

Примечание – Если МВИ предусматривает проведение нескольких параллельных определений, то результат измерения по МВИ вычисляют как среднее этих параллельных определений.

Д.4 Параллельное наблюдение - проведение части операций, предусмотренных МВИ, за исключением операций подготовки объекта к измерению, заканчивающейся нахождением значения выходного сигнала.

Д.5 Выходной (аналитический) сигнал - величина, получаемая на выходе применяемого в МВИ средства измерений (измерительного прибора, преобразователя, установки, системы), и связанная однозначной зависимостью с измеряемой величиной.

Д.6 Результат измерения (анализа) – значение определяемого параметра, найденное путем измерений по МВИ.

Приложение Е
(обязательное)

Обнаружение и исключение промахов

Е1 Настоящее приложение рассматривает способы обнаружения и исключения результатов параллельных определений, являющихся промахами.

Е2 По полученным n>2 результатам параллельных определений X_j вычисляют среднее значение $\overline{X}$.

Е3 Результат параллельного определения X_j является промахом и должен быть отброшен, если

$$| X_j - \overline{X} | > B \cdot \sigma_{сх}, \qquad (E.1)$$

где $\sigma_{сх}$ - аттестованное значение среднего квадратического отклонения сходимости $\sigma_{сх}$ для рассматриваемой МВИ,

В - коэффициент для уровня значимости критерия 0,01 (доверительной вероятности 0,99), числовое значение которого зависит от вида распределения результатов параллельных определений и их количества n.

Е4 Для нормального распределения В=β; значения коэффициента β приведены в таблице Е1.

Таблица Е1 - Значения коэффициента β

n	β	n	β	n	β
3	2,22	5	2,57	7	2,76
4	2,43	6	2,68	8	2,83

Е5 Процедуры дальнейших действий после отбрасывания промаха зависят от природы промахов и должны быть регламентированы в тексте МВИ.

Е6 Положения Е2, Е3 справедливы для симметричных распределений результатов параллельных определений. В случае их асимметричности, т.е. нормировании нижней и верхней границ $\varepsilon_{сх}$: $\varepsilon_{сх,н}$, $\varepsilon_{сх,в}$ или проверяют выполнение двух условий

$$X_j - \overline{X} > B \cdot \varepsilon_{сх,в}, \qquad (E.2)$$

$$\overline{X} - X_j > B \cdot \varepsilon_{сх,н}, \qquad (E.3)$$

или приводят распределение к нормальному. Например, в случае логарифмически нормального распределения проверяют выполнение условия

$$| \lg X_j - \lg \overline{X} | > \beta \cdot \lg \sigma_{сх}, \qquad (E.4)$$

где $\lg \overline{X}$ - среднее значение логарифмов результатов параллельных определений.

Библиография

[1] МИ 2453-2000. ГСИ. Рекомендация. Методики радиационного контроля. Общие требования.

[2] РМГ 61-2003. ГСИ. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки.

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

Приложение Б
(справочное)

С Т А Н Д А Р Т О Т Р А С Л И
ОСТ 95 10353-2008

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

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)

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

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 использова-

нием СИ (например, при контроле геометрических величин), то никакие дополни-

тельные 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.

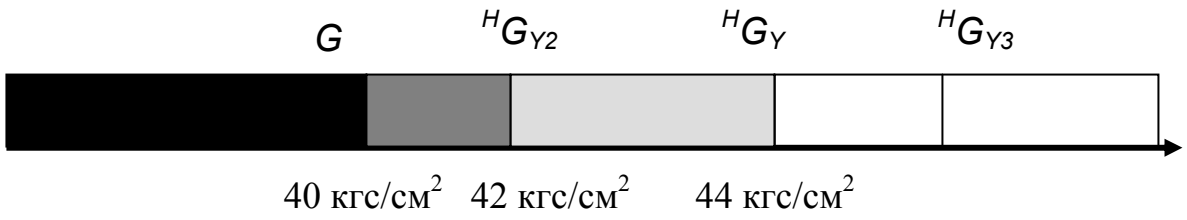


Рисунок 1 – Приемочные нормативы контроля оболочечных труб

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 действий 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

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

где f_{cx} – часть погрешности измерений, обусловленная факторами, приводящими к разбросу результатов измерений в условиях сходимости (далее – факторами сходимости). Составляющая погрешности f_{cx} 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,

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

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_o – 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.

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

$$X = a \tag{4.2}$$

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 ε_{cx}

4.4.2.1 Случайная составляющая погрешности измерений в условиях сходимости ε_{cx} определяется по типу А.

4.4.2.2 Основным способом определения ε_{cx} 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 ε_{cx} путем получения серий результатов измерений отдельных величин a_i, входящих в расчетную формулу, оценки характеристик случайной составляющей погрешности каждой из этих величин $\varepsilon_{cx,ai}$, и расчета ε_{cx} по правилам косвенных измерений. Этот способ также описан в разделе 5.

Способ косвенного определения ε_{cx} применим только в случае отсутствия влияния процедур пробоподготовки и (или) влияния условий испытаний. Недостатком способа является необходимость учета корреляции величин $\varepsilon_{cx,ai}$.

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 приводит 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 $a_1, a_2, \ldots a_N$);
- 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).

П р и м е ч а н и е - 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 %.

П р и м е ч а н и е - 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 Р = 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) Р

= 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 устанавливают 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 параметра, 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 рекомендовано 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)

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

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

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

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

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_{F1}^2, определяют значения X_{F2}, соответствующее выполнению критерия Фишера для дисперсий S_{F1}^2 и S_{F2}^2 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 Р = 0,95: $I_X(X)$, верхнюю границу которого, описанную формулой $F(X, a) + I_X(X)$ принимают в качестве предварительной характеристики погрешности сходимости МВИ.

П р и м е ч а н и е - 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 Р = 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 Р = 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;

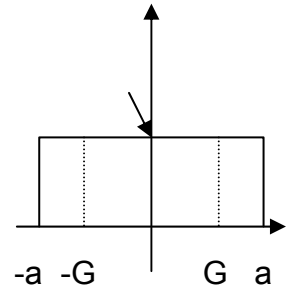
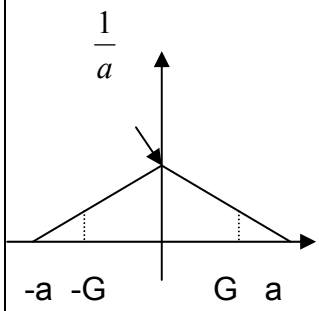
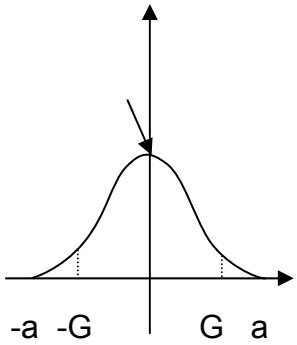
n - количество параллельных определений по МВИ.

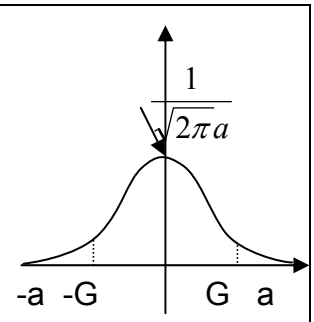
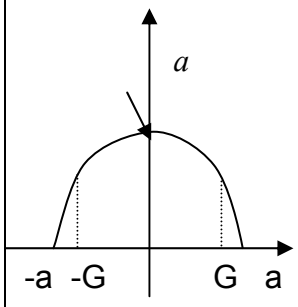
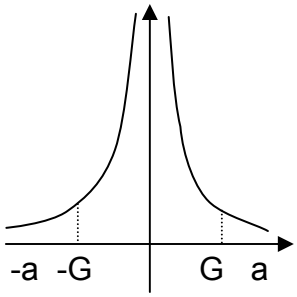
Для интервальной оценки в виде функциональной зависимости значение G умножается на функцию (5.11).

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

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 Р = 0,95.

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 $f(x)=\frac{x}{a^2}+\frac{1}{a}$ [-α;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 $f(x)=\frac{27}{16a}\left(1+\frac{x}{a}\right)^2$ $\left[-a;-\frac{a}{3}\right]$ $f(x)=\frac{9}{8a}\left(1-\frac{3x^2}{a^2}\right)$ $\left[-\frac{a}{3};\frac{a}{3}\right]$ $f(x)=\frac{27}{16a}\left(1-\frac{x}{a}\right)^2$ $\left[\frac{a}{3};a\right]$	$\pm a$	$\sigma=\frac{a}{3}\approx$ $\approx 0{,}333a$	$G_{0,95}=$ $=3\left(1-\sqrt[3]{\frac{8}{9}\left(1-P\right)}\right)\approx$ $\approx 1{,}937$	

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 $f(x)=a\times e^{-2a\lvert x\rvert}$	$\pm\infty$	$\sigma=\frac{1}{\sqrt{2}a}$ $\sigma\approx 0{,}707a^{-1}$	$G_{0,95}=\frac{\ln(20)}{\sqrt{2}}\approx$ $\approx 2{,}118$	

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 $X=f(a_1,a_2,\ldots a_i,\ldots a_m)$.

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

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

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

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

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

m - число аргументов;

n_i – количество параллельных определений при измерении аргумента a_i;

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

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,…, 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

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

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.

П р и м е ч а н и е - 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.

П р и м е ч а н и е - 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 Δ_{oc}, 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.

П р и м е ч а н и е – 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 ($\pm\ \Delta_{oc}$), то для целей дальнейших расчетов ее распределение считается равномерным с математическим ожиданием, равным нулю, и пределами, равными ($\pm\ \Delta_{oc}$) 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 $M[\Delta_{oc}]$ и СКО $\sigma[\Delta_{oc}]$, 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.

П р и м е ч а н и е – 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 Δ_{oc} арифметически суммируют с дополнительной погрешностью $\Delta_{СИ}$. Для целей дальнейших расчетов распределение суммы считается равномерным с математическим ожиданием, равным нулю, и пределами, равными ± (Δ_{oc} + $\Delta_{СИ}$), P = 1.

Пример – В ТД на СИ нормирована основная систематическая составляющая погрешности -Δ_{oc} = ± 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 дополнительной 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 соответствии 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 Р = 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 градуировочной 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 $\theta_ф$ определяется по формуле

$$\theta_ф = \frac{1}{2} \cdot \frac{\Delta_A}{\Delta_{fi}} \cdot \Delta_{gф} \ , \tag{6.21}$$

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

При этом необходимо, чтобы величины

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

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

удовлетворяли неравенствам

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

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

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

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

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).

П р и м е ч а н и е – 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 ± Δ_a), где A - аттестованное значение СО, Δ_a - оценка погрешности A;

- оценка Δ_x – $(\hat{\varepsilon}_{\acute{y}} * \hat{\theta}_{\acute{y}})$, 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

$$b = \overline{X} - A = \Delta_a * \hat{\varepsilon}_{\acute{y}} * \hat{\theta}_{\acute{y}} + \hat{\Delta}_{\tilde{n}}\,. \qquad (7.3)$$

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

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

при уровне значимости (1-P), где P - 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 $\hat{\theta}_{ý}$ 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 $\varepsilon_{ý}^2 = \dfrac{t^2{}_{0,95,n-1}\sigma^2}{n}$ - 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 Р = 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

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

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

$$b = \frac{\overline{X}' - \overline{X}}{D} - 1, \qquad (7.13)$$

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

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

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

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

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

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

где $\varepsilon_{\overline{X},\overline{X}^*}^2 = \dfrac{t_{n-1,P}^2 \cdot \sigma_{\overline{X},\overline{X}^*}^2}{n}$;

$\theta_{\overline{X}}, \theta_{\overline{X}^*}$ - 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

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

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 ε_{cx}, 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

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

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 ε_{cx} 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 аттестации 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

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

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

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

где S_i^2 и $\overline{y}_i$ - 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

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

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

Значение погрешности результата измерений рассчитывают по формуле

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

где $t_{p-1,P}$ – 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

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

где n - количество измерений;

A - значение контролируемого по МКХА параметра.

В этом случае составляющая НСП рассчитывается по формуле

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

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 ${}^{в}\sigma_0$

$$x_0 = \frac{1}{n}\sum_{j=1}^{n} x_j, \qquad (10.7)$$

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

$$^{в}\sigma_0 = æ \cdot \sigma_0. \qquad (10.9)$$

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

$$\left|R_{k\max}\right| = \left|\overline{X}_{k\max} - \overline{X}_0\right| < t_{0,95,n-1}\sqrt{(\sigma_{k\max}^2 + \sigma_0^2)/n}\ , \qquad (10.10)$$

$$\left|R_{k\min}\right| = \left|\overline{X}_{k\min} - \overline{X}_0\right| < t_{0,95,n-1}\sqrt{(\sigma_{k\min}^2 + \sigma_0^2)/n}\ , \qquad (10.11)$$

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

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

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

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

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

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

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 сигналя от вихретокового преобразователя на частоте, соответствующей регламентированной в МВИк. В качестве контрольного образца берут образец с наименьшим сигналом. Аттестацию МВИк проводят наы 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

$$Y = F(a_1, a_2, ... a_n) \qquad (11.1)$$

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

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

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}С 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 ($\theta_{mз.о}$) по разности масс (m_1–m_2), погрешностью коэффициента F, являющегося константой (θ_F), и ее значение в относительных единицах рассчитывается по формуле

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

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

$$\theta_{пр} = \frac{1{,}4 \cdot \Delta_B}{M} \,, \qquad (А.1.5)$$

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 Δ_B = ± 0,1 мг и Δ_B =

± 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 $\theta_{mз.о.} = \dfrac{\sqrt{\Delta_{m1}^2 + \Delta_{m2}^2}}{(m_1 - m_2)}$, (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 $\Delta_в$ = ± 0,1 мг и 0,28 мг – для весов с $\Delta_в$ = ± 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

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

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

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

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

Исходные данные и результаты расчетов $\theta_{mз.о}$ 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 Δ_B, мг	Δm_1, мг	m_1, мг	m_2, мг	ε_{m2}, мг	θ_{m_2}, мг	$\theta_{mз.о}$, 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 $\Delta_в$	
	$\Delta_в = \pm$ 0,1 мг	$\Delta_в = \pm$ 0,2 мг
$\theta_{пр}$ $\theta_{з.о.}$ θ_{Fmax}	0,00025 0,00071 0,0000057	0,00049 0,00091 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 $S^2_{метод.m1}$ учтена при оценке показателя сходимости методики.

При оценке дисперсии $S^2_{взвешивания}$ учтем, что взвешивание массы m_1 производится по разности масс тигля с осадком $m_{тос}$ и тигля $m_т$: $m_1 = m_{Тос} - m_Т$.

Поэтому $S_{взвешивания}^2 = S_{m_1}^2 = S_{m_{ТОС}}^2 + S_{m_Т}^2 = S_m^2 + S_m^2 = 2S_m^2$, (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

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

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 $\sigma_{хол}(\overset{\circ}{\Delta})$. Поскольку результат измерения «холостой» по МВИ – это среднее из двух параллельных определений, то

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

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

$$S_F^2 = (\frac{\partial F}{\partial P})^2 S_P^2 = (0{,}000016)^2 S_P^2. \qquad (A.1.15)$$

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

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

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 $\sigma_{хол}(\overset{\circ}{\Delta})$. Оценка погрешности θ_1 в этом случае должна быть проведена по формуле

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

где $\varepsilon_{V_0} = \frac{2 \cdot \sigma_{хол}(\overset{\circ}{\Delta})}{\sqrt{n}}$ - 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

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

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

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

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

$$\theta_{фактор} = \frac{\left[\left(\frac{C^{235}_{изм} / C^{238}_{изм}}{C^{235}_{CO} / C^{238}_{CO}} \right)_{верхн} - \left(\frac{C^{235}_{изм} / C^{238}_{изм}}{C^{235}_{CO} / C^{238}_{CO}} \right)_{нижн.} \right]}{2}, \qquad (A.4.1)$$

где $C^{i}_{изм}$ - содержание U-235 или U-238 в анализируемой пробе (средние значения по n – параллельным измерениям);

C^{i}_{CO} - 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)	$\left(\frac{C^{235}_{изм}/C^{238}_{изм}}{C^{235}_{СО}/C^{238}_{СО}}\right)$	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

$$d_{др.мат} = d_{таб} \cdot \frac{\mu_{др.мат.} \cdot \rho_{др.мат}}{\mu_{таб} \cdot \rho_{таб}}, \qquad \textbf{(A.5.2)}$$

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

$$\rho = \rho_в(t)D/(M-S), \qquad (А.8.1)$$

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

$$m = M-D, \qquad V = (D-S)/\rho_в, \qquad (А.8.3)$$

тогда

$$\rho = \rho_в D/[(M-D) + (D-S)] = \rho_в D/[m + V\rho_в]. \qquad (А.8.4)$$

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	$x_n - x_1$	$a_n * (x_n - x_1)$
	$\sum_{i=1}^{n} x$	$\sum_{i=1}^{n} x_i$				$\sum_{j=1}^{l} a_{n-j+1} \cdot (x_{n-j+1} -$

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

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

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

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

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).

<u>Критерий 1</u>. Вычисляют отношение $\widetilde{d}$

$$\widetilde{d} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{nS^*}, \qquad (B.1)$$

где S^* - смещенная оценка среднего квадратического отклонения, вычисляемая по формуле

$$S^* = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \left(x_i - \overline{x} \right)^2}{n}}. \qquad (B.2)$$

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.

<u>Критерий 2</u>. Можно считать, что результаты наблюдений принадлежат нормальному распределению, если не более m разностей $\left| x_i - \overline{x} \right|$ превзошли значение $z_{P/2} \cdot S$, где S - оценка среднего квадратического отклонения, вычисляемая по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \left(x_i - \overline{x} \right)^2}{n-1}}, \qquad (B.3)$$

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 $$d_n^+ = \underbrace{\max}_{1\le i\le n}\left|\frac{i}{n} - F(x_i)\right|; d_n^- = \underbrace{\max}_{1\le i\le n}\left|F(x_i) - \frac{i-1}{n}\right|. \qquad (Г.5)$$

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 принять 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

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

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

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 $\alpha = 0{,}1$ 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

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}\left(y_i - \bar{y}\right)^2} \qquad (Д.2)$$

Чтобы оценить принадлежность y_n и y_1 к данной нормальной совокупности и принять решение об исключении или сохранении $y_n\left(y_1\right)$ 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 $U_n = \dfrac{y_n - \bar{y}}{S}$ 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 $U_n = (196\text{-}185)/6{,}3 = 1{,}75$.

Из таблицы Д.1 для $n = 5$ и $\alpha = 0{,}05$ находим $\beta = 1{,}67$.

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 $\dfrac{\chi^2(l)/l}{\chi^2(k)/k}$, 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 $V = 2{,}303 \left[k \lg \bar{s}^2 - \sum_{i-1}^{l} k_i \lg s_i^2 \right]$, $C = 1 + \frac{1}{3(l-1)} \left[\sum_{i=1}^{l} \frac{1}{k_i} - \frac{1}{k} \right]$ (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:

$$P\left[B > \chi_{кр}^2(\alpha; l-1)\right] = \alpha \qquad \text{(Е.3.5)}$$

Критическую точку $\chi_{кр}^2(\alpha; l-1)$ 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 $B \le \chi^2_{êð}$.

<u>Правило</u>. 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: $\sigma^2_X = \sigma^2_Y$ (абсолютные дисперсии) $\rightarrow$ $\sigma^2_X / \overline{(x)^2} = \sigma^2_Y / \overline{(y)}^2$ - относительные дисперсии

Е.4.2 Критерий Кохрена:

Гипотеза: $S^2_{\max} \big/ \left(S^2_1 + S^2_2 + \ldots + S^2_l\right)$ (абсолютные дисперсии) $\rightarrow$

$$\frac{S^2_{\max} \big/ \overline{(x}_{\max})^2}{S^2_1 \big/ \overline{(x}_1)^2 + S^2_2 \big/ \overline{(x}_2)^2 + \ldots + S^2_l \big/ \overline{(x}_l)^2}$$ - относительные дисперсии

Е.4.3 Критерий Бартлетта:

Гипотеза: $D(X_1) = D(X_2) = \ldots = D(X_l)$ (абсолютные дисперсии) $\rightarrow$

$D(X_1)/(\overline{\tilde{o}_1})^2 = D(X_2)/(\overline{\tilde{o}_2})^2 = \ldots = D(X_l)/(\overline{\tilde{o}_l})^2$ - 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 $n > m$)

$$\sum_{j=1}^{n}\left[F\left(X_j, a\right) - Y_j\right]^2 \Big/ (n-m)\cdot\sigma_{yj}^2 = \min, \qquad (И.6)$$

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

$$Z^{-1}_{ik} = \sum_{j=1}^{n} \left[\partial F(X_j, a) / \partial a_i\right] W_j \left[\partial F(X_j, a) / \partial a_k\right]^{\infty}. \qquad (И.12)$$

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

$$\varepsilon_{ai} = t_{(n-m)} \cdot \left(\chi^2_{\min} Z^{-1}_{ik}\right)^{1/2\infty}, \qquad (И.13)$$

$$I_Y(X) = t_{(n-m)} \left\{ \chi^2_{\min} \sum_{i=1}^{m} \sum_{k=1}^{m} Z^{-1}_{ik} \left[\partial F(X, a) / \partial a_i\right] \left[\partial F(X, a) / \partial a_k\right] \right\}^{1/2\infty}, \qquad (И.14)$$

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.

П р и м е ч а н и я

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 Р = 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

ν_2	ν_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

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 $\lambda_1 = \dfrac{1}{2}x(100P\%; 2\xi)$ и $\lambda_2 = \dfrac{1}{2}x[100(1-P)\%; 2\xi + 2]$.

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

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

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

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

$$\lambda_1 = \xi - \psi(P)\sqrt{\xi} + r_1\left(P; \frac{1}{2\sqrt{\xi}}\right), \qquad \text{(М.3)}$$

$$\lambda_2 = \xi + \psi(P)\sqrt{\xi} + r_2\left(P; \frac{1}{2\sqrt{\xi}}\right), \qquad \text{(М.4)}$$

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 $2P\text{-}1 = 0{,}90$) 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

$$X_j = \mu m_j / V_j, \qquad (Н.1)$$

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

$$\Delta_{Xj} / X_j = \Delta_V / V = 0{,}01 \text{ отн.ед.}, \qquad (Н.2)$$

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

$$Y = a_1 + a_2 X + a_3 X^2 . \qquad (Н.3)$$

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.

Т а б л и ц а 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

Приложение В
(справочное)

С Т А Н Д А Р Т О Т Р А С Л И
ОСТ 95 10289-2005

Отраслевая система обеспечения единства измерений
Внутренний контроль качества измерений

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает порядок и содержание работ по внутрилабораторному (внутреннему) контролю показателей качества измерений и испытаний (далее – измерений) при контроле выпускаемой продукции, объектов окружающей среды и других объектов, контролируемых в лабораториях.

Настоящий стандарт разработан с учетом и в развитие требований ГОСТ Р ИСО 5725-6, ГОСТ Р 50779.42, ОСТ 95 10351 и [1].

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 50779.42-99 (ИСО 8258-91) Статистические методы. Контрольные карты Шухарта

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

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

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют 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 **Показатели качества измерений –** точность (погрешность), правильность, воспроизводимость, сходимость измерений (ОСТ 95 10351), достоверность контроля.

3.3 **Точность (погрешность) измерений –** показатель качества измерений,

отражающий близость результатов измерений к истинным значениям. Чем меньше общая погрешность результатов измерений, тем выше точность (ОСТ 95 10351).

3.4 **Правильность измерений –** показатель качества измерений, отражающий близость к нулю систематической составляющей погрешности (ОСТ 95 10351).

3.5 **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).

3.6 **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).

3.7 **Достоверность контроля** - показатель качества измерений, отражающий вероятность принятия годным в действительности дефектного образца и/или вероятность принятия дефектным в действительности годного образца.

3.8 **Характеристики точности (показатели точности):**

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

- границы интервала ($\Delta_н$, $\Delta_в$; далее - Δ), в котором погрешность находится с заданной вероятностью Р - интервальная оценка;

- достоверность контроля (P_{baM}, P_{grM}) – точечная оценка.

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.

3.10 **Характеристики воспроизводимости (показатель воспроизводимости и случайная погрешность 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.

3.11 **Характеристики сходимости (показатель сходимости и случайная погрешность 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.

---

* Пояснения характеристик погрешности приведены в приложении А.

3.12 **Характеристика достоверности контроля** - наибольшая вероятность принятия годным в действительности дефектного образца P_{baM} (далее - $P_м$) и/или 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 **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).

4 Общие положения

4.1 Контроль показателей качества измерений проводят с целью обеспечения требуемой точности результатов измерений в процессе текущих измерений.

4.2 Объектами внутреннего контроля являются результаты измерений, получаемые в лаборатории.

4.3 Внутренний контроль показателей качества измерений проводят в лаборатории на основе оценивания соответствия характеристик погрешности (или ее составляющих) результатов измерений, выполняемых для целей контроля (далее – контрольные измерения), характеристикам погрешности методики измерений, установленным при аттестации.

4.4 Внутренний контроль предусматривает реализацию следующих форм контроля:

- оперативный контроль (сходимости, воспроизводимости, правильности и точности; далее - ВОК);
- периодический контроль (далее – ПК);
- контроль стабильности результатов измерений (далее – КС);
- статистический контроль (сходимости, воспроизводимости, правильности; далее - ВСК).

4.5 ВОК проводится для принятия оперативных мер в ситуациях, когда погрешности контрольных измерений не соответствуют нормативам контроля, а также для накопления статистической информации о характеристиках погрешности методики измерений.

4.6 ПК проводится для тех же целей, что и ВОК, но в тех случаях, когда проведение частого ВОК нецелесообразно по техническим или невозможно по экономическим причинам. Примеры приведены в приложении Б. Алгоритмы проведения ПК соответствуют алгоритмам проведения ВОК.

4.7 КС проводится для принятия оперативных мер в ситуациях, когда процесс измерений по МВИ вышел или может выйти из-под контроля.

4.8 ВСК проводят с целью оценки качества измерений, выполненных за контролируемый период, и управления этим качеством.

4.9 Для МВИ, используемых постоянно, периодичность внутреннего контроля устанавливается в зависимости от общего числа проводимых измерений.

4.10 Периодичность ПК устанавливается в процессе аттестации МВИ, исходя из оценок возможного изменения во времени характеристик погрешности, а также с учетом эффективности контроля (примеры – в приложении Б).

4.11 Если качество контролируемой продукции таково, что значения результатов измерений лежат вне аттестованного диапазона МВИ, контроль качества измерений проводится с применением стандартных образцов или аттестованных смесей.

4.12 Контроль показателей качества измерений при внутреннем контроле организует и проводит руководитель лаборатории или назначенные им специалисты. Контроль показателей качества измерений организуется и проводится для каждой МВИ, имеющей аттестованные характеристики погрешности или достоверности контроля.

4.13 Расчетные значения нормативов контроля округляют в соответствии с разделом 5 ОСТ 95 10351, но округление проводят в меньшую сторону. Например: 0,38 г/см^3 ≈ 0,35 г/см^3, а не 0,38 г/см^3 ≈ 0,40 г/см^3.

4.14 При повышенных требованиях к качеству измерений допускается устанавливать нормативы контроля более «жесткие», чем рассчитанные по алгоритмам настоящего стандарта.

4.15 В журналах регистрации фиксируют все результаты ВОК, в том числе и неудовлетворительные.

5 Порядок проведения и правила обработки результатов оперативного контроля

5.1 Оперативный контроль показателей качества измерений осуществляют с применением:

- образцов для контроля (ОК). Образцы для контроля, в общем случае, представляют собой стандартные образцы (СО), аттестованные смеси (АС) и/или образцовые меры;
- рабочих проб с известной добавкой определяемого компонента;
- рабочих проб, значение измеряемого параметра в которых изменено в кратное число раз;
- рабочих проб, масса которых изменена в кратное число раз;
- рабочих проб или рабочих образцов (далее – проб);
- средств измерений (СИ), принятых в качестве эталонных;
- МВИ, принятые в качестве образцовых, и т.п.

П р и м е ч а н и е – В случае использования для контроля показателей качества измерений эталонных СИ или образцовых МВИ за характеристику, с которой происходит сравнение результата измерений по контролируемой МВИ, принимается результат измерений, полученный по образцовой МВИ или эталонному СИ (среднее арифметическое по результатам измерений).

5.2 Оперативный контроль точности, воспроизводимости, сходимости, правильности, достоверности контроля, осуществляют путем оценки соответствия результата контрольного измерения нормативу, установленному для соответствующего алгоритма контроля. Результат выполнения контрольной процедуры не должен превышать норматива контроля.

5.3 Для контроля МВИ выбирается наиболее оптимальная, с точки зрения информации о процессе измерения, схема, состоящая из комбинации контроля различных характеристик. Возможна реализация различных схем ВОК, исходя из принципов:

- контролируются те показатели качества измерений, которые в основном определяют погрешность МВИ;
- контролируются те показатели качества измерений, которые чувствительны к наиболее вероятному нарушению процесса измерений.

Наиболее часто реализуемые схемы контроля следующие:

- ВОК сходимости и точности (погрешности);
- ВОК сходимости, воспроизводимости и правильности;
- ВОК сходимости и воспроизводимости;
- ВОК воспроизводимости и точности;
- ВОК воспроизводимости и правильности.

При необходимости, возможна реализация и других схем контроля, в частности, дополнение приведенных схем контролем еще одного показателя. Если в тексте МВИ описана специальная схема контроля, то следуют ей.

5.4 Возможна реализация двух видов ВОК: усиленного и нормального. При усиленном ВОК нормативы контроля рассчитываются для уровня значимости критерия $\alpha = 0{,}10$ ($P = 0{,}90$); при нормальном ВОК нормативы контроля рассчитываются для уровня значимости $\alpha = 0{,}05$ ($P = 0{,}95$). Для процесса рутинных

измерений рекомендуется использование усиленного ВОК. Переход на нормальный ВОК осуществляется для МВИ, не имеющих на протяжении пяти и более периодов контроля нарушений процесса измерений (неудовлетворительных результатов ВОК) и/или для МВИ, погрешность которых не зависит от действий оператора. За период контроля рекомендуется принять период времени, в течение которого осуществляется не менее 20 контрольных измерений по данной МВИ.

5.5 При превышении норматива оперативного контроля измерения повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

5.6 Распространение выводов оперативного контроля на результаты измерений

других проб возможно, если они выполнены в одной серии с контрольными измерениями (за период, в течение которого условия проведения текущих измерений принимают соответствующими условиям проведения контрольных измерений). В случае, если выявленная причина превышения норматива оперативного контроля носит системный характер (например, испорченный реактив), бракуются все результаты серии измерений. Если выявленная причина случайна (например, ошибка оператора), остальные результаты серии измерений признаются годными.

5.7 Регистрацию результатов оперативного контроля сходимости проводят в рабочих журналах. Результаты оперативного контроля воспроизводимости, правильности и точности заносят в специальные журналы. Рекомендуемые формы журналов контроля приведены в приложении В. Если результаты контрольных измерений заносятся в контрольные карты по образцу приложения Г, допускается не вести специальные журналы оперативного контроля, т.к. информация, содержащаяся в контрольной карте, совпадает с информацией, заносимой в журнал контроля.

5.8 Необходимое число контрольных измерений устанавливают в соответствии с таблицей 1. Контрольные измерения распределяют равномерно во времени. Числа, приведенные в таблице, относятся к каждому из контролируемых по 5.3 показателей точности, за исключением сходимости, для которой проводится сплошной (100 %) контроль.

Т а б л и ц а 1 – Необходимое число контрольных измерений за месяц

Количество рабочих измерений в месяц	Не более 10	От 11 до 20 включ.	От 21 до 50 включ.	От 51 до 100 включ.	От 101 до 200 включ.	От 201 до 500 включ.	Свыше 500
Количество контрольных измерений, не менее	2	3	5	7	10	12	15

5.9 Если контролируемая МВИ относится к методикам контроля альтернативного типа (по ОСТ 10351), для которой нормирована только достоверность контроля, то оперативный контроль не проводится.

П р и м е ч а н и е – Для методик контроля альтернативного типа невозможно организовать эффективный ВОК показателей достоверности контроля. Соответствие фактических показателей достоверности контроля приписанным значениям может обеспечиваться только способом прямого альтернативного эксперимента, то есть фактически – переаттестацией методики. Поэтому при разработке новой аппаратуры для применения в МВИ следует стремиться к доступности выходного сигнала, то есть исключать методики альтернативного типа.

5.10 Алгоритм проведения оперативного контроля сходимости

5.10.1 Оперативный контроль сходимости проводят, если МВИ предусматривает проведение параллельных определений для получения результатов измерений, или, если МВИ предусматривает проведение серии измерений однородных образцов.

5.10.2 Оперативный контроль сходимости результатов измерений проводят при получении каждого результата измерения или серии измерений по 5.10.1.

5.10.3 Оперативный контроль сходимости проводят путем сравнения значения статистической оценки величины, характеризующей сходимость, с контрольным нормативом, значение которого пропорционально $\sigma_{сх}$ (или $\varepsilon_{сх}$), то есть путем проверки выполнения критерия

$$r \le k_{сх} \cdot \sigma_{сх} = d \quad , \qquad (1)$$

где r - значение статистической оценки, например, размах или среднее квадратическое отклонение;

$k_{сх}$ - коэффициент, зависящий от вида статистической оценки, вида распределения результатов измерений, числа параллельных определений и уровня значимости критерия, принимаемого равным 0,10 или 0,05 (доверительной вероятности 0,90 или 0,95).

5.10.4 В данном пункте приведены три наиболее распространенных варианта ВОК сходимости, при которых оперативный контроль сходимости проводят на рабочих пробах путем:

- сравнения размаха n результатов параллельных определений ($d_к$) при измерении пробы с нормативом оперативного контроля сходимости d – для нормального распределения при числе параллельных определений не более 6 (вариант А);

- сравнения выборочного СКО (d_S), рассчитанного по результатам параллельных определений при измерении пробы с нормативом оперативного контроля сходимости d – для нормального распределения (вариант Б);

- сравнения размаха n результатов параллельных определений (d_ε) при измерении пробы с нормативом оперативного контроля сходимости d – для дискретного распределения, когда задана интервальная оценка сходимости $\varepsilon_{сх}$ (вариант С).

5.10.5 В случае реализации варианта А сходимость результатов параллельных определений признают удовлетворительной, если выполняется следующий критерий:

$$d_k = X_{\max,n} - X_{\min,n} \le d = Q(P,n) \cdot \sigma_{сх}(X) \, , \qquad (2)$$

где $X_{max,n}$ – максимальный результат из n параллельных определений;

$X_{min,n}$ – минимальный результат из n параллельных определений;

d – норматив оперативного контроля сходимости;

коэффициенты $Q(P,n)$ – квантили распределения размахов, приведены в таблице 2;

$\sigma_{cx}(X)$ - показатель сходимости, соответствующий значению измеряемого параметра X в пробе.

5.10.6 В случае реализации варианта Б сходимость результатов параллельных определений признают удовлетворительной, если выполняется следующий критерий:

$$d_s = S \le d = M(P,n) \cdot \sigma_{cx}(X), \qquad (3)$$

где S – значение выборочного СКО, установленное по n параллельным определениям при выполнении контрольного измерения.

Коэффициенты $M(P,n)$ для разных видов контроля (процентные точки $M = \sqrt{\frac{\chi^2(P,n)}{n-1}}$, где $\chi^2(P,n)$ – квантили распределения χ^2) приведены в таблице 2.

5.10.7 В случае реализации варианта С, сходимость результатов параллельных определений признают удовлетворительной, если выполняется следующий критерий:

$$d_\varepsilon = X_{\max,n} - X_{\min,n} \le d = 2 \cdot \varepsilon_{cx} \qquad (4)$$

Т а б л и ц а 2 – Значения коэффициентов $Q(P,n)$ и $M(P,n)$ для разных видов контроля

Число параллельных n	Коэффициенты $Q(P,n)$		Коэффициенты $M(P,n)$	
	Усиленный контроль α = 0,10	Нормальный контроль α = 0,05	Усиленный контроль α = 0,10	Нормальный контроль α = 0,05
2	2,33	2,77	1,65	1,96
3	2,90	3,31	1,52	1,73
4	3,24	3,63	1,44	1,61
5	3,48	3,86	1,40	1,54
6	3,66	4,03	1,36	1,49

5.11 Алгоритм проведения оперативного контроля воспроизводимости

5.11.1 Оперативный контроль воспроизводимости проводят:

- если в МВИ не предусмотрен контроль точности (или правильности)

вследствие невозможности создания ОК;

- при необходимости контроля составляющих погрешности, значимо влияющих именно на воспроизводимость измерений (качество работы операторов, качество химических реактивов и т.д.).

5.11.2 Оперативный контроль воспроизводимости проводят с использованием рабочих проб. Допускается использование СО или АС в том случае, если они соответствуют рабочим пробам (или образцам для испытаний) по факторам, влияющим на погрешность результата измерения.

5.11.3 Различают три вида оперативного контроля воспроизводимости:

- контроль «полной» воспроизводимости;
- контроль «чистой» воспроизводимости;
- контроль «частичной» воспроизводимости.

Пояснения определений воспроизводимости приведены в приложении А.

5.11.4 Оперативный контроль «полной» воспроизводимости проводят путем сравнения расхождения двух результатов измерения D_k (первичного $\overline{X}_1$ и повторного $\overline{X}_2$) одной и той же пробы с нормативом оперативного контроля полной воспроизводимости D.

Если методика выполнения измерений предусматривает проведение параллельных определений для получения результата измерения, то за результат измерения принимают среднее арифметическое из результатов параллельных определений, предусмотренных методикой ($\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ соответственно), удовлетворяющих критерию сходимости.

Воспроизводимость контрольных измерений признают удовлетворительной, если выполняется следующий критерий:

$$D_k = \left|\overline{X}_1 - \overline{X}_2\right| \le D. \qquad (5)$$

5.11.5 Норматив оперативного контроля воспроизводимости рассчитывают по формуле

$$D = Q(P,2) \cdot \sigma_в, \qquad (6)$$

где $\sigma_в$ - показатель воспроизводимости, соответствующий значению измеряемого параметра в пробе $X_{ср}$:

$$X_{ср} = \frac{\overline{X}_1 + \overline{X}_2}{2}; \qquad (7)$$

Q(P,2) = 2,33 при P = 0,90;

Q(P,2) = 2,77 при P = 0,95.

5.11.6 Оперативный контроль «чистой» воспроизводимости проводят путем сравнения двух результатов измерений, полученных в условиях вариации, или суммы всех факторов, или отдельных факторов, влияющих на воспроизводимость измерений, но при этом погрешность в условиях сходимости должна быть незначима, по сравнению с погрешностью в условиях воспроизводимости, то есть каждый результат измерения, проверяемый на воспроизводимость, должен быть получен как среднее по 20 и более параллельным определениям. Условия контроля «чистой» воспроизводимости должны быть специально оговорены в тексте МВИ. В этом случае также могут применяться критерии (5) и (6), но в качестве показателя воспроизводимости используется $\sigma_{\text{чист.в}}$ – СКО «чистой» воспроизводимости, характеризующей случайную составляющую погрешности МВИ в условиях вариации именно этого фактора (факторов), когда погрешность в условиях сходимости результатов незначима. Для применения этого вида контроля должны быть известны значения θ, или $\theta_ф$, или $\sigma_{\text{чист.в}}$ (см. приложение А).

5.11.7 Оперативный контроль «частичной» воспроизводимости проводят путем сравнения двух результатов измерений, полученных в условиях вариации одного или нескольких факторов, влияющих на погрешность измерений, но при этом число параллельных определений – в соответствии с МВИ. Если каждая из величин

X_1 и X_2 получена как среднее значение по нормально распределенным результатам n параллельных определений и известна «чистая» интервальная оценка погрешности в условиях вариации именно этого фактора $\theta_ф$ (или нескольких факторов), то критерий оперативного контроля воспроизводимости может быть записан в виде

$$\left|X_1 - X_2\right| \le k\sqrt{(2\cdot\theta_ф^2 + 2(1{,}96\cdot\sigma_{сх}/\sqrt{n})^2} \quad , \qquad (8)$$

где k = 0,84 для α = 0,10 и k = 1 для α = 0,05,

или в другой форме

$$\left|X_1 - X_2\right| \le Q(P,2)\cdot\sigma_{в.ч}\,, \qquad (9)$$

где $\sigma_{в.ч}$ – СКО «частичной» воспроизводимости.

В случае отсутствия характеристик «частичной» воспроизводимости, допускается их установление на основании экспериментальных данных, получаемых в лаборатории именно в этих условиях (чаще всего в условиях вариации времени и оператора). При этом для расчета используются алгоритмы раздела 7.

Допускается до установления характеристик «частичной» воспроизводимости временно использовать критерий для «полной» воспроизводимости, но следует учитывать неэффективность такого контроля (критерий завышен).

П р и м е ч а н и е – Наиболее часто встречающийся на практике случай – использование для

контроля воспроизводимости результатов измерения шифрованных проб, которые выдаются разным лаборантам в разное время. Таким образом, варьируются только два фактора: лаборант и время. Характеристики «частичной» воспроизводимости в тексте или свидетельстве об аттестации МВИ отсутствуют, поэтому для расчета нормативов контроля используются характеристики «полной» воспроизводимости, что приводит к сильному их завышению. Неудовлетворительный результат контроля в этом случае означает очень грубую ошибку. В этом случае измерения следует немедленно остановить и выявить причины.

5.11.8 Периодичность проведения оперативного контроля воспроизводимости устанавливают с учетом вариации факторов, влияющих на воспроизводимость МВИ. Контроль «чистой» или «частичной» воспроизводимости обязателен при изменении фактора, который может оказать существенное влияние на погрешность МВИ, притом он тем эффективнее, чем больше число параллельных определений.

5.12 Требования к проведению оперативного контроля точности (погрешности) измерений

5.12.1 Единичные контрольные измерения выполняют в одной серии с измерениями рабочих проб. Число контрольных измерений зависит от общего числа

проводимых измерений и устанавливается по таблице 1.

Алгоритмы контроля приведены для случая симметричных границ характеристики погрешности: $\Delta_в = \Delta_н = \Delta$ ($\delta_в = \delta_н = \delta$).

5.12.2 Оперативный контроль погрешности для МВИ с установленными значениями интервальной оценки погрешности проводят с использованием образцов для контроля, метода добавок, метода кратного изменения значения измеряемого параметра в пробе, метода варьирования навески.

5.12.3 Метод оперативного контроля погрешности с использованием образцов для контроля является наиболее эффективным. Применение этого метода возможно при наличии ОК, либо при возможности и экономической целесообразности создания ОК для осуществления процедуры контроля.

5.12.4 Нормативы оперативного контроля погрешности рассчитывают исходя из реальной функции распределения погрешности измерений.

5.13 Алгоритм проведения оперативного контроля погрешности с использованием образцов для контроля при нормальном распределении

5.13.1 Погрешность аттестованного значения образца для контроля не должна превышать третьей части характеристики погрешности методики.

П р и м е ч а н и е – Для МВИ, неисключенная систематическая составляющая погрешности которых определяется только погрешностью используемого в ней ОК, это условие не обязательно. Для тех случаев, когда измерения по МВИ систематически (постоянно) меньше нижней границы рабочего диапазона МВИ, допускается периодичность ВОК сократить в два раза по сравнению с периодичностью, указанной в таблице 1.

Аттестованное значение ОК должно быть близко к значению измеряемых

параметров в контролируемых объектах. Если диапазон контролируемых параметров достаточно узок (верхняя и нижняя границы рабочего диапазона отличаются не более чем в три раза), то для контроля достаточно одного образца.

5.13.2 Метод оперативного контроля погрешности с применением образцов для контроля состоит в сравнении разности K_k между результатом контрольного измерения аттестованной характеристики в образце для контроля ($\overline{X}$) и его аттестованным значением (C) с нормативом оперативного контроля погрешности K.

Погрешность результата контрольного измерения $\overline{X}$ признают удовлетворительной, если выполняется следующий критерий:

$$K_k = \left| \overline{X} - C \right| \leq K \quad . \qquad (10)$$

5.13.3 Норматив оперативного контроля погрешности для различных уровней значимости для нормального распределения рассчитывают по формулам:

$K = 0{,}84 \cdot \Delta$, для $\alpha = 0{,}10$ (P = 0,90 – усиленный контроль), (11)

$K = \Delta$, для $\alpha = 0{,}05$ (P = 0,95 – нормальный контроль), (12)

где Δ - характеристика погрешности измерений, соответствующая аттестованному значению параметра в ОК (или с помощью ОК).

Для МВИ, оговоренных в примечании к 5.13.1, норматив оперативного контроля погрешности рассчитывают по формулам:

$$K = 0{,}84 \cdot \sqrt{\Delta^2 + \Delta_{OK}^2}\ , \text{ для } \alpha = 0{,}10, \qquad (11а)$$

$$K = \sqrt{\Delta^2 + \Delta_{OK}^2}\ , \quad \text{для } \alpha = 0{,}05, \qquad (12а)$$

где $\Delta_{ок}$ – погрешность аттестованного значения ОК.

5.14 Алгоритм оперативного контроля погрешности с использованием метода добавок

5.14.1 Алгоритм проведения оперативного контроля погрешности с использованием метода добавок применяют, если операции введения добавок, а также применяемые при этом средства измерений, не вносят значимого вклада в погрешность результатов измерений, а также известно (установлено в процессе аттестации МВИ), что постоянная систематическая составляющая погрешности МВИ незначима. В противном случае, при контроле погрешности вместе с методом добавок применяют метод кратного изменения значения измеряемого параметра (см. 5.15). В качестве добавки могут быть использованы градуировочные растворы, аттестованные

смеси, стандартные образцы и т.п.

5.14.2 Метод оперативного контроля погрешности с использованием метода добавок состоит в сравнении разности между результатом контрольного измерения значения определяемого параметра в пробе с известной добавкой ($\overline{X}_Д$), в пробе без добавки ($\overline{X}$) и значением добавки (*Д*) (добавка должна составлять от 50 % до 150 % от содержания компонента в пробе) с нормативом контроля точности *К*.

Погрешность контрольных измерений принимают удовлетворительной, если выполняется следующий критерий:

$$K_k = \left|\overline{X}_{Д} - \overline{X} - Д\right| \le K = 0{,}84 \cdot \sqrt{\Delta^2_{\overline{X}} + \Delta^2_{\overline{X}_{Д}} + \Delta^2_{Д}}\ äëÿP = 0{,}90$$

$$(èëèK = \sqrt{\Delta^2_{\overline{X}} + \Delta^2_{\overline{X}_{Д}} + \Delta^2_{Д}}\ äëÿP = 0{,}95), \qquad (13)$$

где $\overline{X}$ - результат контрольного измерения исходной пробы;

$\overline{X}_Д$ - результат контрольного измерения пробы с добавкой;

Д – значение добавки.

Поскольку расчет ведется в абсолютных значениях, то $\Delta_{\overline{X}}, \Delta_{\overline{X}_Д}$ - абсолютные суммарные погрешности МВИ, соответствующие значениям $\overline{X}$, $\overline{X}_Д$ (причем $\Delta_{\overline{X}_Д}$ - характеристика погрешности измерений, соответствующая расчетному значению параметра в пробе с добавкой); $\Delta_д$ – расчетная погрешность внесения добавки *Д*.

5.15 Алгоритм проведения оперативного контроля погрешности с использованием метода кратного изменения значения измеряемого параметра в пробе

5.15.1 Алгоритм проведения оперативного контроля погрешности с использованием метода кратного изменения значения измеряемого параметра в пробе (метод варьирования навески или аликвоты – далее «навески») применяют, если операция кратного изменения (варьирования навески), а также применяемые при этом средства измерений, не вносят значимого вклада в погрешность результатов измерений, а также известно (установлено в процессе аттестации МВИ), что пропорциональная систематическая составляющая погрешности МВИ незначима.

В противном случае, при контроле погрешности вместе с методом кратного изменения значения измеряемого параметра (варьирования навески) применяют метод добавок (см. 5.14).

П р и м е ч а н и е – Изменение значения измеряемого параметра в кратное число раз можно достигнуть разбавлением или концентрированием пробы. При этом значение величины измеряемого параметра не должно выйти за пределы аттестованного диапазона.

5.15.2 Метод оперативного контроля погрешности с использованием метода кратного изменения значения измеряемого параметра в пробе (варьирования навески)

состоит в сравнении разности между результатом контрольного измерения пробы с измененным в R раз контролируемым параметром ($\overline{X'}$) (с измененной массой), умноженным на коэффициент кратности изменения (для метода варьирования навески не умножается), и в реальной пробе ($\overline{X}$) с нормативом контроля погрешности K.

Результат контрольного измерения признается удовлетворительным, если выполняется следующий критерий:

$$K_k = \left|R \cdot \overline{X}' - \overline{X}\right| \le K = 0{,}84 \cdot \sqrt{R^2 \cdot \Delta^2_{\overline{X}'} + \Delta^2_{\overline{X}}}\, для P = 0{,}90$$
$$(или K = \sqrt{R^2 \cdot \Delta^2_{\overline{X}'} + \Delta^2_{\overline{X}}}\, для P = 0{,}95) \qquad (14)$$

или для метода варьирования навески:

$$K_k = \left|\overline{X}' - \overline{X}\right| \le K = 0{,}84 \cdot \sqrt{\Delta^2_{\overline{X}'} + \Delta^2_{\overline{X}}}\, для P = 0{,}90$$
$$(или K = \sqrt{\Delta^2_{\overline{X}'} + \Delta^2_{\overline{X}}}\, для P = 0{,}95) \quad ,$$

где $\overline{X}$ - результат контрольного измерения исходной пробы;

$\overline{X}'$ - результат контрольного измерения пробы с параметром, измененным в R раз (с измененной массой);

R – кратность изменения;

$\Delta_{\overline{X}'}, \Delta_{\overline{X}}$ - абсолютные суммарные погрешности МВИ в диапазонах, соответствующих значениям $\overline{X}$, $\overline{X}'$ (причем $\Delta_{\overline{X}'}$ - характеристика погрешности измерений, соответствующая расчетному значению параметра в измененной в R раз пробе).

5.16 Алгоритм проведения оперативного контроля правильности

5.16.1 Оперативный контроль правильности проводят в случае, если это специально оговорено в тексте МВИ, или в случае необходимости проверки систематической составляющей погрешности МВИ. Периодичность его оговаривается специально.

5.16.2 Оперативный контроль правильности для МВИ с установленными значениями θ_c проводят с использованием образцов для контроля, метода добавок, метода кратного изменения значения измеряемого параметра в пробе, метода варьирования навески по алгоритмам, изложенным в 5.13 - 5.15, то есть с использованием различных контрольных процедур. В качестве критерия выполнения нормативов контроля используется значение $K = 0{,}84 \cdot \theta_c$ ($\alpha = 0{,}10$) или $K = \theta_c$ ($\alpha = 0{,}05$). Результат выполнения контрольной процедуры не должен превышать норматива контроля.

Условия проведения эксперимента (число параллельных определений; приемы, примененные для минимизации неисключенной систематической составляющей МВИ, и т.п.) должны соответствовать условиям установления θ_c.

6 Контроль стабильности результатов измерений с помощью контрольных карт

6.1 Контроль стабильности результатов измерений с использованием контрольных карт является визуальным средством обнаружения динамики изменений показателей качества измерений, последующего установления причин этого изменения и оперативного управления качеством измерений на основе установленных правил анализа ситуаций, возникающих при работе с контрольными картами.

6.2 Контрольные карты являются графическим представлением результатов ВОК в течение времени и строятся для всех показателей качества измерений, которые подлежат контролю в соответствии с разделом 5.

6.3 Контрольная карта, в общем случае, представляет собой график, по оси ординат которого откладывается значение контролируемого признака (результата контрольной процедуры), а по оси абсцисс – порядковый номер контрольного измерения. Кроме того, на нем обозначены в виде горизонтальных линий границы предупреждения и границы действия (рисунок 1). Если контролируемый признак может принимать только положительные значения, то строятся односторонние (только с верхними границами) контрольные карты.

П р и м е ч а н и е – Контрольная процедура (контрольное измерение) – процедура проведения эксперимента по контролю показателей качества измерений.

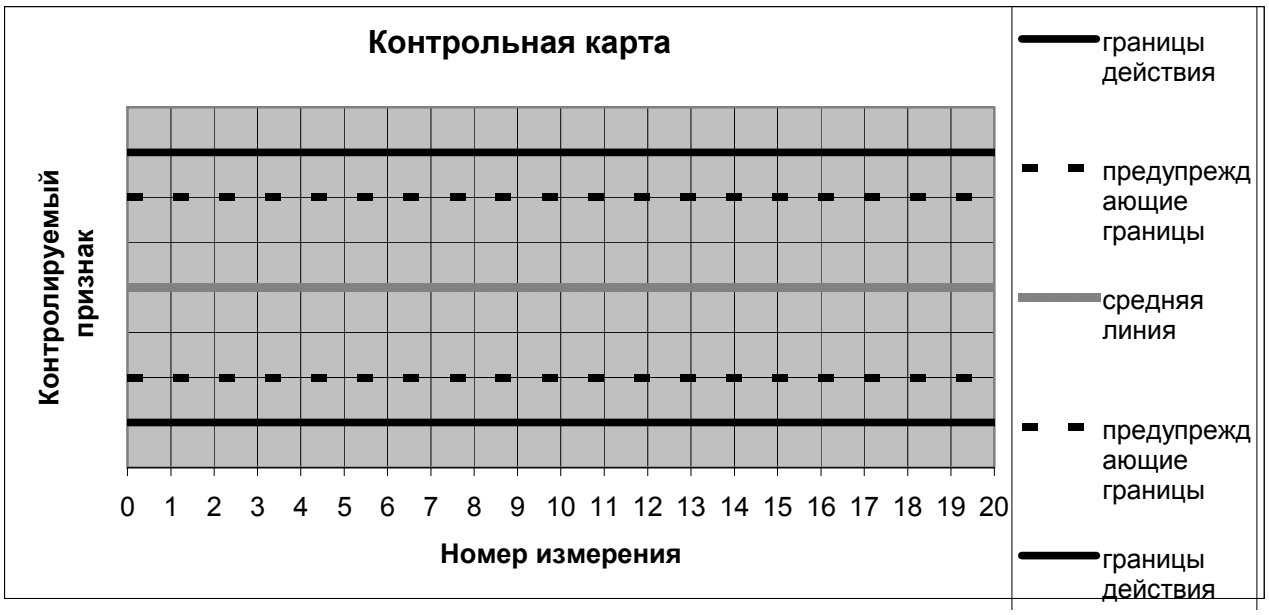


Рисунок 1

6.4 Применение контрольных карт основано на сопоставлении результатов контрольных измерений с установленными нормативами контроля: границами действия и границами предупреждения.

6.5 Средняя линия контрольной карты представляет собой математическое ожидание контролируемого признака (того признака, по которому контролируется показатель качества измерений); границы предупреждения и действия – процентные точки выборок из распределения контрольного признака, разные для усиленного и нормального контролей:

- усиленный контроль: граница предупреждения – при уровне значимости α = 0,10 (90 % точки); граница действия – при уровне значимости α = 0,02 (98 % точки);

- нормальный контроль: граница предупреждения – при уровне значимости α = 0,05 (95 % точки); граница действия – при уровне значимости α = 0,003 (99,7 % точки).

Значения границ предупреждения и действия приведены в таблице 3.

П р и м е ч а н и е – Данный подход к установлению границ предупреждения и действия отличается от принятого в картах Шухарта (граница предупреждения – 2σ, граница действия – 3σ, где σ –генеральное СКО контрольного признака). Предлагаемый в настоящем стандарте принцип расчета контрольных границ гармонизирует оперативный контроль и контроль стабильности результатов измерений: нормативы ВОК полностью соответствуют границам предупреждения.

Т а б л и ц а 3 – Расчет результатов контрольных процедур, нормативов контроля (пределов действия и предупреждения) и средней линии при построении контрольных карт (в случае, когда показатель точности результатов измерений задан в виде симметричного относительно нуля интервала)

Наименование рассчитываемой величины	Расчет значений в единицах результата измерений		Расчет значений в приведенных единицах	
Контроль погрешности с применением ОК				
Результат контрольной процедуры	$K_K = \overline{X} - C$		$K_{Ko} = \dfrac{\overline{X} - C}{K_{пр}}$	
Средняя линия	$K_{ср} = 0$		$K_{ср,о} = 0$	
Границы предупреждения	Нормальный контроль	Усиленный контроль	Нормальный контроль	Усиленный контроль
	$K_{пр,в,} = K_{пр} = \Delta$; $K_{пр,н} = -K_{пр}$	$K_{пр,в,} = K_{пр} = 0{,}84 \cdot \Delta$; $K_{пр,н} = -K_{пр}$	$K_{пр,в,о} = K_{пр,о} = 1$; $K_{пр.,н,о} = -1$	$K_{пр,в,о} = K_{пр,о} = 1$; $K_{пр,н,о} = -1$

Границы действия	$К_{д,в} = К_д = 1{,}5 \cdot К_{пр}$ $К_{д,н} = -1{,}5 \cdot К_{пр}$	$К_{д,в} = К_д = 1{,}19 \cdot К_{пр}$; $К_{д,н} = -1{,}19 \cdot К_{пр}$	$К_{д,в,о} = К_{д.,о} = 1{,}5$; $К_{д.,н,о} = -1{,}5$	$К_{д,в,о} = К_{д.,о} = 1{,}5$; $К_{д.,н,о} = -1{,}5$
Примечания 1 Δ - характеристика погрешности МВИ, соответствующая аттестованному значению ОК. 2 $\overline{X}$ - результат контрольного измерения ОК. 3 C - аттестованное значение ОК (или измеренное с помощью ОК). 4 При расчете результатов контрольных процедур в приведенных единицах используют значения границ предупреждения $К_{пр}$, определяемых по формулам соответствующей графы.				

Наименование рассчитываемой величины	Расчет значений в единицах результата измерений		Расчет значений в приведенных единицах	
Контроль погрешности с применением метода добавок				
Результат контрольной процедуры	$К_к = \tilde{O}_{\ddot{A}} - \tilde{O} - \ddot{A}$		$К_{ко} = \dfrac{\tilde{O}_{\ddot{A}} - \tilde{O} - \ddot{A}}{\hat{E}_{ïð}}$	
Средняя линия	$К_{ср} = 0$		$К_{ср,о} = 0$	
Границы предупреждения	Нормальный контроль	Усиленный контроль	Нормальный контроль	Усиленный контроль
	$К_{пр,в,} = К_{пр} = \sqrt{\Delta^2_{\tilde{o}_{\ddot{A}}} + \Delta^2_{\tilde{o}} + \Delta^2_{\ddot{A}}}$ $К_{пр,н} = -К_{пр}$ (при постоянном значении величины добавки)	$К_{пр,в,} = К_{пр} = 0{,}84 \cdot \sqrt{\Delta^2_{\tilde{o}_{\ddot{A}}} + \Delta^2_{\tilde{o}_{\ddot{A}}} + \Delta^2_{\ddot{A}}}$ $К_{пр,н} = -К_{пр}$ (при постоянном значении величины добавки)	$К_{пр,в,о} = К_{пр,о} = 1$; $К_{пр,н.,о} = -1$	$К_{пр,в,о} = К_{пр,о} = 1$; $К_{пр,н.,о} = -1$
Границы действия	$К_{д,в} = К_д = 1{,}5 \cdot К_{пр}$ $К_{д,н} = -1{,}5 \cdot К_{пр}$	$К_{д,в} = К_д = 1{,}19 \cdot К_{пр}$; $К_{д,н} = -1{,}19 \cdot К_{пр}$	$К_{д,в,о} = К_{д.,о} = 1{,}5$; $К_{д.,н,о} = -1{,}5$	$К_{д,в,о} = К_{д.,о} = 1{,}5$; $К_{д.,н,о} = -1{,}5$

П р и м е ч а н и я 1 $\Delta_{\overline{X}_Д}$ ($\Delta_{\overline{X}}$) - характеристика погрешности результатов измерений, соответствующая расчетному содержанию компонента в пробе с добавкой (реальной пробе соответственно). 2 $Д$ – значение добавки. 3 $\overline{X}$ - результат контрольного измерения пробы без добавки. 4 $\overline{X}_Д$ - результат контрольного измерения пробы с добавкой. 5 $\Delta_Д$ – расчетная характеристика погрешности вводимой добавки $Д$.

Наименование рассчитываемой величины	Расчет значений в единицах результата измерений		Расчет значений в приведенных единицах	
Контроль погрешности с применением метода кратного изменения измеряемого параметра в пробе (варьирования навески)				
Результат контрольной процедуры	$К_к = R\overline{X}' - \overline{X}$ или $К_к = \overline{X}' - \overline{X}$ (для варьирования навески)		$К_{ко} = \frac{R\overline{X}' - \overline{X}}{K_{пр}}$ или $К_{ко} = \frac{\overline{X}' - \overline{X}}{K_{пр}}$	
Средняя линия	$К_{ср} = 0$		$К_{ср,\,о} = 0$	
Границы предупреждения	Нормальный контроль	Усиленный контроль	Нормальный контроль	Усиленный контроль
	$К_{пр,в,} = К_{пр} = \sqrt{R^2\Delta^2_{\overline{X}'} + \Delta^2_{\overline{X}}}$ или $\sqrt{\Delta^2_{\overline{X}'} + \Delta^2_{\overline{X}}}$ (для навески); $К_{пр,н} = -К_{пр}$ (при постоянном значении коэффициента изменения или кратности масс)	$К_{пр,в,} = К_{пр} = 0{,}84\cdot\sqrt{R^2\Delta^2_{\overline{X}'} + \Delta^2_{\overline{X}}}$ или $0{,}84\cdot\sqrt{\Delta^2_{\overline{X}'} + \Delta^2_{\overline{X}}}$; $К_{пр,н} = -К_{пр}$ (при постоянном значении коэффициента изменения или кратности масс)	$К_{пр,в,о} = К_{пр,о} = 1$; $К_{пр,н.,о} = -1$	$К_{пр,в,о} = К_{пр,о} = 1$; $К_{пр,н.,о} = -1$
Границы действия	$К_{д,в} = К_д = 1{,}5\cdot К_{пр}$; $К_{д,н} = -1{,}5\cdot К_{пр}$	$К_{д,в} = К_д = 1{,}19\cdot К_{пр}$; $К_{д,н} = -1{,}19\cdot К_{пр}$	$К_{д,в,о} = К_{д.,о} = 1{,}5$; $К_{д.,н,о} = -1{,}5$	$К_{д,в,о} = К_{д.,о} = 1{,}5$; $К_{д.,н,о} = -1{,}5$

П р и м е ч а н и я 1 $\Delta_{\overline{X}'}$ ($\Delta_{\overline{X}}$) - характеристика погрешности результатов измерений, соответствующая расчетному содержанию компонента в пробе с измененным параметром (реальной пробе соответственно). 2 $\overline{X}$ - результат контрольного измерения рабочей пробы. 3 $\overline{X}'$ - результат контрольного измерения пробы с измененным параметром. 4 R - коэффициент изменения.

Наименование рассчитываемой величины	Расчет значений в единицах результата измерений		Расчет значений в приведенных единицах	
Контроль воспроизводимости				
Результат контрольной процедуры	$D_k = \left\lvert \overline{X}_1 - \overline{X}_2 \right\rvert$		$D_{k,o} = \dfrac{\left\lvert \overline{X}_1 - \overline{X}_2 \right\rvert}{\sigma_в}$	
Средняя линия	$D_{ср} = a_2 \cdot \sigma_в$; $a_2 = 1{,}128$		$D_{ср,о} = a_2 = 1{,}128$	
Границы предупреждения	Нормальный контроль	Усиленный контроль	Нормальный контроль	Усиленный контроль
	$D_{пр} = A_{1,2} \cdot \sigma_в$; $A_{1,2} = 2{,}77$	$D_{пр} = A_{1,2} \cdot \sigma_в$; $A_{1,2} = 2{,}33$	$D_{пр,о} = 2{,}77$	$D_{пр,о} = 2{,}33$
Границы действия	$D_д = A_{2,2} \cdot \sigma_в$; $A_{2,2} = 4{,}25$	$D_д = A_{2,2} \cdot \sigma_в$; $A_{2,2} = 3{,}32$	$D_{д,о} = 4{,}25$	$D_{д,о} = 3{,}32$
П р и м е ч а н и е - $\sigma_в$ – среднее квадратическое отклонение воспроизводимости, соответствующее значению измеряемого параметра в пробе - $X_{ср}$, где $X_{ср} = \dfrac{\overline{X}_1 + \overline{X}_2}{2}$; $\overline{X_1}$ ($\overline{X_2}$) - результат первичного (повторного) контрольного измерения.				
Контроль сходимости по размаху (для *n* параллельных определений)				
Результат контрольной процедуры	$d_k = X_{max} - X_{min}$		$d_{k,o} = \dfrac{X_{max} - X_{min}}{\sigma_{сх}}$	
Средняя линия	$d_{ср} = a_n \cdot \sigma_{сх}$		$d_{ср,о} = a_n$	
Границы предупреждения	Нормальный контроль	Усиленный контроль	Нормальный контроль	Усиленный контроль
	$d_{пр} = A_{1,n} \cdot \sigma_{сх}$; при $\alpha = 0{,}05$	$d_{пр} = A_{1,n} \cdot \sigma_{сх}$; при $\alpha = 0{,}10$	$d_{пр,о} = A_{1,n}$ при $\alpha = 0{,}05$	$d_{пр,о} = A_{1,n}$ при $\alpha = 0{,}10$
Границы действия	$d_д = A_{2,n} \cdot \sigma_{сх}$ при $\alpha = 0{,}003$	$d_д = A_{2,n} \cdot \sigma_{сх}$ при $\alpha = 0{,}02$	$d_{д,о} = A_{2,n}$ при $\alpha = 0{,}003$	$d_{д,о} = A_{2,n}$ при $\alpha = 0{,}02$

Наименование рассчитываемой величины	Расчет значений в единицах результата измерений		Расчет значений в приведенных единицах	
Контроль сходимости по выборочному СКО (для *n* параллельных определений)				
Результат контрольной процедуры	$d_{\text{к}} = S = (\sum_{i=1}^{n}(X_i - \overline{X})^2/(n-1))^{0.5}$		$d_{\text{к}} = S/\sigma_{cx}$	
Средняя линия	$d_{\text{ср}} = C_n \cdot \sigma_{cx}$		$d_{\text{ср}} = C_n$	
Границы предупреждения	Нормальный контроль	Усиленный контроль	Нормальный контроль	Усиленный контроль
	$d_{\text{пр}} = \Pi_n \cdot \sigma_{cx}$ при $\alpha = 0{,}05$	$d_{\text{пр}} = \Pi_n \cdot \sigma_{cx}$ при $\alpha = 0{,}10$	$d_{\text{пр}} = \Pi_n$ при $\alpha = 0{,}05$	$d_{\text{пр}} = \Pi_n$ при $\alpha = 0{,}10$
Границы действия	$d_{\text{д}} = Д_n \cdot \sigma_{cx}$ при $\alpha = 0{,}003$	$d_{\text{д}} = Д_n \cdot \sigma_{cx}$ при $\alpha = 0{,}02$	$d_{\text{д}} = Д_n$ при $\alpha = 0{,}003$	$d_{\text{д}} = Д_n$ при $\alpha = 0{,}02$
Примечание - S - выборочное среднее квадратическое отклонение, вычисленное по n параллельным определениям				
Контроль правильности с применением ОК				
Результат контрольной процедуры	$K_K = \overline{X} - C$		$K_{Ko} = \dfrac{\overline{X} - C}{K_{пр}}$	
Средняя линия	$К_{\text{ср}} = 0$		$К_{\text{ср,о}} = 0$	
Границы предупреждения	Нормальный контроль	Усиленный контроль	Нормальный контроль	Усиленный контроль
	$К_{\text{пр,в}} = К_{\text{пр}} = \theta_c$; $К_{\text{пр,н}} = -К_{\text{пр}}$	$К_{\text{пр,в}} = К_{\text{пр}} = 0{,}84 \cdot \theta_c$; $К_{\text{пр,н}} = -К_{\text{пр}}$	$К_{\text{пр,в,о}} = К_{\text{пр,о}} = 1$; $К_{\text{пр.,н,о}} = -1$	$К_{\text{пр,в,о}} = К_{\text{пр,о}} = 1$; $К_{\text{пн}} = -1$
Границы действия	$К_{\text{д,в}} = К_{\text{д}} = 1{,}5 \cdot К_{\text{пр}}$; $К_{\text{д,н}} = -1{,}5 \cdot К_{\text{пр}}$	$К_{\text{д,в}} = К_{\text{д}} = 1{,}19 \cdot К_{\text{пр}}$; $К_{\text{д,н}} = -1{,}19 \cdot К_{\text{пр}}$	$К_{\text{д,в,о}} = К_{\text{д.,о}} = 1{,}5$; $К_{\text{д.,н,о}} = -1{,}5$	$К_{\text{д,в,о}} = К_{\text{д.,о}} = 1{,}5$; $К_{\text{д.,н,о}} = -1{,}5$
Примечания 1 Δ - характеристика погрешности МВИ, соответствующая аттестованному значению ОК. 2 $\overline{X}$ - результат контрольного измерения ОК. 3 C - аттестованное значение ОК (или измеренное с помощью ОК).				

Значения коэффициентов a_n, $A_{1,n}$, $A_{2,n}$, C_n, Π_n, $Д_n$ для разного числа параллельных определений приведены в таблице 4.

Таблица 4

n	a_n	$A_{1,n}$		$A_{2,n}$		C_n	$П_n$		$Д_n$	
		α=0,10	α=0,05	α=0,02	α=0,003		α=0,10	α=0,05	α=0,02	α=0,003
2	1,128	2,33	2,77	3,32	4,25	0,798	1,65	1,96	2,33	2,97
3	1,693	2,90	3,31	3,82	4,68	0,889	1,52	1,73	1,98	2,41
4	2,059	3,24	3,63	4,12	4,95	0,921	1,44	1,61	1,81	2,15
5	2,326	3,48	3,86	4,33	5,13	0,940	1,40	1,54	1,71	2,00
6	2,534	3,66	4,03	4,50	5,28	0,951	1,36	1,49	1,64	1,90

6.6 Порядок построения контрольных карт следующий:

- рассчитывают значения средней линии, границ предупреждения и действия (в зависимости от выбранного алгоритма проведения контрольных процедур и в соответствии с таблицей 3);

- откладывают на контрольной карте значения средней линии, границ предупреждения и действия;

- рассчитывают результаты контрольных процедур (в соответствии с таблицей 3) и наносят их на контрольную карту.

Примечания

1 Если характеристика погрешности результатов измерений задана в виде несимметричного относительно нуля интервала, результаты контрольных процедур, среднюю линию, границы предупреждения и действия рассчитывают в соответствии с графой «Расчет значений в приведенных единицах» таблицы 3, используя верхние и нижние значения соответствующих признаков.

2 Если характеристики погрешности МВИ заданы в относительном виде, то контрольные карты строят, используя графу «Расчет значений в приведенных единицах», при этом характеристики погрешности переводят в абсолютную форму.

3 Если характеристики погрешности МВИ заданы в абсолютном виде, то контрольные карты строят, используя графу «Расчет значений в единицах результата измерений».

4 Если для контроля качества измерений используют СО с различными аттестованными значениями, или добавки разной величины, или различную кратность изменения контролируемого параметра, то контрольные карты строят, используя графу «Расчет значений в приведенных единицах», при этом характеристики погрешности переводят в абсолютную форму.

Динамику изменения стабильности процесса измерений отслеживают на основе регулярного анализа данных контрольной карты.

6.7 Признаки нестабильности процесса измерений по МВИ можно разделить на две группы: предупреждающие и признаки действия. При появлении признака действия измерения немедленно останавливаются, выясняется и немедленно устраняется его причина. Появление предупреждающих признаков – это сигнал о возможном неблагополучии, измерения при этом продолжаются, возможные причины анализируются.

6.8 Различают три основных признака нестабильности процесса: выброс,

смещение и дрейф. Согласно правилам Вестгарда, применительно именно к процессу измерений, признаки действия следующие:

а) последняя точка лежит вне зоны действия (выброс);

б) два последовательных результата, включая последний, лежат вне зоны предупреждения (выброс);

в) разность между последней и предыдущей точками по абсолютной величине превышает размеры удвоенной зоны предупреждения (обе точки – выброс).

Наличие хотя бы одного из признаков действия говорит о том, что процесс измерений вышел из-под контроля.

Предупреждающие признаки следующие:

а) последняя точка лежит выше зоны предупреждения или ниже (выброс);

б) каждая из четырех и более последовательных точек, включая последнюю, лежит выше (положительный дрейф) или ниже (отрицательный дрейф) предыдущей;

в) три или четыре последовательных точки, включая последнюю, лежат выше или ниже половинной зоны предупреждения (смещение).

П р и м е ч а н и е – За зону действия принимается расстояние от средней линии до верхней или нижней границы действия - для двусторонних контрольных карт (погрешности), от 0 до границы действия - для односторонних контрольных карт (сходимости, воспроизводимости). Соответственно, за зону предупреждения принимается расстояние от средней линии до верхней или нижней границы предупреждения - для двусторонних контрольных карт, от 0 до границы предупреждения - для односторонних контрольных карт.

6.9 Для контроля стабильности, наряду с визуальными критериями, при использовании ОК, возможно применение числовых критериев, основанных на проверке уровней значимости. Для одной или двух точек (одного или двух результатов контрольного измерения), числовые критерии проверки стабильности соответствуют приведенным правилам Вестгарда.

Для числа точек $L \geq 3$ анализируется вся группа результатов контрольных измерений, для которых рассчитываются значения $(X\text{-}C)_L$ и S_L, где X – результат контрольных измерений, S_L – СКО результата контрольного измерения, оцененное по размаху или по дисперсии, L – число анализируемых контрольных измерений.

Для этих контрольных признаков методом наименьших квадратов строятся две зависимости: $(X\text{-}C) = F(L)$ и $S(L)$ (в первом приближении можно аппроксимировать линейной зависимостью). Если при подстановке в принятые функции значения (L+1) любая из функций выходит за пределы действия, измерения останавливаются, причина нестабильности выясняется и устраняется, не дожидаясь подобного реального результата.

В случае прогнозируемого выхода любой из функций за пределы предупреждающих действий измерения продолжаются, но возможные причины такого ее поведения также выясняются и устраняются. Глубина расчета (число L) в принципе не ограничена, хотя на практике достаточно, чтобы L не превосходило 15. Таким образом проверяется отсутствие нежелательного дрейфа.

6.10 Одновременно с проверкой на отсутствие дрейфа, проверяется отсутствие

нежелательного смещения сходимости или воспроизводимости результатов измерений. Для этого анализируются L контрольных измерений, где L – текущее от трех до 21. «Текущее» означает, что с прибавлением к группе контрольных измерений очередного результата, заново пересчитываются и значения статистики $\bar{S}$, и нормативы контроля. После проведения L контрольных измерений рассчиты-вают среднее арифметическое значение $\bar{S}$, оцененное либо по парам результатов:

$$\bar{S} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{L} d_i^2}{2L}}, \qquad (15)$$

где $d_i = (X_1 - X_2)_i$ – размах результатов двух параллельных определений i-го контрольного результата измерения, в случае проверки сходимости, или размах двух последовательных результатов измерений, каждое из которых получено по n параллельным, в случае проверки воспроизводимости, либо по выборочным дисперсиям

$$\bar{S} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{L} S_i^2}{L}}, \qquad (15а)$$

где $S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{n} (X_j - \bar{X})^2}{n-1}}$ - для числа параллельных определений контрольного измерения больше двух (для сходимости).

Процесс измерений признается стабильным, если выполняется критерий:

$$\bar{S} \le M(P,f) \cdot \sigma_{сх_или_в} = \sqrt{\chi^2(P,f)/f} \cdot \sigma_{сх_или_в}, \qquad (16)$$

где $f = L(n-1)$ – число степеней свободы;

$\chi^2(P,f)$ – квантили распределения χ^2, соответствующие доверительной вероятности P и числу степеней свободы f.

Коэффициенты $M(P,f)$ приведены в таблице 5.

Т а б л и ц а 5

f	$M(0{,}90, f)$ (усиленный контроль)	$M(0{,}95, f)$ (нормальный контроль)	$M(0{,}10, f)$	$M(0{,}05, f)$	f	$M(0{,}90, f)$ (усиленный контроль)	$M(0{,}95, f)$ (нормальный контроль)	$M(0{,}10, f)$	$M(0{,}05, f)$
	1,52	1,73	0,32	0,23	16	1,21	1,28	0,76	0,71
3	1,44	1,61	0,44	0,34	17	1,21	1,27	0,77	0,71
4	1,40	1,54	0,52	0,42	18	1,20	1,27	0,78	0,72
5	1,36	1,49	0,57	0,48	19	1,20	1,26	0,78	0,73
6	1,33	1,45	0,61	0,52	20	1,19	1,25	0,79	0,74
7	1,31	1,42	0,64	0,56	21	1,19	1,25	0,79	0,74
8	1,29	1,39	0,66	0,58	30	1,16	1,21	0,82	0,79
9	1,28	1,37	0,68	0,61	40	1,14	1,18	0,85	0,81
10	1,26	1,35	0,70	0,63	50	1,12	1,16	0,87	0,83
11	1,25	1,34	0,71	0,64	60	1,11	1,15	0,88	0,85
12	1,24	1,32	0,72	0,66	70	1,11	1,14	0,89	0,86
13	1,23	1,31	0,74	0,67	80	1,10	1,13	0,90	0,87
14	1,23	1,30	0,75	0,69	90	1,10	1,12	0,90	0,88
15	1,22	1,29	0,75	0,70	100	1,10	1,12	0,91	0,88

При $L \geq 21$ контроль стабильности по «текущему» признаку переходит в статистический контроль.

6.11 Данные для построения контрольных карт оформляются в специальных таблицах. Рекомендуемая форма таблиц при использовании различных алгоритмов контроля приведена в приложении Г.

7 Статистический контроль показателей качества измерений

7.1 ВСК представляет собой накопление и анализ информации, на основе которой рассчитываются показатели качества измерений по МВИ, которые сравниваются с аттестованными (приписанными) показателями качества.

7.2 Статистический контроль показателей качества измерений (сходимости, воспроизводимости, правильности) основан на оценке качества совокупности контрольных измерений и призван решать задачи оценки качества измерений и управления этим качеством, а именно – своевременной коррекции показателей качества в случае необходимости.

7.3 Статистический контроль осуществляется на основе информации, получаемой в процессе проведения контрольных измерений при оперативном контроле, выполненных в течение контролируемого периода. При необходимости, для формирования выборки контрольных проверок, необходимой для проведения статистического контроля, планируют проведение дополнительных контрольных измерений. Число анализируемых результатов контрольных измерений L – от 21 до бесконечности.

Контролируемый период определяется периодом отчетности о показателях качества измерений, но, как правило, не должен превышать одного года. Для редко используемых МВИ отчетный период – это время, в течение которого получен 21 результат.

7.4 ВСК проводится для тех поддиапазонов контролируемых параметров, которые характеризуются одинаковыми показателями качества измерений и для тех вероятностей, при которых установлены интервальные приписанные показатели качества измерений МВИ. Последующие алгоритмы приведены для Р = 0,95.

7.5 ВСК сходимости

7.5.1 В процессе ВСК сходимости анализируется L положительных результатов контрольных измерений рабочих проб. ВСК сходимости проводится при той же вероятности, при которой в течение отчетного периода проводился оперативный контроль сходимости.

7.5.2 Характеристика сходимости МВИ соответствует приписанному значению, если выполнены неравенства

$$\sqrt{\chi^2(1-P,f)/f}\cdot\sigma_{cx}\le\bar{S}\le M(P,f)\cdot\sigma_{cx}=\sqrt{\chi^2(P,f)/f}\cdot\sigma_{cx}\ , \qquad (17)$$

где $f = L(n\text{-}1)$ – число степеней свободы;

$\chi^2(1\text{-}P,f)$ – квантили распределения χ^2, соответствующие доверительной вероятности (1-Р) и числу степеней свободы f;

$\chi^2(P,f)$ – квантили распределения χ^2, соответствующие доверительной вероятности Р и числу степеней свободы f;

$\bar{S}$ рассчитывается по формулам (15) или (15а).

Значения $M\ (P,f) = \sqrt{\chi^2(P,f)/f}$ и $M\ (1\text{-}P,f) = \sqrt{\chi^2(1-P,f)/f}$ для Р = 0,90 и 0,95 и (1 – Р) = 0,10 и 0,05 приведены в таблице 5.

7.5.3 Невыполнение правого неравенства свидетельствует о том, что характеристика сходимости МВИ значимо больше приписанного значения. В этом случае МВИ не допускается к применению. Необходима переаттестация МВИ с большим значением погрешности или замена МВИ для контроля данного параметра.

7.5.4 Невыполнение левого неравенства свидетельствует о том, что характеристика сходимости МВИ значимо меньше приписанного значения. Это может служить основанием для переаттестации МВИ в порядке, установленном ОСТ 95 10430, с целью установления меньшего значения погрешности.

П р и м е ч а н и е – Для переаттестации МВИ необходим анализ всех показателей качества измерений в совокупности.

7.6 ВСК воспроизводимости и правильности с помощью ОК

7.6.1 В процессе ВСК анализируется L положительных результатов контрольных измерений ОК. Состав (свойства) ОК должен быть адекватен анализируемым объектам, то есть возможное отличие состава или свойств образцов для контроля от анализируемых объектов не должно вносить значимого вклада в погрешность измерений. Погрешность аттестованного значения образца для контроля не должна превышать третьей части характеристики погрешности результатов измерений, за исключением случаев, предусмотренных в примечании к 5.13.1. Допускается при контроле воспроизводимости использовать рабочие пробы.

Примечание – При неполной адекватности ОК контролируемым объектам возможно проконтролировать только часть погрешности, обусловленную факторами воспроизводимости («частичную» воспроизводимость), контроль же правильности может вообще оказаться некорректным.

7.6.2 После выполнения L контрольных измерений рассчитывают среднее арифметическое значение результатов измерений ($X_{ср}$), их среднее квадратическое отклонение (S_x) и отклонение (W) среднего значения от аттестованного значения (C) образца для контроля по формулам

$$X_{ср} = \frac{1}{L}\sum_{i=1}^{L}\overline{X_i} \quad , \tag{18}$$

$$S_x = \left[\frac{1}{L-1}\sum_{i=1}^{L}\left(\overline{X_i} - X_{ср}\right)^2\right]^{0,5} , \tag{19}$$

$$W = \left|X_{ср} - C\right| , \tag{20}$$

где $\overline{X}_i$ - i-ый результат измерения контролируемого параметра в ОК (средний по числу параллельных определений, регламентированных МВИ), $i = 1,.....,L$.

Качество выполнения измерений признают удовлетворительным, если выполняются следующие условия:

$$S_x \le K_B \text{ и } W \le K_П , \tag{21}$$

где K_B - норматив статистического контроля воспроизводимости;

$K_П$ - норматив статистического контроля правильности.

7.6.3 Нормативы статистического контроля для доверительной вероятности P = 0,95 рассчитывают по формулам

$$K_B = M(P, f) \cdot \sigma_в \quad , \tag{22}$$

$$K_П = \left[\left(t(f) \cdot S_x \right)^2 / L + \theta_c^2 \right]^{0,5}, \qquad (23)$$

где $f = L(n\text{-}1)$ – число степеней свободы;

$M(P,f)$ – коэффициент, учитывающий ограниченность выборки (для P = 0,95 приведен в таблице 5);

$t(f)$ – квантиль t-распределения Стьюдента (приведен в таблице 6);

$\sigma_в$ - показатель воспроизводимости результатов измерений по МВИ, соответствующий аттестованному значению параметра в ОК;

θ_c – характеристика систематической составляющей погрешности МВИ, соответствующая аттестованному значению параметра в ОК.

П р и м е ч а н и е – При отсутствии приписанных показателей воспроизводимости $\sigma_в$ рассчитывают по формуле $\sigma_{\hat{a}} = \dfrac{\sqrt{\varepsilon_{\tilde{n}\tilde{o}}^2 + \theta^2 - \theta_{\tilde{n}}^2}}{1{,}96}$.

Т а б л и ц а 6 - Значение квантилей t-распределения Стьюдента при доверительной вероятности P = 0,95

f	$t(f)$	f	$t(f)$	f	$t(f)$	f	$t(f)$
4	2,776	10	2,228	16	2,120	40	2,021
5	2,571	11	2,201	17	2,110	50	2,009
6	2,447	12	2,179	18	2,101	70	1,994
7	2,365	13	2,160	19	2,093	100	1,984
8	2,306	14	2,145	20	2,086		
9	2,262	15	2,131	30	2,042		

7.6.4 В случае невыполнения критериев (21) есть основания для коррекции показателя воспроизводимости МВИ и показателя правильности МВИ и возможной переаттестации МВИ в установленном порядке.

7.6.5 Правила оформления и форма регистрации результатов контроля при проверке качества выполнения измерений с использованием ОК приведены в приложении В.

7.7 ВСК воспроизводимости и правильности с использованием метода добавок

7.7.1 ВСК правильности с использованием метода добавок проводят в случае, если для МВИ предусмотрен оперативный контроль погрешности с использованием только этого метода.

В этом случае ВСК проводят для приведенных величин:

$$b_i = \left| \frac{\overline{X}_{\ddot{A}_i} - \overline{\tilde{O}}_i}{\ddot{A}_i} - 1 \right|, \qquad (24)$$

где b_i - оценка пропорциональной систематической составляющей погрешности МВИ;

$i = 1,\ldots,L$.

Обозначения $\overline{X}$, $\overline{X}_Д$ и $Д$ соответствуют 5.14.2.

Такой подход позволяет обрабатывать совместно результаты, полученные для разных проб и разных значений добавок.

7.7.2 После выполнения L контрольных измерений рассчитывают среднее арифметическое значение результатов расчета $\overline{b}$. Рассчитывают среднее квадратическое отклонение результатов расчета $\overline{b}$ по результатам контрольных измерений содержания компонента в пробах без добавки и в пробах с добавкой и модуль разности между средним значением $\overline{b}$ и приписанным методике значением $\theta_c(\delta)$ по формулам

$$\bar{b} = \frac{1}{L}\sum_{i=1}^{L} b_i\ , \qquad (25)$$

$$W = \left|\overline{b} - \theta_c(\delta)\right|, \qquad (26)$$

где $\theta_c(\delta)$ – показатель правильности МВИ в относительной форме, установленный при ее аттестации методом добавок.

7.7.3 Качество выполнения измерений признают удовлетворительным, если выполняется следующее условие:

$$W \le \varepsilon_b\,, \qquad (27)$$

где $\varepsilon_b = \dfrac{t_{0,95;L-1} \cdot S_b}{\sqrt{L}}$.

S_b соответствует формуле (19) с заменой символа X на b.

7.7.4 Статистический контроль воспроизводимости МВИ с использованием метода добавок проводят только в том случае, если существует возможность долгое время хранить пробу с гарантией стабильности контролируемого параметра.

Алгоритмы контроля соответствуют алгоритмам, приведенным в 7.6.

7.7.5 В случае невыполнения критерия (27) есть основания для коррекции показателя воспроизводимости МВИ и показателя правильности МВИ и возможной

переаттестации МВИ в установленном порядке.

7.7.6 Правила оформления и форма регистрации результатов контроля при проверке качества выполнения измерений с использованием метода добавок приведены в приложении В.

7.8 ВСК воспроизводимости и правильности с использованием метода кратного изменения значения измеряемого параметра в пробе

7.8.1 ВСК правильности с использованием метода кратного изменения значения измеряемого параметра в пробе проводят в случае, если для МВИ предусмотрен оперативный контроль погрешности с использованием только этого метода.

В этом случае ВСК проводят для величин, определяемых в процессе оперативного контроля:

$$\grave{a}_i = \left| R \cdot \overline{X}'_i - \overline{X}_i \right|, \qquad (28)$$

где a_i - оценка постоянной систематической составляющей погрешности МВИ;

i = 1,…,L, причем для каждого i-го оперативного контроля величины R, $\bar{X}', \bar{X}$ в каждом контрольном эксперименте могут принимать свои значения.

Обозначения R, $\bar{X}', \bar{X}$ соответствуют 5.15.

Такой подход позволяет обрабатывать совместно результаты, полученные для разных проб и разной кратности изменения контролируемого параметра.

7.8.2 После выполнения L контрольных измерений рассчитывают среднее арифметическое значение результатов измерений $\bar{a}$. Рассчитывают среднее квадратическое отклонение результатов расчета $\bar{a}$ по результатам контрольных измерений содержания компонента в пробах и в пробах с измененным в R раз значением контролируемого параметра.

Рассчитывают модуль разности между средним значением $\bar{a}$ и приписанным методике значением $\theta_c(\Delta)$ по формулам

$$\bar{a} = \frac{1}{L} \sum_{i=1}^{L} a_i, \qquad (29)$$

$$W = \left| \bar{a} - \theta_c(\Delta) \right|, \qquad (30)$$

где $\theta_c(\Delta)$ – показатель правильности МВИ, установленный при ее аттестации

методом кратного изменения значения измеряемого параметра (в абсолютной форме).

7.8.3 Качество выполнения измерений признают удовлетворительным, если выполняется следующее условие:

$$W \le \varepsilon_a , \qquad (31)$$

где $\varepsilon_a = \dfrac{t_{0,95;L-1} \cdot S_a}{\sqrt{L}}$.

7.8.4 Статистический контроль воспроизводимости МВИ с использованием метода кратного изменения значения измеряемого параметра проводят только в том случае, если существует возможность долгое время хранить пробу с гарантией стабильности контролируемого параметра.

Алгоритмы контроля соответствуют алгоритмам, приведенным в 7.6.

7.8.5 В случае невыполнения критерия (31) есть основания для коррекции показателя воспроизводимости МВИ и показателя правильности МВИ и возможной переаттестации МВИ в установленном порядке.

7.8.6 Правила оформления и форма регистрации результатов контроля при проверке качества выполнения измерений с использованием метода кратного изменения значения измеряемого параметра приведены в приложении В.

Приложение А
(справочное)

Характеристики показателей качества измерений

В настоящем стандарте использованы характеристики показателей качества измерений, соответствующие ОСТ 95 10351 (приложение В).

А.1 Модель погрешности МВИ можно представить в виде

$$F = f_{сх} * f_{вс\text{-}сх} * f_{с}, \qquad (А.1)$$

где $f_{сх}$ - часть погрешности измерений, обусловленная факторами, приводящими к разбросу результатов измерений в условиях сходимости (далее – факторами сходимости);

$f_{вс\text{-}сх}$ - часть погрешности измерений, обусловленная факторами, приводящими к разбросу результатов измерений в условиях воспроизводимости, за исключением факторов сходимости (далее – факторами воспроизводимости);

$f_{с}$ - неисключенный остаток систематической составляющей погрешности;

* - символ суммирования погрешностей, рассматриваемых как случайные величины.

А.2 Характеристиками $f_{сх}$ являются точечная ($\sigma_{сх}$) или интервальная оценки ($\varepsilon_{сх}$). Характеристика $\sigma_{сх}$ имеет тот же смысл, что и характеристика, применяемая в ранее выпущенных МВИ, и обозначаемая как ${}^{в}S$ (абсолютное среднее квадратическое отклонение) или ${}^{в}S_{г}$ (относительное среднее квадратическое отклонение), для нормального распределения при P = 0,95:

$$\varepsilon_{сх} = \frac{1{,}96 \cdot \sigma_{сх}}{\sqrt{n}} \ . \qquad (А.2)$$

А.3 Характеристиками $f_{вс\text{-}сх}$, которую можно назвать «чистой» воспроизводимостью, являются точечная ($\sigma_{чист.в}$) или интервальная оценки (θ). Интервальная оценка θ имеет тот же смысл, что и неисключенная систематическая составляющая погрешности МВИ без учета критерия (θ_{c}) при проверке правильности в ранее выпущенных документах. Точечная оценка связана с интервальной соотношением

$$\sigma_{чист.в} = \frac{\theta}{1{,}96} \text{ - для нормального распределения} \qquad (А.3)$$

или

$$\sigma_{чист.в} = \frac{\theta}{\sqrt{3}} \text{ - для равномерного распределения.} \qquad (А.4)$$

Поскольку θ формируется за счет многих составляющих, распределение этой величины, как правило, принимается за нормальное.

Характеристику θ можно представить в виде

$$\theta = \theta_{ф1} * \theta_{ф2} * \ldots * \theta_{фN}, \qquad (А.5)$$

где $\theta_{ф1}$, $\theta_{ф2}, \ldots \theta_{фN}$ - характеристики погрешности от различных влияющих факторов: средств измерений, пробоподготовки, оператора, градуировки, условий испытаний и т.п.;

* - символ суммирования погрешностей, рассматриваемых как случайные величины;

N - число влияющих факторов.

П р и м е ч а н и е – Наиболее часто используется формула

$$\theta = 1{,}1 \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^{N} \theta i_i^{\,2}} \quad \text{для P = 0,95.} \qquad (A.6)$$

А.4 Характеристиками ($f_{сх}$*$f_{вс\text{-}сх}$), которые можно назвать «полной воспроизводимостью», являются точечная ($\sigma_в$) или интервальная оценки ($\varepsilon_в$).

Характеристику $\varepsilon_в$ можно представить в виде $\varepsilon_в = \varepsilon_{сх} * \theta$. Для нормального закона распределения при P = 0,95 $\varepsilon_в = \sqrt{\varepsilon_{сх}^2 + \theta^2}$. Соответственно, точечная оценка воспроизводимости, СКО воспроизводимости в этом случае

$$\sigma_в = \frac{\varepsilon_в}{1{,}96} = \frac{\sqrt{\varepsilon_{сх}^2 + \theta^2}}{1{,}96} \qquad (A.7)$$

А.5 Характеристикой f_c является интервальная оценка θ_c. Ее можно представить в виде

$$\theta_c = (\Delta^2{}_{оа} + \varepsilon^2{}_n + \theta^2{}_{ост.})^{0,5}, \qquad (A.8)$$

где $\Delta_{оа}$ – погрешность аттестованного значения СО или АС (образца для аттестации);

ε_n – случайная погрешность результата измерения, выполненного в процессе аттестации методики при оценке значимости систематической составляющей погрешности МВИ;

$\theta_{ост.}$- остаточная неисключенная систематическая погрешность данного конкретного результата измерения, зависящая от условий измерения (должна быть минимизирована).

А.6 Модель погрешности результата измерения по МВИ, выраженную через характеристики в виде интервальных оценок, можно, таким образом, представить в виде

$$\Delta = \varepsilon_{сх} * \theta_{ф1} * \theta_{ф2} * \ldots * \theta_{фN} * \theta_c. \qquad (A.9)$$

На практике часто бывает невозможно осуществить контроль составляющей погрешности, обусловленной тем или иным фактором в чистом виде, отделив ее от сходимости.

В этом случае, можно контролировать составляющую погрешности, обусловленную сходимостью и воспроизводимостью от одного или нескольких факторов, так называемую «частичную» воспроизводимость, интервальная оценка которой отвечает модели

$$\varepsilon_{вч} = \varepsilon_{сх} * \theta_{ф1} * \theta_{ф2} * \ldots * \theta_{фм.}, \qquad (A.10)$$

где $м$ – число реально меняющихся факторов, при этом (N-$м$) факторов остаются постоянными.

В случае нормального распределения, интервальную оценку «частичной» воспроизводимости можно выразить следующим образом

$$\varepsilon_{вч} = \sqrt{\varepsilon_{сх}^2 + \theta_{ф1}^2 + \theta_{ф2}^2 + ... + \theta_{фм}^2}. \qquad (A.11)$$

Точечная оценка «частичной воспроизводимости», СКО частичной воспроизводимости, в этом случае выражается формулой

$$\sigma_{вч} = \frac{\varepsilon_{вч}}{1{,}96}. \qquad (A.12)$$

А.7 Интервальная оценка характеристики погрешности методики для нормального распределения выражается в виде

$$\Delta = (\varepsilon_{сх}{}^2 + \theta^2 + \theta^2{}_c)^{0,5} \qquad (A.13)$$

Приложение Б
(справочное)

Примеры планирования схем проведения оперативного и периодического контроля качества измерений

Б.1 Методика выполнения механических испытаний на растяжение образцов продукции из металлов

Б.1.1 Краткая суть методики

Из продукции изготавливают образцы для испытаний заданной формы и размеров, измеряют размеры, определяющие площадь поперечного сечения образца S. Образец подвергают растяжению до разрыва на разрывной машине с заданной скоростью деформации. Диаграмму растяжения (зависимость нагрузки, создаваемой разрывной машиной от перемещения подвижного захвата разрывной машины) записывают в память компьютера. После разрыва образца диаграмму растяжения обрабатывают на компьютере по специальной программе и определяют нагрузку (усилие) $P_{0,2}$, соответствующую пределу текучести условному. Предел текучести условный $\sigma_{0,2}$ вычисляют по формуле

$$\sigma_{0,2} = P_{0,2}/S \ . \qquad (Б.1)$$

Б.1.2 Факторы, влияющие на погрешность результатов испытаний

Б.1.2.1 Локальные неоднородности материала образцов, вариации скорости деформации, отклонения формы образцов для испытаний от идеальной, случайные погрешности средств измерений (силоизмерительного устройства разрывной машины и средств измерений размеров образца) приводят к случайной составляющей погрешности, характеризующей сходимость результатов испытаний. Эта составляющая погрешности описывается наибольшим возможным значением среднего квадратического отклонения σ_{cx}.

Б.1.2.2 Систематические погрешности средств измерений – силоизмерительного устройства θ_P и средств измерений размеров θ_L приводят к погрешности, которая по отношению к измерениям, проводимым в условиях сходимости (одна разрывная машина, один микрометр), имеют систематический характер, а по отношению к измерениям, проводимым в условиях воспроизводимости (испытания могут проводиться на разных типах разрывных машин) - случайный характер.

Б.1.2.3 Различная жесткость разрывных машин, плавность хода подвижного захвата разрывной машины, а также, возможно, иные факторы (например, неадекватность алгоритма обработки диаграммы растяжения, конструкция захвата и т. п.) приводят к погрешности θ_F, имеющей такой же характер, как и погрешности θ_P и θ_L.

Б.1.2.4 Составляющие погрешности θ_P, θ_L и θ_F дают неисключенную систематическую составляющую погрешности методики θ, доверительные границы которой для вероятности P = 0,95 при аттестации вычислялись как

$$\theta = \pm(\theta_P * \theta_L * \theta_F) \ , \qquad (Б.2)$$

где * - символ суммирования погрешностей, рассматриваемых как случайные величины.

Б.1.2.5 Погрешность (суммарная) результатов испытаний, получаемых по рассматриваемой

методике, вычислялась как

$$\Delta = \sigma_{cx} * \theta . \qquad (Б.3)$$

Таким образом, в терминах ОСТ 95 10351 (приложение В) и настоящего стандарта суммарная погрешность обусловлена факторами сходимости и факторами воспроизводимости. Неисключенный остаток систематической составляющей погрешности в данном случае отсутствует (приложение В ОСТ 95 10351).

Б.1.3 Организация внутрилабораторного контроля качества испытаний

Б.1.3.1 Оперативный контроль сходимости σ_{cx} проводится в соответствии с 5.10 при каждом испытании серии образцов, изготовленных из изделий одной партии, поскольку при аттестации методики установлено, что образцы, изготовленные из изделий одной партии, являются однородными.

Б.1.3.2 В принципе для рассматриваемой методики можно организовать оперативный контроль воспроизводимости, проводя испытания двух однородных образцов на разных разрывных машинах, используя разные средства измерений размеров, разные программы обработки диаграммы растяжения и т.д. Критерием контроля воспроизводимости в этом случае будет являться условие (8) при n =1. Однако, такой контроль неэффективен, поскольку величина критерия зависит от σ_{cx}, которая в данном случае сравнима и даже превышает величину θ.

В то же время, можно предполагать, что влияние факторов, указанных в Б.1.2.3, в течение длительного времени остается неизменным, поэтому организация часто проводимого оперативного контроля нецелесообразна. Эффективнее использовать изложенные ниже другие схемы контроля качества испытаний.

Б.1.3.3 Контроль составляющих погрешности θ_P и θ_L может обеспечиваться путем проведения поверки (калибровки) средств измерений, проводимой с периодичностью, указанной в документации на эти средства измерений, т.е. в данном случае будет реализовываться периодический контроль отдельных факторов, влияющих на воспроизводимость результатов испытаний.

Б.1.3.4 Для обеспечения большей надежности результатов испытаний (например, предотвращения случаев использования средств измерений, внезапно вышедших из строя в течение межповерочного интервала) целесообразно ввести и оперативный контроль составляющей погрешности θ_P. Такой контроль будет проводиться ежедневно или перед проведением серии испытаний по упрощенной процедуре. Процедура контроля в основном будет соответствовать процедурам, проводимым при проведении поверки, но будет упрощена, например, достаточно только однократной проверки погрешности задаваемой разрывной машиной нагрузки по образцовому динамометру в точке, близкой к нагрузке $P_{0,2}$, или проверки погрешности микрометра по концевой мере длины в точке, близкой к диаметру образца для испытаний.

Б.1.3.5 Контроль составляющей погрешности θ_F «в чистом виде» организовать невозможно, т.к. невозможно исключить влияние на результаты испытаний составляющих погрешности θ_P и θ_L, а влияние составляющей погрешности σ_{cx} можно только уменьшить путем увеличения числа испытываемых образцов (аналог параллельных определений). Поэтому можно организовать контроль составляющей погрешности θ (Б.2), уменьшив влияние σ_{cx}. При N парах испытываемых образцов критерием контроля воспроизводимости будет условие

$$\left|\overline{X}_1 - \overline{X}_2\right| \langle \sqrt{2\theta^2 + 2(1{,}96 \cdot \sigma_{cx})^2 / N} \ , \qquad (Б.4)$$

где $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ - средние значения по N результатам испытаний, полученных на первой и второй разрывных машинах соответственно.

Очевидно, что для повышения эффективности критерия контроля воспроизводимости (меньшей зависимости величины критерия от ε_{cx}) необходимо увеличивать число параллельных определений (в данном случае – пар испытываемых образцов) при получении результатов $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$. Но частое проведение такого контроля будет нецелесообразно как с технической (см. Б.1.3.2), так и с экономической точки зрения. Поэтому такой контроль целесообразно сделать периодическим, проводимым, например, ежегодно, а также при вводе в эксплуатацию новых разрывных машин, нового программного обеспечения для обработки диаграмм растяжения и т.д.

П р и м е ч а н и е – На практике такой вид контроля качества результатов испытаний часто называют «сравнительными» испытаниями.

Б.1.3.6 Возможна следующая модификация «сравнительных» испытаний. Партия однородных образцов для испытаний готовится заранее и «аттестуется» путем испытаний части образцов в условиях воспроизводимости. Оставшиеся образцы партии («контрольные образцы») могут быть использованы даже для оперативного контроля воспроизводимости.

Б.1.4 Выводы

Б.1.4.1 Таким образом, для рассматриваемой методики рекомендуется следующая схема оперативного и периодического контроля качества испытаний

$$\Delta = \underbrace{\sigma_{cx}} * \underbrace{\theta_P} * \underbrace{\theta_L} * \theta_F, \qquad \text{(Б.5)}$$

Оперативный контроль

Периодический контроль

Б.1.4.2 Возможна (но не предотвращает случаи использования средств измерений, внезапно вышедших из строя в течение межповерочного интервала) схема с проведением периодического контроля составляющих погрешности θ_L и θ_F (Б.1.3.3)

$$\Delta = \underbrace{\sigma_{cx}} * \theta_P * \theta_L * \theta_F, \qquad \text{(Б.6)}$$

Оперативный контроль

Периодический контроль

Б.1.4.3 Не рекомендуется вследствие неэффективности схема с оперативным контролем полной воспроизводимости (Б.1.3.2)

$$\Delta = \underbrace{\sigma_{cx}} * \theta_P * \theta_L * \theta_F, \qquad \text{(Б.7)}$$

Оперативный контроль

Периодический контроль

Б.2 Методика выполнения измерений среднего размера зерна в топливных таблетках

Б.2.1 Краткая суть методики

Установка для измерений включает микроскоп, видеокамеру и устройство ввода изображений в компьютер и программное обеспечение для обработки изображений. Подготовленный (путем шлифовки и травления по специальной методике) металлографический шлиф таблетки кладется на микроскоп. Оператор, в соответствии со схемой контроля выбирает участок шлифа, настраивает микроскоп, регулируя яркость освещения и резкость изображения. Затем изображение с помощью видеокамеры и устройства ввода записывают в память компьютера и обрабатывают по специальной программе. Программу условно можно разделить на две части – Первая часть выделяет зерна, на ее выходе получается бинарное изображение «сетки» границ зерен однопиксельной толщины. Вторая часть вычисляет площадь каждого зерна S, эффективный диаметр D по формуле

$$D = 2\sqrt{\frac{S}{\pi}} \qquad (Б.8)$$

и затем вычисляет средний размер зерна как среднее арифметическое значение эффективного диаметра всех зерен, полностью попавших в поле зрения. Сначала средний размер зерна вычисляется в пикселях, а затем программа умножает его на масштабный коэффициент $К_м$, равный длине стороны пикселя в мкм и получает результат измерения в мкм.

Б.2.2 Факторы, влияющие на погрешность результатов измерений

Б.2.2.1 Субъективизм, квалификация и тщательность выполнения процедур настройки микроскопа оператором, влияние нестабильности освещенности поля зрения (например, из-за колебаний напряжения сети), дискретизация цифрового изображения и другие факторы приводят к случайной составляющей погрешности, характеризующей сходимость результатов испытаний, и описываемой величиной $\sigma_{сх}$.

П р и м е ч а н и е – Для упрощения рассмотрения считается, что метрологические характеристики методики определены на поле зрения фиксированных размеров, определяющихся разрешением видеокамеры и увеличением микроскопа. Если бы метрологические характеристики были определены на всем шлифе, то в рассмотрение пришлось бы включать также погрешности, обусловленные неоднородностью размера зерна по шлифу и субъективизмом оператора при выборе характерного поля зрения.

Б.2.2.2 Различный характер освещенности поля зрения на микроскопах разных типов, различное разрешение и чувствительность видеокамер, различные характеристики аналого-цифрового преобразователя устройств ввода и т.д. приводят к составляющей погрешности θ_m, обусловленной факторами воспроизводимости (аналогично Б.1.2.2, Б.1.2.3).

Б.2.2.3 Наличие на шлифе «неидеальностей», как вследствие особенностей материала топливных таблеток – пор, рельефа, меток травления, так и вследствие отклонений (пусть и в допустимых пределах) от нормированных условий подготовки шлифа - углублений от абразивных частиц, внесенных посторонних примесей, царапин и т.д., приводит к тому, что обрабатывающая программа неправильно строит «сетку» границ зерен, т.е. к систематической составляющей погрешности измерений $\Delta_а$.

Б.2.2.4 Возможно наличие систематической составляющей погрешности измерений $\Delta_б$, обусловленной некорректностью алгоритма обработки бинарной сетки границ зерен. Эта составляющая погрешности должна быть выявлена при аттестации методики путем моделирования

и последующей обработки «искусственных» изображений сетки границ и должна быть исключена или в процессе доработки методики (желательно) или путем введения поправок в результаты измерений. Поэтому для упрощения эта составляющая далее не рассматривается.

Б.2.2.5 Погрешность определения масштабного коэффициента $К_м$, приводит к систематической составляющей погрешности измерений $\Delta_м$. Эта составляющая исключается процедурами установки масштаба, при этом остается значимый неисключенный остаток $\theta_м$.

Б.2.2.6 Составляющую погрешности $\Delta_а$ исключить без доработки (переработки) программного обеспечения нельзя. Поэтому она войдет в погрешность методики. При этом вследствие многообразия «неидеальностей» шлифа (Б.2.2.3) $\Delta_а$ определялась на большой выборке изображений с различными размерами зерен, различной пористости, с разными дефектами. На выбранных изображениях эксперты-металловеды (специалисты ведущей технологической лаборатории) строили «сетку» границ зерен, а затем изображения обрабатывались программным обеспечением аттестуемой методики. Разность результатов, полученных по методике и экспертами, и являлась оценкой составляющей погрешности $\Delta_а$.

Б.2.2.7 Поскольку составляющая погрешности $\Delta_а$ оценивалась для одной конкретной установки (микроскоп, устройство ввода и видеокамера), составляющая погрешности θ_m (Б.2.2.2) включена в нее и модель погрешности методики будет выглядеть следующим образом

$$\Delta = \sigma_{сх} * \theta_м * \Delta_а . \qquad (Б.9)$$

Б.2.3 Организация внутрилабораторного контроля качества измерений

Б.2.3.1 Хотя в рассматриваемой методике не предусмотрено выполнение параллельных определений, рекомендуется проводить оперативный контроль сходимости $\sigma_{сх}$. Суть оперативного контроля следующая: $n \geq 2$ операторов независимо друг от друга, заново настраивают микроскоп и проводят измерения на одном и том же шлифе, не сдвигая его. Обработка результатов – в соответствии с 5.10. Периодичность оперативного контроля назначает разработчик методики, исходя из объема выполняемых измерений, и оценивает эксперт-метролог при аттестации.

Б.2.3.2 Периодичность контроля составляющей погрешности $\theta_м$ зависит от того, какие факторы могут повлиять на изменение масштабного коэффициента $К_м$. На некоторых установках (с нежестким креплением видеокамеры) масштабный коэффициент может значительно измениться при изменении положения видеокамеры. В этом случае необходимо ежесменно проводить оперативный контроль составляющей погрешности $\theta_м$ и во время работы не допускать смещения видеокамеры. Если такого влияния нет, достаточно ежегодно проводить периодический (например, ежегодный) контроль.

Б.2.3.3 Составляющую погрешности $\Delta_а$ фактически нельзя проконтролировать даже периодически, т.к. ее контроль по существу означает переаттестацию методики. Эксперт-метролог, аттестующий методику, вправе ограничить срок действия свидетельства.

Б.2.4 Выводы

Б.2.4.1 Для рассматриваемой методики рекомендуется схема оперативного и периодического контроля качества измерений, показанная формулой (Б.9).

Б.3 Методика выполнения измерений «Кальций металлический. Методика фотометрического определения содержания примеси железа»

Б.3.1 Метод измерений

Б.3.1.1 Метод измерений – фотометрический. Метод основан на поглощении света сложными ионами анализируемого вещества в видимой области спектра.

Б.3.1.2. Навеску кальция металлического растворяют в соляной кислоте, ион железа (III) восстанавливают до иона железа (II) солянокислым гидроксиламином и связывают в комплексное соединение О-фенантролином. Интенсивность окраски раствора, пропорциональную содержанию железа, измеряют на фотоколориметре.

Б.3.2 Факторы, влияющие на погрешность результатов измерений

Б.3.2.1 Локальные неоднородности материала проб, случайные погрешности средств измерений (фотоколориметра, весов), случайные погрешности операторов и т.п., приводят к случайной составляющей погрешности, характеризующей сходимость результатов испытаний. Эта составляющая погрешности описывается наибольшим возможным значением среднего квадратического отклонения $\sigma_{сх}$.

Б.3.2.2 Систематические погрешности средств измерений, образцов для градуировки, использования одного и того же градировочного графика, приводят к погрешности, которая по отношению к измерениям, проводимым в условиях сходимости (один фотоколориметр, одни весы), имеют систематический характер, а по отношению к измерениям, проводимым в условиях воспроизводимости – случайный характер.

Составляющими неисключеннной систематической погрешности, для измерения, выполняемого в условиях сходимости, являются следующие:

- погрешность пробоподготовки ($\theta_н$), включая и систематическую погрешность от весов;
- погрешность образцов для градуировки ($\theta_{ог}$);
- погрешность построения градуировочного графика ($\theta_{гр}$);
- погрешность фотоколориметра ($\theta_{изм}$).

Б.3.2.3 Составляющие погрешности ($\theta_н$, $\theta_{ог}$, $\theta_{гр}$, $\theta_{изм}$) формируют неисключенную систематическую составляющую погрешности методики θ, доверительные границы которой для вероятности P = 0,95 при аттестации вычислялись как

$$\theta = \pm(\theta_н * \theta_{ог} * \theta_{гр} * \theta_{изм.}) \ , \qquad (Б.10)$$

где * - символ суммирования погрешностей, рассматриваемых как случайные величины.

Б.3.2.4 Возможно наличие систематической погрешности, вызванной неучтенными факторами (например, мешающей примесью в пробах материала), значимость которой оценивалась путем постановки специального эксперимента. Результат ее оценки – показатель правильности методики $\theta_с$, величина которого незначима по сравнению с θ.

Б.3.2.5 Погрешность (суммарная) результатов измерений, получаемых по рассматриваемой методике, вычислялась как

$$\Delta = \sigma_{сх} * \theta \qquad (Б.11)$$

Таким образом, в терминах ОСТ 95 10351 (приложение В) и настоящего стандарта суммарная

погрешность обусловлена факторами сходимости и факторами воспроизводимости.

Б.3.3 Организация внутрилабораторного контроля качества измерений

Б.3.3.1 Оперативный контроль сходимости σ_{cx} проводится в соответствии с 5.10 при каждом измерении пробы.

Б.3.3.2 Оперативный контроль точности (погрешности) Δ проводится в соответствии с 5.12. Периодичность его определяется общим числом измерений по МВИ.

Б.3.3.3 Оперативный контроль полной воспроизводимости МВИ затруднен, для этого пришлось бы варьировать факторы (Б.10), и, кроме того, фактически осуществляется косвенным образом, при контроле точности в условиях сходимости.

Б.3.3.4 Оперативный контроль «частичной» воспроизводимости возможен, если есть необходимость в проверке значимости влияния одного из факторов, формирующих погрешность МВИ, но для этого необходимо установление показателя «частичной» воспроизводимости. Например, если есть необходимость проверки качества работы лаборанта, то оценивают показатель «частичной» воспроизводимости в виде СКО группы результатов измерений, выполненных различными лаборантами, после чего пользуются формулами раздела 5.11.

Б.3.4 Выводы

Б.3.4.1 Для рассматриваемой методики рекомендуется схема оперативного и периодического контроля качества измерений в виде сплошного контроля сходимости и периодического контроля точности.

Приложение В (рекомендуемое)

Формы регистрации результатов (ведения журналов) внутреннего оперативного

Т а б л и ц а В.1 - Оперативный контроль сходимости

Наименование объекта контроля; шифр МВИ	Измеряемый параметр (характеристика)	Результат первого измерения, X_1, (ед. величин)	Результат второго измерения, X_2, (ед. величин)	$d_K = \lvert X_1 - X_2 \rvert$, (ед. величин)	Норматив контроля сходимости, $d = Q(P,n) \cdot \sigma_{\tilde{n}\tilde{o}}(\tilde{O})$, (ед. величин)	Заключение о выполнении норматива

Т а б л и ц а В.2 – Оперативный контроль погрешности МВИ с использованием образцов для контроля

Наименование объекта контроля; шифр МВИ	Измеряемый параметр (характеристика)	Аттестованное значение в ОК, *С* (ед. величин)	Результат измерений (средний по числу параллельных, указанному в МВИ), $\overline{X}$, (ед. величин)	$\lvert \overline{X} - C \rvert$, (ед. величин)	Норматив контроля, $K = \Delta$, (ед. величин)	Заключение о выполнении норматива
П р и м е ч а н и е - Δ - значение абсолютной погрешности методики, соответствующее величине *С*.						

Т а б л и ц а В.3 - Оперативный контроль погрешности МВИ с использованием метода добавок

Наименование объекта контроля; шифр МВИ	Измеряемый параметр (характеристика)	Результат измерений пробы (средний по числу параллельных, указанному в МВИ), $\overline{X}$, (ед. величин)	Результат измерений пробы с добавкой $\overline{X}_Д$, (ед. величин)	Значение еличины добавки, *Д*, (ед. величин)	$\lvert \overline{X}_Д - \overline{X} - Д \rvert$ (ед. величин)	Норматив контроля, $K = \sqrt{\Delta^2_{\overline{X}} + \Delta^2_{\overline{X}_Д} + \Delta^2_Д}$ (ед. величин)	Заключение о выполнении норматива

Т а б л и ц а В.4 - Оперативный контроль погрешности МВИ с использованием метода кратного изменения измеряемого параметра

Наименование объекта контроля; шифр МВИ	Измеряемый параметр (характеристика)	Средний результат измерений пробы, $\overline{X}$, (ед. величин)	Средний результат измерений пробы с измененным параметром $\overline{X}'$, (ед. величин)	Кратность изменения R (рекомендуемые значения R - от 1,5 до 3)	$\left\lvert \overline{X} - R \cdot \overline{X}' \right\rvert$, (ед. величин)	Норматив контроля $K = \sqrt{\Delta^2_{\overline{X}} + R^2 \cdot \Delta^2_{\overline{X}'}}$ (ед. величин)	Заключение о выполнении норматива

Т а б л и ц а В.5 - Оперативный контроль погрешности МВИ с использованием метода разбавления в сочетании с методом добавок

Наименование объекта контроля; шифр МВИ	Измеряемый параметр (характеристика)	Средний результат измерений пробы, $\overline{X}$, (ед. величин)	Средний результат измерений разбавленной пробы $\overline{X}'$, (ед. величин)	Кратность разбавления R (рекомендуемые значения R - от 1,5 до 3)	Значение величины добавки, $Д$, (ед. величин)	Средний результат измерений разбавленной пробы с добавкой $\overline{X}''$ (ед. величин)	$\left\lvert \overline{\tilde{O}}' + (R-1) \cdot \overline{\tilde{O}} - \overline{\tilde{O}} - \right.$ (ед. величин)	Норматив контроля $K =$ $\sqrt{\Delta^2_{\overline{\tilde{O}}'} + (R-1)^2 \Delta^2_{\overline{\tilde{O}}} + \Delta}$ (ед. величин)	Заключение

Т а б л и ц а В.6 - Оперативный контроль воспроизводимости МВИ

Наименование объекта контроля; шифр МВИ	Измеряемый параметр (характеристика)	Средний результат измерений, (ед. величин)						$D_K = \left\lvert \overline{X}_1 - \overline{X}_2 \right\rvert$, (ед. величин)	Норматив контроля $D = Q(P,2) \cdot \sigma_в$, (ед. величин)	Заключение о выполнении норматива
		ата	первичных, $\overline{X}_1$	исполнитель	ата	повторных, $\overline{X}_2$	исполнитель			

Т а б л и ц а В.7 - Статистический контроль измерений по количественному признаку с использованием образцов для контроля

Наименование объекта контроля; шифр МВИ	Измеряемый параметр (характеристика)	Результаты измерений, $\overline{X}_i$, (ед. величин) L штук	Среднее значение $\overline{\overline{X}} = \frac{1}{L} \cdot \sum_{i=1}^{L} \overline{X}_i$ (ед. величин)	Аттестованное значение в ОК, (ед. величин)	Среднее квадратическое отклонение результатов измерений, $S_{\overline{X}_i} = \sqrt{\frac{1}{L-1} \cdot \sum \left(\overline{X}_i - \overline{\overline{X}}\right)^2}$ (ед. величин)	Норматив статистического контроля воспроизводимости $К_В$, (ед. величин)	Отклонение среднего результата измерений от аттестованного значения, $W = \left\lvert \overline{\overline{X}} - C \right\rvert$	Норматив контроля правильности, $K_П$	Заключение о выполнении норматива

Т а б л и ц а В.8 - Статистический контроль правильности измерений по количественному признаку с использованием метода добавок

Наименование объекта контроля; шифр МВИ	Измеряемый параметр (характеристика)	Результаты измерений в пробе, $\overline{X}_i$, (ед. величин), L штук	Результат измерений в пробе с добавкой $\overline{X}_{\ddot{A}_i}$, (ед. величин), L штук	Значение добавки, $Д_i$, (ед. величин), L штук	Значение $b_i = \frac{\overline{O}_{\ddot{A}_i} - \overline{O}_i}{\ddot{A}_i} - 1$ L штук	Значение $\overline{b} = \frac{1}{L} \sum_{i=1}^{L} b_i$	Значение $W = \left\lvert \overline{b} - \theta_c(\delta) \right\rvert$	Норматив контроля правильности, ε_b	Заключение о выполнении норматива

Т а б л и ц а В.9 - Статистический контроль правильности измерений по количественному признаку с использованием метода кратного изменения измеряемого параметра

Наименование объекта контроля; шифр МВИ	Измеряемый параметр (характеристика)	Результаты измерений пробы, $\overline{X}_i$, (ед. величин), L штук	Результаты измерений пробы с измененным параметром $\overline{O}'_i$, (ед. величин), L штук	Кратность изменения R (рекомендуемые значения R - от 1,5 до 3)	Значение $\grave{a}_i = \left\lvert R \cdot \overline{X}'_i - \overline{X}_i \right\rvert$ L штук	Значение $\overline{a} = \frac{1}{L} \sum_{i=1}^{L} a_i$	Значение $W = \left\lvert \overline{a} - \theta_c(\Delta) \right\rvert$	Норматив контроля правильности, $\varepsilon_{\grave{a}}$	Заключение о выполнении норматива

Приложение Г
(рекомендуемое)

Формы таблиц для построения контрольных карт

Т а б л и ц а Г.1 - Данные для построения контрольной карты для контроля стабильности сходимости результатов параллельных определений

Объект _____
Анализируемый компонент _____
Методика анализа _____
Единица измерения _____
Период заполнения контрольной карты _____
Граница предупреждения _____$d_{пр}$_____
Граница действия _____$d_{д}$_____
Средняя линия _____$d_{ср}$_____

Номер контрольной процедуры	Результаты параллельных определений			Результат контрольной процедуры, d_k	Выводы о несоответствии результата контрольной процедуры границе действия или предупреждения*
	результат 1-го определения, X_1	…	результат *n*-го определения, X_n		

* Указывают в виде:
- «предупреждение» - в случае соответствия результата контрольной процедуры признакам предупреждения;
- «действие» - в случае соответствия результата контрольной процедуры признакам действия;
- «стабилен» - в случае, если нет признаков предупреждения или действия.

Т а б л и ц а Г.2 – Данные для построения контрольной карты для контроля стабильности внутрилабораторной воспроизводимости или частичной воспроизводимости

Объект_____
Анализируемый компонент_____
Методика анализа_____
Единица измерения_____
Период заполнения контрольной карты_____
Граница предупреждения__$D_{пр}$_____
Граница действия_____$D_{д}$_____
Средняя линия_____$D_{ср}$

Номер контрольной процедуры	Результаты контрольных измерений одной пробы		Результат контрольной процедуры, D_k	Выводы о признаке нестабильности: предупреждающий или контрольный*
	первичного, X_1	повторного, X_2		

* Указывают в виде:
- «предупреждение» - в случае соответствия результата контрольной процедуры признакам предупреждения;
- «действие» - в случае соответствия результата контрольной процедуры признакам действия;
- «стабилен» - в случае, если нет признаков предупреждения или действия.

Т а б л и ц а Г.3 – Данные для построения контрольной карты для контроля погрешности результатов анализа с использованием образцов для контроля

Объект_____
Анализируемый компонент_____
Методика измерений_____
Единица измерения_____
Период заполнения контрольной карты_____
Границы предупреждения__$К_{пр,н}$,_$К_{пр,в}$_____
Границы действия__$К_{д,н}$,_$К_{д,в}$_____
Средняя линия__$К_{ср}$_____
Аттестованное значение образца для контроля__С_____

Номер контрольной процедуры	Результат контрольного измерения, $\overline{X}$	Результат контрольной процедуры, $К_к$	Выводы о несоответствии результата контрольной процедуры границе действия или предупреждения*

* Указывают в виде:
- «предупреждение» - в случае соответствия результата контрольной процедуры признакам предупреждения;
- «действие» - в случае соответствия результата контрольной процедуры признакам действия;
- «стабилен» - в случае, если нет признаков предупреждения или действия.

Т а б л и ц а Г.4 – Данные для построения контрольной карты для контроля стабильности погрешности результатов анализа с использованием метода добавок

Объект_____
Анализируемый компонент_____
Методика анализа_____
Единица измерения_____
Период заполнения контрольной карты_____
Границы предупреждения__$К_{пр,н}$,__$К_{пр,в}$_____
Границы действия__$К_{д,н}$,__$К_{д,в}$_____
Средняя линия__$К_{ср}$_____
Величина добавки___С_____

Номер контрольной процедуры	Результаты контрольных измерений		Результат контрольной процедуры, $К_к$	Выводы о несоответствии результата контрольной процедуры границе действия или предупреждения*
	пробы с добавкой, $\overline{X}$	рабочей пробы, $\overline{X}$		

* Указывают в виде:
- «предупреждение» - в случае соответствия результата контрольной процедуры признакам предупреждения;
- «действие» - в случае соответствия результата контрольной процедуры признакам действия;
- «стабилен» - в случае, если нет признаков предупреждения или действия.

Библиография

[1] МИ 2335-2003 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

Приложение Г
(справочное)

СТАНДАРТ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»
СТО 95 10460

Порядок определения и установления норм на контролируемые параметры и норм точности. Согласование норм точности

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает правила назначения норм (допусков) на контролируемые параметры (характеристики), норм точности измерений и достоверности контроля параметров, согласования фактических значений погрешности измерений и контроля с установленными нормами, введения приемочных значений.

1.2 Настоящий стандарт распространяется на измерения и контроль параметров (характеристик) сырья, полуфабрикатов, веществ, материалов, изделий (далее - продукции), оборудования, технологических процессов, окружающей среды, объектов промышленной санитарии и охраны труда в процессе контроля качества, производства, выпуска и приемки продукции, ведении технологического процесса.

1.3 Настоящий стандарт не распространяется на правила назначения норм (допусков) на линейные и угловые размеры, а также норм точности измерений и достоверности контроля линейных размеров, если их измерения проводятся универсальными средствами измерений и погрешность контроля показателя качества (приложение А) соответствует ГОСТ 8.051.

1.4 Нормы точности при дозиметрическом и радиационном контроле должны устанавливаться с учетом требований МИ 2453 [1].

1.5 Настоящий стандарт может использоваться при назначении норм (допусков), норм точности измерений и достоверности контроля параметров уже установленных в нормативной документации, в т.ч. линейных и угловых размеров по ГОСТ 8.051, при дозиметрическом и радиационном контроле по МИ 2453, в части введения приемочных значений (контрольных допусков).

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 50779.50-95 Статистические методы. Приемочный контроль качества по количественному признаку. Общие требования.

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

СТ СЭВ 543-77 Числа. Правила записи и округления.

ОСТ 95 10351-2001 ОСОЕИ. Методики измерений. Основные положения.

ОСТ 95 10398-2000 ОСОЕИ. Оценка состояния измерений в измерительных и испытательных лабораториях.

3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Объект измерений или контроля: образец продукции, проба, параметр процесса, изделие и т.д., объект, характеристики (параметры) которого подлежат измерению или контролю.

3.2 Партия продукции: совокупность единиц продукции одного наименования и обозначения, типономинала или типоразмера и исполнения.

3.3 Выборка: совокупность единиц продукции (изделий), отобранных для контроля из партии продукции.

3.4 Проба: часть анализируемого объекта, отобранная для проведения измерений (анализа, испытаний, контроля).

3.5 Представительная выборка (проба): выборка (проба), которая в достаточной степени отражает свойства контролируемой партии продукции.

3.6 Сплошной контроль: контроль каждой единицы продукции в партии.

3.7 Выборочный контроль: контроль одной или нескольких проб (образцов) или выборок от партии продукции.

3.8 Методика (метод, method) измерений (МВИ) - совокупность операций, правил и требований, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с известными характеристиками погрешности (ОСТ 95 10351).

3.9 Методика измерительного контроля (МВИк): вид МВИ, обеспечива-ющей получение результатов измерительного контроля с известными характе-истиками погрешности или показателями достоверности (ОСТ 95 10351).

3.10 Приемочные значения: значения, с которыми при выходном контроле (на предприятии-изготовителе) сравнивается результат измерения (измеритель-ного преобразования). Иначе приемочные значения называют границами поля контрольного допуска G_γ (ОСТ 95 10351) или приемочными границами.

4 Общие положения

4.1 В разрабатываемой нормативной и технической документации (государственных стандартах, отраслевых стандартах, стандартах предприятия, технологическом процессе, технологической инструкции, технических условиях, чертежах, технических заданиях, проектной и эксплуатационной документации), регламентирующей требования к параметрам или характеристикам (далее - параметрам) объектов контроля и измерений и содержащей числовые значения норм

этих параметров, должны быть приведены также нормы точности измерений (испытаний) или достоверности контроля этих параметров. Если в разработанных документах содержатся числовые значения норм параметров, а нормы точности измерений, испытаний или достоверности контроля этих параметров не приведены, для целей адекватности погрешности контроля установленным нормам требуется разработка отдельного документа, регламентирующего нормы точности. Разработка такого документа должна осуществляться с использованием настоящего стандарта силами разработчика норм контролируемых параметров.

Допускается не приводить нормы требуемой точности измерений (испытаний) или достоверности контроля в документации на продукцию, если:

- в разделе «Правила приемки» указано, что приемка производится в соответствии с настоящим стандартом;

или

- требуемая точность (норма точности) и гарантированная точность (т.е. точность, характеризуемая установленной погрешностью контроля параметра) согласованы в соответствии с разделом 7 (7.1) настоящего стандарта.

4.2 Значения норм (предельно допустимых значений) контролируемых и измеряемых параметров приводят в разделе «Технические требования» (или аналогичном) нормативных документов (НД) – стандартов и технических условий и т.п., (на продукцию, выпускаемую серийно, а также на опытные партии) или в требованиях к параметрам технологического процесса.

4.3 Нормы точности приводят в разделе «Методы контроля» (или «Технические требования» или аналогичном) НД на продукцию или в требованиях к параметрам технологического процесса, с учетом технико-экономических требований к объекту контроля и измерений, определяющих его свойства, эффективность применения, технических возможностей изготовления продукции и контроля и измерения параметров продукции и процессов.

4.4 Согласование нормы требуемой точности и гарантируемой точности (далее – согласование норм точности) и, в случае необходимости, введение приемочных значений, проводят на стадиях разработки рабочей и технологической документации. Приемочные значения (в случае необходимости их установления) указывают в технологической документации предприятия-изготовителя. Допускается указывать приемочные значения в разделе «Правила приемки» (или аналогичном) НД на продукцию. Для МВИ, в которых решение о результате контроля принимается автоматизированным средством контроля, допускается указывать приемочные значения в разделе «Показатели точности измерений» («Показатели достоверности контроля») документа, регламентирующего МВИ.

4.5 Для действующих НД на продукцию факт согласования норм точности проверяют в ходе оценки состояния измерений по ОСТ 95 10398.

5 Назначение норм на контролируемые параметры

5.1 Перечень контролируемых параметров объектов, нормы этих параметров G и нормы точности измерений при их контроле должны быть отражены в НД, регламентирующей технические требования к параметрам объектов контроля и измерений.

В НД приводят предельно допускаемое значение G параметра, при котором еще возможно использование данной продукции по назначению или соблюдение критериев (параметров) обеспечения безопасности и эксплуатационных режимов технологического процесса.

5.2 Основанием для перечня контролируемых параметров и их норм являются:

- установленные зависимости потребительских свойств продукции от значений этих параметров (теоретическое или экспериментальное обоснование);
- установленное влияние параметра на управление (ведение) технологическим процессом и обеспечение безопасности;
- анализ технических возможностей и экономической эффективности (технико-экономическое обоснование);
- требования законодательства (юридическое обоснование) или соглашение всех заинтересованных сторон.

5.2.1 При теоретическом обосновании нормы параметров продукции или рабочие и предельно допустимые значения параметров технологических процессов устанавливают на основе расчетов зависимости потребительских свойств продукции или критериев (параметров) обеспечения безопасности и эксплуатационных режимов технологического процесса от значений каждого параметра.

5.2.2 При экспериментальном обосновании нормы параметров продукции G устанавливают на основе экспериментальных зависимостей потребительских свойств продукции от значений каждого параметра с привлечением методов математической статистики.

5.2.3 При экономическом обосновании нормы параметров G устанавливают путем соотношения затрат, необходимых для производства и контроля продукции или ведения технологического процесса, повышения уровня безопасности в условиях более жесткой нормы и возможного экономического выигрыша от улучшения потребительских свойств продукции, более точных данных о параметрах технологического процесса или критериев безопасности при ужесточении нормы.

5.2.4 При юридическом обосновании нормы параметров продукции G устанавливают в соответствии с требованиями государственных нормативных документов по охране окружающей среды, охране здоровья населения , ядерной, радиационной, пожарной, промышленной безопасности и т.д.

5.2.5 При отсутствии теоретического, экспериментального, экономичес-кого или юридического обоснования перечень регламентируемых параметров и их нормы устанавливают соглашением всех заинтересованных сторон.

5.3 Норму параметра приводят в виде одностороннего или двустороннего допуска.

5.3.1 При двустороннем допуске норма может быть задана в виде пределов (границ поля допуска) «от...до»:

1) нижняя ^{н}G и верхняя ^{в}G границы поля допуска,

2) в виде заданного номинального значения $\underline{G}$ с указанием допускаемых отклонений - симметричных: $(\underline{G}\pm\Delta_G)$,

или несимметричных: $(\underline{G})^{+\Delta G_В}_{-\Delta G_Н}$.

5.3.2 При одностороннем допуске норма может быть задана в виде предела:

1) для нижней границы: «не менее ^{н}G»,

2) для верхней границы: «не более ^{в}G».

5.4 При задании двустороннего допуска значения верхней и нижней границ поля допуска должны оканчиваться цифрой в одном разряде. Примеры правильной и недопустимой форм записи приведены в таблице 1.

Таблица 1

Правильная форма записи	Недопустимая форма записи
От 2,0 до 2,6	от 2,0 до 2,60
(2,3±0,3)	(2,3±0,30)
$(2{,}0^{+0{,}6})$	$(2{,}0^{+0{,}60})$
$(2{,}0^{+0{,}5}_{-0{,}3})$	$(2{,}0^{+0{,}50}_{-0{,}3})$

5.5 Недопустимо в числовом значении нормы указывать точность ее задания.

Пример - Не имеет смысла запись «не менее (87,5±0,1)%».

5.6 При указании в НД требований к нескольким маркам продукции, отличающимся различными значениями параметров продукции (например, содержания какого-либо компонента), указание одностороннего допуска возможно только для крайних марок. Для остальных марок обязательно указывать двусторонний допуск. Примеры правильной и недопустимой форм записи приведены в таблице 2.

Таблица 2

Правильная форма записи	Недопустимая форма записи
Марка 1 - не менее 95,5 %	

Марка 2 - от 92,5 до 95,5 %	Марка 2 - не менее 92,5 %
Марка 3 - от 89,4 до 92,5 %	Марка 3 - не менее 89,4 %

5.7 В тех случаях, когда норма выражена целым числом, в котором последние цифры нули, следует указать, какие из них значащие.

Пример - Следует записать:

- не более 200 мг/дм^3, если значимость в младшем разряде,

- не более $20 \cdot 10^1$ мг/дм^3, если значимость во втором разряде,

- не более $2 \cdot 10^2$ мг/дм^3, если значимость в старшем разряде.

5.8 Числовые значения норм должны оканчиваться цифрой того же, или старшего разряда, чем значения характеристик погрешности измерений.

Примеры правильной и недопустимой форм записи значения нормы для погрешности измерений, равной Δ=0,06 г/см^3, приведены в таблице 3.

Таблица 3

Правильная форма записи	Недопустимая форма записи
От 10,4 до 10,7 г/см^3	От 10,400 до 10,700 г/см^3
От 10,40 до 10,70 г/см^3	

6 Назначение норм точности

6.1 Норма точности

6.1.1 Норма точности представляет собой максимально допустимое значение погрешности измерения или контроля параметра - $\Delta_т$, или максимально допустимое значение наибольшей вероятности ошибочного признания годным в действительности дефектного образца или выхода параметра за установленные нормы при отсутствии сигнализации об этом - $P_{baMт}$, или максимально допустимое значение наибольшей вероятности наличия сигнализации о выходе параметра за установленные нормы при действительном нахождении параметра в установленных нормах (ложное срабатывание) – $P_{grMт}$.

6.1.2 Определения терминов «погрешность контроля» и «наибольшая вероятность ошибочного признания годным в действительности дефектного образца» и связанных с ними понятий приведены в приложении А.

6.1.3 Для параметров продукции, контроль которых ведется с применением МВИк по ОСТ 95 10351, норму точности устанавливают в виде $P_{baMт}$. Значение $P_{baMт}$ не должно превышать 0,05.

6.1.4 Для остальных МВИ норму точности, как правило, устанавливают в виде $\Delta_т$ с указанием доверительной вероятности Р. Возможно устанавливать норму точности и в виде $P_{baMт}$, что целесообразно в тех случаях, когда имеется возможность использования нескольких МВИ, имеющих различные характеристики погрешности.

6.2 Обоснование норм точности

6.2.1 При установлении норм точности используют техническое, экономическое, юридическое и/или метрологическое обоснование.

6.2.2 При техническом обосновании норм точности используют фактические данные о зависимости потребительских свойств продукции или критериев (параметров) обеспечения безопасности и эксплуатационных режимов технологического процесса от значений контролируемых параметров и функционального назначения параметра при ведении технологического процесса по ряду критериев (обеспечение безопасности, предоставление информации оператору, регистрация/архивирование, формирование команд управления, уставок срабатывания защит, сигнализации) с учетом вероятностей неверного отнесения при контроле параметра.

6.2.3 Экономическое обоснование норм точности выполняют путем соотношения затрат на уменьшение фактического значения погрешности измерений и вызванного этим удорожания продукции или ведения технологического процесса с экономическим выигрышем за счет повышения точности. В результате сравнения находят то оптимальное значение нормы точности, при котором экономический выигрыш компенсирует затраты на повышение точности измерений и связанное с ним удорожание продукции.

6.2.4 При юридическом обосновании нормы точности устанавливают в соответствии с требованиями государственных нормативных документов по охране окружающей среды, охране здоровья населения, ядерной, радиационной, пожарной, промышленной безопасности и т.д.

6.2.5 Метрологическое обоснование норм точности проводят с использованием данных о числовых значениях характеристик погрешности измерений и экспериментальных данных о неоднородности контролируемых или измеряемых параметров, а также сведений о нормированной точности примененных в проектах технических решениях (внедренных в проект средствах измерений), наличия установленных в НД требований к точности измерительных компонентов, точности параметров обеспечения безопасности и эксплуатационных режимов технологического процесса, точности измерений величин, влияющих на точность измерения или контроля параметра.

6.3 Правила представления норм точности

6.3.1 Числовые значения нормы точности измерений (испытаний) и

достоверности контроля представляют в виде границ погрешности контроля параметра $\Delta_т$ для заранее заданной доверительной вероятности P (как правило, P=0,95) или в виде наибольшей вероятности ошибочного признания годным в действительности дефектного объекта или выхода параметра за установленные нормы при отсутствии сигнализации (не срабатывании уставки и т.п.) об этом - $P_{baMт}$, или наличие сигнализации о выходе параметра за установленные нормы (срабатывании уставки и т.п.) при действительном нахождении параметра в установленных нормах (ложное срабатывание) – $P_{grMт}$

6.3.2 Правила представления норм точности аналогичны правилам представления характеристики суммарной погрешности МВИ Δ и характеристики МВИк P_{baM} в соответствии с ОСТ 95 10351 (раздел 5).

6.3.3 Если в НД нормы точности не указаны, то «по умолчанию» считают, что $\Delta_т$ = 0,6r, но не более 0,12D; или $P_{baMт}$ = 0,05.

Здесь r - цена единицы последнего разряда в значении нормы контролируемого параметра,

D - разность между верхней и нижней границами поля двустороннего допуска, или значение границы одностороннего допуска.

Вычисленное значение нормы точности $\Delta_т$ округляют в соответствии со следующим правилом. Округленное значение нормы точности должно состоять из одной или двух значащих цифр. Если первая значащая цифра 1 или 2, то должна присутствовать и вторая значащая цифра от 0 до 9, например, 0,20 %, 0,0014 мм. Если первая значащая цифра 3 или 4, то должна присутствовать и вторая значащая цифра - 0 или 5, например, 0,35 %, 0,0040 мм. Если первая значащая цифра больше 4, то вторая значащая цифра должна отсутствовать, например, 0,5 %, 6 мг/дм^3.

Примеры расчета норм точности, заданных «по умолчанию», приведены в таблице 4.

Примечание – Данное правило округления отличается от приведенного в ОСТ 95 10351 (раздел 5, 5.5.5) тем, что округление осуществляется по обычным правилам, а не в большую сторону. Например, 0,31 г/см^3 ≈ 0,30 г/см^3.

Таблица 4 - Примеры расчета норм точности, заданных «по умолчанию».

Значения норм параметров	D	0,12D	0,6r	Значения норм точности
от 10,2 до 10,8	0,6	0,072	0,06	0,06
от 10,2 до 10,7	0,5	0,06	0,06	0,06
от 10,2 до 10,6	0,4	0,048	0,06	0,05
от 10,2 до 10,5	0,3	0,036	0,06	0,035
от 10,2 до 10,4	0,2	0,024	0,06	0,024
от 10,2 до 10,3	0,1	0,012	0,06	0,012
не более 1·10	10	1,2	6	1,2
не более 0,1	0,1	0,012	0,06	0,012
не более 2	2	0,24	0,6	0,24

не более 10	10	1,2	0,6	0,6
не более 10,0	10	1,2	0,06	0,06
не менее 100	100	12	0,6	0,6
не менее $10 \cdot 10^1$	100	12	6	6
не менее $1{,}0 \cdot 10^2$	100	12	6	6
не менее $1 \cdot 10^2$	100	12	60	12

Примечание - исключением является случай, когда контролируемый параметр в принципе не может превышать 100 %.

Пример - При норме «массовая доля основного вещества не менее 98%» норма точности равна Δ_m = 0,12·(100 % - 98 %) = 0,24 %, а не Δ_m = 0,6·1% = 0,6 %.

7 Назначение приемочных значений

7.1 Фактическое значение погрешности контроля параметра $\Delta_к$ (показателей достоверности $P_{baMк}$ и $P_{grMк}$) согласовано с установленной нормой, если выполняется условие

$$\Delta_к \le \Delta_т , \qquad (1)$$

или

$$P_{baMк} \le P_{baMт} , \; P_{grMк} \le P_{grMт}. \qquad (2)$$

7.2 Основные требования к расчету фактического значения погрешности контроля параметра $\Delta_к$ и фактического значения показателя достоверности контроля $P_{baMк}$ приведены в приложении А.

7.3 В случае несогласования фактического значения погрешности контроля параметра $\Delta_к$ с установленными нормами по 7.1 разработчик НД, в котором установлены требования к норме параметра, вводит внутренний допуск в виде приемочных значений.

Допускается не устанавливать внутренний допуск в виде приемочных значений по согласованию с разработчиком НД; в этом случае в документации должна быть запись: «приемочные значения совпадают с нормой»

7.4 Приемочные значения также вводят (даже при согласовании фактических значений погрешности контроля с установленными нормами) в случаях:

а) контроля продукции с целью отнесения ее к определенной марке;

б) непрерывного контроля распределенных параметров;

в) применения МВИк альтернативного типа по ОСТ 95 10351.

7.5 Приемочные значения G_γ вычисляют по формулам

$$^{в}G_\gamma = {}^{в}G - Z \qquad (3)$$

для верхней границы поля допуска,

$$^{н}G_\gamma = {}^{н}G + Z \qquad (4)$$

для нижней границы поля допуска.

Значение величины Z (смещения приемочных границ)

$$Z = k_z \cdot \Delta_к \qquad (5)$$

зависит от вида распределения погрешности контроля параметра $\Delta_к$, доверительной вероятности P, с которой она определена и требуемого значения $P_{baMт}$. В случае нормального распределения, P = 0,95 и $P_{baMт}$ = 0,05 коэффициент k_z равен 0,84. В общем случае приемочные значения определяют по [2] (приложение 7).

При расчете приемочных значений значение погрешности контроля параметра $\Delta_к$ необходимо брать в точке $X = G_\gamma$.

7.6 Приемочные значения округляют в соответствии со СТ СЭВ 543 так, чтобы они оканчивались цифрой того же разряда, что и значения погрешности контроля параметра.

Пример - Пусть P_{baMm} = 0,05, норма - от ^{н}G = 0,3 % до ^{в}G = 0,7 %.

а) Погрешность контроля параметра, представленная в абсолютной форме, равна $\Delta_к$ = 0,10 %, P = 0,95. Тогда приемочные значения будут равны

$$^{в}G_\gamma = 0{,}7\ \% - 0{,}84 \cdot 0{,}10\ \% \approx 0{,}62\ \%;$$

$$^{н}G_\gamma = 0{,}3\ \% + 0{,}84 \cdot 0{,}10\ \% \approx 0{,}38\ \%.$$

б) Погрешность контроля параметра, представленная в относительной форме, равна $\delta_к$=20 %, P = 0,95, т.е. $\Delta_к = 0{,}2 \cdot X$, % абсолютных (X – результат измерения). Тогда для нахождения приемочных значений надо решить уравнения

$$^{в}G_\gamma = {}^{в}G - 0{,}84 \cdot 0{,}2 \cdot {}^{в}G_\gamma,$$

$$^{н}G_\gamma = {}^{н}G + 0{,}84 \cdot 0{,}2 \cdot {}^{н}G_\gamma$$

относительно $^{в}G_\gamma$ и $^{н}G_\gamma$ соответственно. Решая уравнения, находим $^{в}G_\gamma$ = 0,60 %, $^{н}G_\gamma$ = 0,36 %.

8 Правила приемки продукции

8.1 Если введены приемочные значения, то при производственном и приемочном контроле продукции на предприятии-изготовителе для решения вопроса о годности продукции результат измерения X сравнивают с приемочным значением.

Продукция считается годной, если

- $^{н}G_\gamma \le X \le {}^{в}G_\gamma$ - при двустороннем допуске;
- $X \le {}^{в}G_\gamma$ - при одностороннем допуске «не более»;
- $X \ge {}^{н}G_\gamma$ - при одностороннем допуске «не менее».

8.2 При входном контроле продукции, проводимом на предприятии-потребителе или организацией, уполномоченной предприятием-потребителем (контрольно-приемочной инспекцией, представителем Заказчика и т.п., далее - предприятие-потребитель), результат измерений X сравнивают со значением нормы. Продукция считается годной, если

- $^{н}G \le X \le {}^{в}G$ - при двустороннем допуске ;
- $X \le {}^{в}G$ - при одностороннем допуске «не более»;
- $X \ge {}^{н}G$ - при одностороннем допуске «не менее».

8.3 Если приемочные значения не введены (при условии согласования норм точности, за исключением случаев 7.4), при контроле продукции и на предприятии-изготовителе и на предприятии-потребителе приемка проводится по норме (8.2).

8.4 При контроле продукции на предприятии-изготовителе допускается округлять результаты измерений так, чтобы наименьшие разряды числовых значений результатов измерений были такими же, как наименьшие разряды числовых значений абсолютной погрешности контроля показателя качества.

8.5 При контроле продукции на предприятии-потребителе результаты измерений округляют так, чтобы наименьшие разряды числовых значений результатов измерений были такими же, как наименьшие разряды числовых значений нормы.

Примечание - Это положение не относится к случаю непрерывного контроля распределенных параметров.

8.6 Если при контроле, имеющем целью отнесение продукции к той или иной марке, получен результат X, находящийся между границами приемочных значений соседних марок, продукцию относят к более низкой по качеству марке.

8.7 В случае, если результат измерения X при контроле на предприятии-изготовителе находится между G и G_{γ}, то для окончательного решения о годности продукции (или отнесении продукции к той или иной марке) с целью уменьшения погрешности контроля показателя качества могут быть проведены дополнительные измерения.

8.7.1 Если используемая при контроле МВИ допускает проведение параллельных определений, может быть проведено дополнительное количество параллельных определений.

8.7.2 Если для продукции характерна значительная неоднородность, а целью контроля является контроль среднего значения параметра по партии, может быть проведен дополнительный отбор и измерения проб (образцов).

8.8 Правила сопоставления результатов контроля продукции на предприятии-изготовителе и предприятии-потребителе приведены в приложении Б.

Приложение А
(обязательное)

Определение погрешности контроля параметра и показателей достоверности контроля

А1 Погрешность контроля параметра

А1.1 Понятие погрешности контроля параметра (продукции) связано с характером неоднородности контролируемого параметра в продукции, целями контроля, особенностями МВИ, применяемой для контроля продукции и выбранным планом контроля партии продукции.

А1.2 Характер неоднородности контролируемого параметра в продукции может быть различным:

а) может быть неоднородна (или однородна) отдельная единица продукции;

б) могут быть неоднородны различные единицы продукции по отношению друг к другу;

в) продукция может быть нештучной, т.е. вся партия может состоять из одной единицы (однородной или неоднородной), например, партией является определенная масса порошка диоксида урана.

А1.3 В зависимости от характера неоднородности отдельных единиц продукции и (или) от схемы его измерения контролируемый параметр может рассматриваться как однозначный или как распределенный.

А1.3.1 Для однозначного параметра отсутствует понятие неоднородности единицы продукции. Однозначный параметр описывается одним значением, которое полностью характеризует свойство (состав) отдельной единицы продукции.

Примеры - Масса металлической заготовки; плотность топливной таблетки, измеряемая гидростатическим методом.

А1.3.2 Для распределенного параметра характерно измерение только части единицы продукции. Для распределенного параметра неоднородность единицы продукции влияет на погрешность контроля показателя качества и существует понятие представительности контроля единицы продукции, в частности, понятие представительности пробы или выборки проб. МВИ распределенного параметра должна включать схему контроля единицы продукции или схему отбора проб.

Примеры:

а) плотность топливной таблетки, измеряемая гамма-абсорбционным методом; поскольку гамма-излучение проходит только через часть таблетки, неравноплотность таблетки влияет на погрешность контроля параметра;

б) полная удельная поверхность порошка диоксида урана; поскольку для измерений отбирается ограниченное количество проб, неоднородность порошка влияет на погрешность контроля показателя качества;

в) толщина стенки трубы, диаметр твэла; поскольку эти параметры измеряются в ограниченном количестве точек;

г) характеристики механических свойств образцов, отобранных от металлических труб.

А1.4 В зависимости от характера неоднородности контролируемого параметра могут быть разные цели контроля и, соответственно, разными способами установлены требования к продукции.

А1.4.1 Цель контроля – обеспечение требований к однозначному параметру. Норму устанавливают по 5.3 в виде одностороннего или двустороннего допуска.

А1.4.2 Цель контроля – обеспечение требуемого значения интегральной характеристики

распределенного параметра, как правило, его среднего значения. Норму интегральной характеристики устанавливают в виде одностороннего или двустороннего допуска.

А1.4.3 Цель контроля – обеспечение требуемой однородности распределенного параметра в единице продукции. Норму устанавливают в виде верхней ^{в}G границы поля допуска для среднего квадратического отклонения (СКО) или размаха (разности между максимальным и минимальным значением), характеризующих неоднородность параметра в единице продукции.

А1.4.4 Цель контроля единицы продукции – обеспечение требований к распределению контролируемого параметра в единице продукции. Норму устанавливают:

а) в виде совокупности требования к среднему значению по А1.4.2 и требования по А1.4.3;

б) в виде одностороннего или двустороннего допуска для всех или для заданной доли значений параметра в единице продукции, попадающих в заданный допуском интервал.

Пример - К полной удельной поверхности порошка диоксида урана могут быть установлены требования:

а) к среднему по партии значению (А1.4.2) в виде нормы: «Среднее значение полной удельной поверхности партии порошка диоксида урана – от 6,5 до 7,0 см^2/г»;

б) к среднему квадратическому отклонению неоднородности полной удельной поверхности партии порошка (А1.4.3) в виде нормы: «Среднее квадратическое отклонение неоднородности полной удельной поверхности партии порошка диоксида урана не более 0,10 см^2/г».;

в) к максимальному и минимальному по партии значениям полной удельной поверхности (А1.4.4) в виде нормы: «Полная удельная поверхность любой части партии порошка диоксида урана – от 6,2 до 7,5 см^2/г».

А1.5 Контроль единиц продукции может быть сплошным или выборочным. В случае выборочного контроля имеет смысл понятие представительности выборки единиц продукции. В случае выборочного контроля в нормативной документации на продукцию должен быть описан план контроля, включающий схему отбора единиц, образцов или проб.

А1.6 Погрешность контроля параметра в общем случае может быть представлена в виде

$$\Delta_к = \varepsilon_и * \Theta * \varepsilon_н = \varepsilon_и * \Theta * \varepsilon_{не} * \varepsilon_{нп} , \qquad (А.1)$$

где $\varepsilon_и$ - случайная составляющая погрешности измерений без учета влияния неоднородности продукции,

Θ - неисключенная систематическая составляющая погрешности измерений;

$\varepsilon_н$ - погрешность от неоднородности контролируемого параметра (характеристики) в партии продукции, влияющая на результаты приемки продукции, которая в общем случае может быть разделена на две составляющие:

$\varepsilon_{не}$ - погрешность от неоднородности отдельных единиц продукции;

$\varepsilon_{нп}$ - погрешность от неоднородности единиц продукции по отношению друг к другу;

* - символ суммирования погрешностей (сложения распределений случайных величин).

Примечание – В методиках количественного химического анализа погрешность от неоднородности контролируемого параметра $\varepsilon_н$ также называют погрешностью пробоотбора.

А1.7 В случае сплошного контроля единиц продукции по однозначному параметру

$\varepsilon_{не} = 0$ по определению А1.4.1;

$\varepsilon_{нп} = 0$, т.к. контроль сплошной;

погрешность контроля параметра равна погрешности методики, применяемой для контроля продукции

$$\Delta_к = \varepsilon_и * \Theta = \varepsilon_{сх} * \Theta = \Delta , \qquad (А.2)$$

где $\varepsilon_{сх}$ - случайная составляющая погрешности методики в условиях сходимости.

А1.8 В случае сплошного контроля единиц продукции по распределенному параметру, для которого установлена цель контроля по А1.4.2:

$\varepsilon_{не} \neq 0$, причем зависит не только от собственно неоднородности единицы продукции, но и от схемы контроля единицы продукции;

$\varepsilon_{нп} = 0$, т.к. контроль сплошной;

погрешность контроля параметра равна

$$\Delta_к = \varepsilon_и * \Theta * \varepsilon_{не} . \qquad (А.3)$$

Пример - Контролируется полная удельная поверхность порошка диоксида урана. В НД на продукцию установлены требования к среднему значению полной удельной поверхности всей партии. Случайная составляющая погрешности МВИ определена без учета влияния неоднородности продукции, распределена нормально и равна $\varepsilon_и$ = ±0,020 см²/г, Р=0,95. Неисключенная систематическая составляющая погрешности МВИ распределена нормально и равна Θ = ±0,030 см²/г, Р=0,95. Дополнительными исследованиями определена верхняя граница среднего квадратического отклонения, характеризующего неоднородность партий порошка $\sigma_н$ = 0,05 см²/г, и показано, что распределение полной удельной поверхности в партиях порошка близко к нормальному. Схема пробоотбора предусматривает случайный отбор из партии n=12 проб, по результатам измерений которых определяют среднее значение. Тогда погрешность среднего значения от неоднородности равна

$$\varepsilon_н = 1{,}96 \cdot \sigma_н \cdot n^{-1/2} = 0{,}035 \text{ см}^2/\text{г}, \qquad (А.4)$$

Погрешность контроля параметра для среднего значения равна

$$\Delta_к = (\varepsilon_и^2 + \Theta^2 + \varepsilon_н^2)^{1/2} = \pm 0{,}05 \text{ см}^2/\text{г}, \; P=0{,}95. \qquad (А.5)$$

А1.9 В случае сплошного контроля единиц продукции по распределенному параметру, для которого установлена цель контроля по А1.4.3, продукцию принимают по требованию к характеристике неоднородности, если верхняя доверительная граница для доверительной вероятности Р=0,95 экспериментально найденного значения характеристики неоднородности ${}^{в}R$ не превышает нормы неоднородности, установленной в нормативной документации ${}^{в}G$, т.е.

$${}^{в}R = {}^{в}k(n) \cdot R \leq {}^{в}G , \qquad (А.6)$$

где R – точечная оценка характеристики неоднородности,

${}^{в}k(n)$ – коэффициент, учитывающий ограниченность выборки объема n.

В таблице А1 приведены значения коэффициентов ${}^{в}k$ для двух наиболее часто встречающихся случаев:

а) случай задания требования к верхней ${}^{в}G$ границе поля допуска среднего квадратического отклонения (СКО) нормально распределенного параметра;

б) случай задания требования к верхней ${}^{в}G$ границе поля допуска для размаха равномерно распределенного параметра.

Таблица А.1 - Значения коэффициента, учитывающего ограниченность выборки при контроле неоднородности распределенного параметра в единице продукции

Объем выборки n	${}^{в}k$ для СКО нормального распределе-ния	${}^{в}k$ для размаха равномерного распределения	Объем выборки n	${}^{в}k$ для СКО нормального распределения	${}^{в}k$ для размаха равномерного распределения
2	15,947	39,385	12	1,551	1,513
3	4,415	7,420	13	1,515	1,463
4	2,920	4,032	14	1,485	1,422
5	2,372	2,953	15	1,460	1,388
6	2,089	2,393	16	1,437	1,358

7	1,915	2,090	17	1,418	1,333
8	1,797	1,889	18	1,400	1,311
9	1,711	1,753	19	1,384	1,293
10	1,645	1,652	20	1,370	1,275
11	1,593	1,573	21	1,358	1,261

Пример - Контролируется полная удельная поверхность партии порошка диоксида урана. В НД на продукцию установлены требования к однородности партии порошка в виде допустимого СКО $\sigma_{н,доп}$ - не более 0,10 см²/г. Состав- ляющие погрешности МВИ, отбор и количество проб такие же, как в примере к А1.10. По результатам измерений полной удельной поверхности

n = 12 проб найдена точечная оценка СКО, характеризующего неоднородность порошка, S = 0,05 см²/г. Тогда верхняя доверительная граница СКО равна

$$^{в}S = {}^{в}к \cdot S = [(n-1)/\chi^2_{(n-1);0,95}]^{1/2} \cdot S = 1,551 \cdot 0,05 \approx 0,08 \text{ см}^2/\text{г}, \qquad (A.7)$$

где $^{в}к$ – коэффициент, учитывающий ограниченность выборки, взятый из таблицы А1, или вычисленный по приведенной формуле;

$\chi^2_{(n-1);0,95}$ – 95 % -ый квантиль χ^2 - распределения с (n-1) степенью свободы.

Поскольку $^{в}S < \sigma_{н,доп}$, партия продукции принимается.

А1.10 В случае сплошного контроля единиц продукции по распределенному параметру, для которого установлена цель контроля по А1.4.4:

$\varepsilon_{не} \neq 0$;

$\varepsilon_{нп} = 0$, т.к. контроль сплошной;

погрешность контроля параметра равна

$$\Delta_к = \varepsilon_и * \Theta * \varepsilon_{не} . \qquad (A.8)$$

Значение $\varepsilon_{не}$ зависит от вида распределения параметра, n - объема выборки (количества полученных результатов измерений), (1-P) - принятого уровня значимости и Q - доли значений параметра в единице продукции, выходящей за одну из границ поля допуска (нижнюю ^{н}G и верхнюю ^{в}G). Значение $\varepsilon_{не}$ вычисляют по формуле

$$\varepsilon_{не} = {}^{в}\eta Z_{не} , \qquad (A.9)$$

где $Z_{не}$ – установленное при аттестации МВИ значение характеристики неоднородности единицы продукции. Характеристикой неоднородности может являться СКО (для распределения, близкого к нормальному), размах или половина размаха (для распределения, близкого к равномерному).

В таблице А.2 приведена зависимость коэффициента $^{в}\eta$ от объема выборки n для наиболее часто встречающихся случаев равномерного и нормального распределений. Уровень значимости принят равным (1-P) =0,05.

Для равномерного распределения в качестве $Z_{не}$ принята половина размаха; для нормального распределения – СКО, умноженное на 1,96.

Пример 1 – Контролируется диаметр металлических прутков длиной свыше 1000 мм. Установлены требования к минимальному и максимальному значениям диаметра в любом сечении прутка. В результате исследований партий продукции выявлено, что распределение диаметра прутка можно считать равномерным с размахом распределения $\Delta_{не}$ = 30 мкм, P=1, причем характерная длина, на которой происходит значимое (в сравнении с погрешностью измерений) изменение диаметра составляет порядка 30 мм. Контроль ведется с помощью рычажной скобы с ценой деления 2 мкм с настройкой по концевым мерам длины. Случайная составляющая погрешности равна половине цены деления $\varepsilon_и$ = ±1,0 мкм, P=1 и распределена равномерно. Неисключенная систематическая составляющая

погрешности не превышает $\Theta = \pm 1{,}0$ мкм, P=1. Контроль ведется в n = 6 сечениях прутка, поэтому из таблицы А2

$$\varepsilon_{не} = 30/2 \cdot 0{,}936 = \pm 14 \text{ мкм}, \qquad (А.10)$$

Поскольку $\varepsilon_{сх}$ и Θ много меньше $\varepsilon_{не}$,

$$\Delta_к = (\varepsilon_и^2 + \Theta^2 + \varepsilon_{не}^2)^{1/2} = \pm 14 \text{ мкм, } P=0{,}95. \qquad (А.11)$$

Пример 2 – Аналогичен примеру 1, но контроль ведется по МВИ, основанной на применении автоматизированного средства измерений, осуществляющего линейное перемещение и вращение прутка и делающего 20 измерений на шаге винтовой линии 2 мм. Случайная составляющая погрешности обусловлена в основном дрейфом аппаратуры, ее распределение можно считать равномерным, а значение равно $\varepsilon_и = \pm 3{,}5$ мкм, P=0,95; неисключенная систематическая составляющая погрешности также распределена равномерно и равна $\Theta = \pm 4$ мкм, P=0,95. Поскольку общее количество измерений составляет 10000, значение коэффициента ${}^в\eta$ пренебрежимо мало (${}^в\eta = 0{,}0007$, а $\varepsilon_{не} = 30 \cdot 0{,}0007/2 = \pm 0{,}01$ мкм), т.е. погрешностью от неоднородности можно пренебречь. Поэтому

$$\Delta_к = 1{,}1 \cdot (\varepsilon_и^2 + \Theta^2)^{1/2} = \pm 6 \text{ мкм, } P=0{,}95. \qquad (А.12)$$

В соответствии с 7.4, перечисление в) приемочные значения вводятся даже в случае согласования норм точности.

Таблица А.2 – Значения коэффициентов для погрешности от неоднород-ности единиц продукции $\varepsilon_{не}$ в случае задания требования к доле Q значений параметра, выходящей за одну из границ поля допуска (для уровня значимости 0,05)

Объем выборки n	Вид распределения, значение Q			Объем выборки n	Вид распределения, значение Q		
	Равном., Q=0	Норм., Q=0,025	Норм., Q=0,005		Равном., Q=0	Норм., Q=0,025	Норм., Q=0,005
1	2,262	2,187	2,561	11	0,568	0,757	1,131
2	1,849	1,651	2,026	12	0,526	0,723	1,097
3	1,504	1,392	1,766	13	0,490	0,692	1,066
4	1,255	1,232	1,606	14	0,459	0,664	1,038
5	1,073	1,116	1,490	15	0,431	0,637	1,011
6	0,936	1,025	1,399	16	0,407	0,613	0,988
7	0,829	0,953	1,327	17	0,385	0,592	0,966
8	0,744	0,893	1,267	18	0,365	0,569	0,943
9	0,674	0,842	1,216	19	0,347	0,550	0,924
10	0,616	0,798	1,172	20	0,331	0,531	0,906

А1.11 При аттестации МВИ, применяемой для контроля продукции, случайную составляющую погрешности $\varepsilon_{сх}$ (по ОСТ 95 10351) определяют с учетом влияния неоднородности единиц продукции, т.е.

$$\varepsilon_{сх} = \varepsilon_и * \varepsilon_{не}. \qquad (А.13)$$

В этом случае в формулах (А3), (А8) необходимо положить $\varepsilon_и = 0$.

Пример – При измерении плотности топливных таблеток гамма-абсорбционным методом гамма-излучение проходит только через часть таблетки и неравноплотность таблеток вносит вклад в погрешность измерений. При аттестации МВИ случайная составляющая погрешности $\varepsilon_{сх}$ должна быть определена с учетом влияния неравноплотности таблеток.

А1.12 В обоснованных случаях (трудоемкость экспериментальных исследований, методические трудности, а также в случае большого объема измерений, обеспечивающего представительность контроля) случайная составляющая погрешности МВИ, применяемой для контроля продукции по распределенному параметру, - $\varepsilon_{сх}$ может быть определена без учета влияния неоднородности продукции.

В этом случае, если представительность контроля не обеспечена, необходимо проведение специальных исследований по определению характеристик неоднородности единиц продукции.

А1.13 В случае выборочного контроля единиц продукции по однозначному параметру погрешность контроля показателя качества определяется по общей формуле (А1) с учетом особенностей А1.7, А1.8, А1.10.

Если объемы выборки и уровень несоответствий в партии продукции согласованы всеми заинтересованными сторонами с учетом общих требований ГОСТ Р 50779.50 и результатов исследований неоднородности продукции, то погрешность контроля параметра принимают равной

$$\Delta_к = \Theta. \qquad (А.14)$$

Примечание – Из приведенного в ГОСТ Р 50779.50 (раздел 4) критерия несоответствия по контролируемому показателю качества для изделия (единицы продукции) следует, что указанный стандарт предполагает, что систематическая составляющая погрешности измерения контролируемого показателя для единицы продукции равна нулю (незначима в сравнении со случайной). В то же время случайная составляющая погрешности измерений может быть отлична от нуля. Поэтому, если одновременно применяют настоящий стандарт для согласования норм точности и стандарты, соответствующие общим требованиям ГОСТ Р 50779.50, то при определении погрешности контроля параметра учитывают только систематическую составляющую погрешности, полагая случайные составляющие погрешности измерений единицы продукции равными нулю.

Пример – Контролируется плотность топливных таблеток гидростатическим методом. Составляющие погрешности МВИ равны $\varepsilon_{сх}$ = ±0,020 г/см^3, P=0,95; Θ = ±0,022 г/см^3, P=0,95. Приемка таблеток ведется партиями, причем план выборочного контроля соответствует общим требованиям ГОСТ Р 50779.50. Тогда $\Delta_к = \Theta$ = ±0,022 г/см^3, P=0,95.

А2 Определение фактического значения погрешности контроля параметра

А2.1 При определении фактического значения погрешности контроля параметра $\Delta_к$ в соответствии с А1 используют значения характеристик погрешности аттестованной МВИ или характеристик погрешности средств измерений, применяемых при контроле, и значения погрешностей от неоднородности $\varepsilon_н$, $\varepsilon_{нп}$, $\varepsilon_{не}$, полученные в результате экспериментальных исследований неоднородности продукции.

А2.2 При расчете фактического значения погрешности контроля параметра необходимо учитывать область применения МВИ, поскольку зна-чения погрешностей от неоднородности могут быть включены в погрешность МВИ.

Пример. В МВИ размера зерна в таблетках из диоксида урана может быть нормирована погрешность измерения размера зерна по всей таблетке, т.е. погрешность неоднородности $\varepsilon_{не}$ включена в погрешность МВИ, или может быть нормирована погрешность измерения размера зерна на выбранном участке шлифа таблетки. Во втором случае необходимо провести специальные исследования с целью определения погрешности от неоднородности и включить ее в погрешность контроля параметра.

А2.3 При расчете фактического значения погрешности контроля параметра необходимо учитывать цели контроля (А1.4).

А3 Показатель достоверности контроля качества $P_{baMк}$

А3.1 Показатель достоверности контроля $P_{baMк}$ представляет собой наибольшую вероятность ошибочного признания годным в действительности дефектного образца продукции.

А3.2 Наибольшая вероятность ошибочного признания годным в действительности дефектного образца продукции $P_{baMк}$ связана с погрешностью контроля параметра $\Delta_к$ соотношениями, приведенными в приложении Г ОСТ 95 10351.

А3.3 Расчет фактического значения $P_{baMк}$ проводят аналогично приложению Г ОСТ 95 10351, используя фактическое значение погрешности контроля параметра $\Delta_к$ вместо погрешности измерительного контроля Δ.

Приложение Б
(обязательное)

Сопоставление результатов контроля продукции на предприятии-изготовителе и предприятии-потребителе

Б1 Разность результатов измерений параметра одного и того же образца (пробы, единицы) продукции на предприятии-изготовителе X_1 и на предприятии-потребителе X_2 считают незначимой при выполнении условия

$$| X_2 - X_1 | \leq (\Delta_1^2+\Delta_2^2)^{1/2} , \qquad (Б.1)$$

где Δ_1, Δ_2 - погрешности контроля показателя качества на предприятии-изготовителе и предприятии-потребителе соответственно.

Б2 Введение приемочных значений на предприятии-изготовителе позволяет согласовать результаты контроля продукции на предприятии-изготовителе и предприятии-потребителе.

Пример. На контролируемый параметр продукции установлен односторонний допуск «не более»: $X \leq {}^{в}G$; погрешности Δ_1, Δ_2 равны: $\Delta_1 = \Delta_2 = \Delta > 0,6r$.

Тогда максимальное возможное значение X_1, при котором предприятие-изготовитель отнесет образец продукции к годным, равно

$$X_1 = {}^{в}G_{\gamma} = {}^{в}G - 0,84 \cdot \Delta < {}^{в}G - 0,84 \cdot 0,6r \approx {}^{в}G - 0,5r. \qquad (Б.2)$$

Максимальное возможное значение X_2 при незначимой (Б1) разности $X_2 - X_1$, которое может получить предприятие-потребитель, равно

$$X_2 = X_1 + 2^{1/2} \cdot \Delta = {}^{в}G - 0,5r + 2^{1/2} \cdot 0,6r \approx {}^{в}G + 0,4r . \qquad (Б.3)$$

Но при этом значении X_2 предприятие-потребитель отнесет образец продукции к годным вследствие 8.5, поскольку

$$X_2 = {}^{в}G + 0,4r < {}^{в}G + 0,5r. \qquad (Б.4)$$

Б3 Критерий Б1 не может быть прямо применен в случае использования для контроля продукции следующих типов МВИк по ОСТ 95 10351:

а) МВИк измерительно-преобразовательного типа;

б) МВИк альтернативного типа;

в) МВИк, осуществляющих непрерывный контроль распределенных параметров.

Б3.1 Для МВИк измерительно-преобразовательного типа значение границы (границ) поля допуска G должно быть выражено в единицах величины выходного сигнала, что необходимо для настройки аппаратуры контроля на предприятии-потребителе с целью согласования результатов входного и выходного контроля. В этом случае возможно выполнение общих правил приемки в соответствии с разделом 8.

Пример. МВИк сплошности труб вихретоковым методом должна обнаруживать дефекты, эквивалентные отверстию в стенке трубы диаметром 0,15 мм. При аттестации МВИк установлено, что для достижения на предприятии-изготовителе $P_{baM} \leq 0,05$ необходимо принять ${}^{в}G_{\gamma} = 50$ единиц выходного сигнала. Такая величина выходного сигнала соответствует диаметру отверстия не 0,15 мм, а

меньшему, например, 0,12 мм. На предприятии-потребителе приемка должна осуществляться по норме; для этого необходимо определить величину выходного сигнала, соответствующую диаметру отверстия 0,15 мм, и указать ее в тексте МВИк, например: «...аппаратура контроля настраивается так, чтобы средняя величина выходного сигнала составляла: при выходном контроле (на предприятии-изготовителе) - не более 50 единиц; при входном контроле (на предприятии-потребителе) - (75±5) единиц».

Б3.2 Для МВИк альтернативного типа согласование результатов контроля продукции на предприятии-изготовителе и предприятии-потребителе невозможно. Поэтому при разработке новой аппаратуры для применения в МВИк следует стремиться к доступности выходного сигнала, т.е. исключать МВИк альтернативного типа.

Б3.3 Для МВИк, осуществляющих непрерывный контроль распределенных параметров, характерно большое количество измерений (до нескольких тысяч), что может привести к невыполнению критерия Б1 в силу вероятностных причин. В связи с этим для таких МВИк приемочные значения вводятся даже в случае согласования норм точности (7.4, перечисление а)).

Б4 Порядок разрешения противоречий между предприятием-изготовителем и предприятием-потребителем при определении годности продукции

Б4.1 Противоречия между предприятием-изготовителем и предприятием-потребителем при определении годности продукции могут быть приняты к рассмотрению при обязательном выполнении следующих условий:

а) Применяемые для контроля продукции МВИ должны быть аттестованы как на предприятии-изготовителе, так и на предприятии-потребителе;

б) Должны быть определены фактические значения погрешности контроля параметра (показателя достоверности контроля качества);

в) Приемка продукции должна проводиться на предприятии-изготовителе и на предприятии-потребителе в соответствии с требованиями раздела 8.

Б4.2 Если противоречия возникли при выполнении всех условий Б4.1, то для их разрешения предприятие-изготовитель и предприятие-потребитель создают техническую комиссию с участием своих представителей, а также представителей предприятия-разработчика НД на продукцию, представителей предприятия, проводившего аттестацию МВИ, представителей Центральной головной организации метрологической службы ГК «Росатом» (ЦГОМС), представителей других заинтересованных предприятий.

Б4.3 Комиссия выясняет технические причины возникновения противоречий путем:

а) проверки соответствия партии продукции сопроводительным документам;

б) проверки соответствия планов контроля регламентированным в НД на продукцию;

в) проверки соответствия применяемых средств и методов контроля регламентированным в НД;

г) анализа журналов контроля качества измерений;

д) экспериментальной проверки качества измерений методом шифрованных проб, методом межлабораторного эксперимента и т.д.

Б4.4 По результатам работы технической комиссии:

а) принимается окончательное решение о годности или негодности продукции;

б) предприятие-разработчик НД на продукцию вносит (при необходимости) корректировки в НД.

в) комиссия вправе обратиться в организацию, проводившую аттестацию МВИ, с предложением о приостановке или отмене действия свидетельства об аттестации МВИ.

Библиография

[1] МИ 2453-2000 ГСИ. Рекомендация. Методики радиационного контроля. Общие требования.

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

Приложение Д
(справочное)

С Т А Н Д А Р Т О Т Р А С Л И
ОСТ 95 10600 - 2009

Отраслевая система обеспечения единства измерений
Учет и контроль ядерных материалов
Аттестация стандартных образцов способом образцов-свидетелей

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает способ определения метрологических характеристик стандартных образцов – способ образцов-свидетелей.

Стандарт предназначен для специалистов, разрабатывающих и исследующих метрологические характеристики стандартных образцов системы государственного учета и контроля ядерных материалов.

Стандарт распространяется на стандартные образцы, применяющиеся на предприятиях отрасли при учете и контроле ядерных материалов. Положения настоящего стандарта могут быть использованы также и для аттестации способом образцов-свидетелей стандартных образцов, применяемых в других областях.

В стандарте реализованы нормы Закона Российской Федерации «Об обеспечении единства измерений», Закона Российской Федерации «Об использовании атомной энергии».

Стандарт учитывает требования ГОСТ Р 8.609 и дополняет ОСТ 95 10597.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315-97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ Р 8.609-2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы системы государственного учета и контроля ядерных материалов. Основные положения

ГОСТ 24104-2001. Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ОСТ 95 10351-2001 Отраслевая система обеспечения единства измерений. Общие требования к методикам выполнения измерений.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **ядерный материал (ЯМ):** Материал, содержащий или способный воспроизвести делящиеся (расщепляющиеся) ядерные вещества (ГОСТ Р 8.609).

3.2 **система государственного учета и контроля ЯМ (СГУиК ЯМ):** Система мероприятий, включающая в себя определение количества ЯМ, составление, регистрацию и ведение учетных и отчетных документов и административный контроль за наличием и перемещением ЯМ с целью предотвратить их несанкционированное использование (ГОСТ Р 8.609).

3.3 **стандартный образец (СО) СГУиК ЯМ:** СО состава и (или) массы СГУиК ЯМ, применяемый для метрологического обеспечения измерений при учете и контроле ЯМ (ГОСТ Р 8.609).

3.4 **СО массы СГУиК ЯМ:** СО массы СГУиК ЯМ, подлежащего учету и контролю (ГОСТ Р 8.609).

П р и м е ч а н и е - Эти СО могут быть только в неделимой форме.

3.5 **СО СГУиК ЯМ в неделимой форме:** СО СГУиК ЯМ в виде изделия (таблетка, твэл, контейнер, емкость для хранения отходов и т.д.), содержащего ЯМ (ГОСТ Р 8.609).

3.6 **класс СО СГУиК ЯМ:** Положение, которое занимает СО СГУиК ЯМ в схеме передачи размера единиц аттестуемых характеристик, выраженное в цифровом виде (ГОСТ Р 8.609).

3.7 **аттестуемая характеристика СО СГУиК ЯМ:** Величина или зависимость двух величин, характеризующая состав и (или) массу ЯМ, значения которых устанавливают при аттестации СО СГУиК ЯМ (ГОСТ 8.315, ГОСТ Р 8.609) .

П р и м е ч а н и е - Аттестуемыми характеристиками СО СГУиК ЯМ являются содержание элемента и (или) изотопный состав (частным случаем изотопного состава является изотопное отношение), а также (для СО СГУиК ЯМ в неделимой форме) - масса элемента или нуклида (ГОСТ Р 8.609).

3.8 **передача размера единиц:** Процедура установления значения аттестуемой характеристики стандартного образца второго или третьего класса путем сравнения со значением аттестуемой характеристики стандартного образца более высокого класса (ОСТ 95 10597).

3.9 **метод сравнения:** Метод измерений, в котором измеряемую величину сравнивают с однородной величиной аттестованного стандартного образца более высокого класса (ОСТ 95 10597)**.**

3.10 **методика сравнения (МСР):** Методика (совокупность правил и процедур), применяемая для передачи размера аттестуемой характеристики от стандартного образца более высокого класса к аттестуемому стандартному образцу и использующая метод сравнения (ОСТ 95 10597).

3.11 **аттестация стандартных образцов способом образцов-свидетелей:** Способ установления аттестованного значения стандартного образца, при котором значение аттестуемой характеристики измеряют не для объекта, подлежащего аттестации, а для других объектов – образцов-свидетелей. Аттестуемый объект и образцы-свидетели измеряют с помощью другого метода – неразрушающей методики-компаратора.

4 Общие положения

4.1 Способ образцов-свидетелей применяют при создании неделимых стандартных образцов в случаях, когда для исследования их метрологических характеристик не могут быть применены разрушающие методы. Примеры таких ситуаций приведены в приложении А.

4.2 Необходимые условия для применения способа образцов-свидетелей:

- наличие разрушающей методики выполнения измерений (МВИ), по которой проводят измерения аттестуемой величины образцов-свидетелей;
- наличие неразрушающей МСР, по которой проводят сравнительные измерения величины выходного сигнала от образцов-свидетелей и от аттестуемых стандартных образцов;
- выбор объектов (образцов-свидетелей и аттестуемых СО), являющихся представительными для материалов, которые будут измеряться на предприятии; эти объекты должны быть однородны по факторам, влияющим как на результаты измерений разрушающей МВИ, так и неразрушающей МСР. Примеры влияющих факторов объектов приведены в приложении Б.

4.3 Требования к разрушающей МВИ

4.3.1 Разрушающая МВИ должна быть аттестована в установленном порядке, т.е. должны быть известны характеристики случайной σ_{cx}, неисключенной систематической $\theta_{МВИ}$ и суммарной $\Delta_{МВИ}$ погрешности для данного типа объектов (вида материала, из которого изготовлены объекты) во всем диапазоне значений, которые может принимать измеряемая величина для всех образцов-свидетелей.

Примечания:

1 Далее упомянутый диапазон называется рабочим диапазоном.

2 Обозначения и смысл характеристик погрешности σ_{cx}, $\theta_{МВИ}$ и $\Delta_{МВИ}$ соответствуют ОСТ 95 10351, т.е. σ_{cx} – СКО случайной составляющей погрешности в условиях сходимости; $\theta_{МВИ}$ - доверительные границы неисключенной систематической составляющей погрешности для P=0,95; $\Delta_{МВИ}$ - доверительные границы суммарной погрешности для P=0,95.

4.3.2 Разрушающая МВИ может представлять собой совокупность нескольких аттестованных МВИ (А.7.4). В этом случае значение аттестуемой величины определяют косвенным методом.

4.3.3 Суммарная погрешность (Δ) разрушающей МВИ должна быть меньше требуемой погрешности аттестуемых СО не менее, чем в два раза.

4.3.4 Если способом образцов-свидетелей аттестуются СО СГУиК ЯМ, то в процедурах контроля правильности или точности измерений разрушающей МВИ должны использоваться СО, соответствующие требованиям ГОСТ Р 8.609, т.е. СО СГУиК ЯМ 1 или 2 класса.

4.4 Требования к неразрушающей МСР

4.4.1 Функция преобразования ($Y=f(a_1, a_2, \ldots a_m, X)$ - зависимость выходного сигнала Y от измеряемой величины X; $a_1, a_2, \ldots a_m$ – параметры зависимости) неразрушающей МСР должна быть монотонно возрастающей или монотонно убывающей в рабочем диапазоне.

П р и м е ч а н и е - Данное требование является единственным требованием, предъявляемым к неразрушающей МСР. Остальные требования являются рекомендуемыми. Выполнение этих рекомендаций может позволить уменьшить погрешность аттестации СО, расширить диапазон, в котором находятся аттестованные значения СО, уменьшить объем измерений, необходимых для аттестации СО.

4.4.2 Неразрушающая МСР может быть не аттестованной, поскольку ее метрологические характеристики оцениваются в ходе применения МСР. Для целей планирования экспериментальных исследований желательно знать случайную составляющую погрешности неразрушающей МСР (СКО случайной составляющей погрешности σ и чувствительность МСР $\beta = dY/dX$).

Величины σ и β могут быть непостоянными, а зависеть от аттестуемой величины X. Для целей планирования эксперимента достаточно иметь приближенные оценки этих величин в диапазоне значений аттестуемой величины образцов-свидетелей.

4.4.3 Для минимизации погрешности аттестации СО и для расширения диапазона аттестованных значений СО необходимо знание вида функции преобразования, например, основанное на опыте применения аналогичных МСР. Так, например, при использовании способа образцов-свидетелей для аттестации СО СГУиК ЯМ в большинстве случаев используют два вида методов – гамма-спектрометрический и метод регистрации нейтронных совпадений. В большинстве случаев оба метода имеют линейно возрастающую функцию преобразования

$$Y = a_1 + a_2X, \qquad (4.1)$$

где a_1, $a_2 \ldots a_m$ - параметры функции преобразования.

Однако при большом содержании определяемого элемента линейная функция переходит в экспоненту вследствие самопоглощения излучения в материале объекта

$$Y = a_1 + a_2[1 - exp(-a_3X), \qquad (4.2)$$

а для метода регистрации нейтронных совпадений при большом содержании легких элементов возможен эффект размножения нейтронов, что описывается функцией

$$Y = a_1 + a_2[1 - exp(-a_3X)]exp(a_4X) \quad . \qquad (4.3)$$

5 Планирование и проведение исследований

5.1 Отбор объектов измерений

5.1.1 Исследователь располагает определенной информацией об объектах измерений. В случае аттестации СО СГУиК ЯМ – это архивные данные, часто содержащие сведения о химическом и изотопном составе и содержании ЯМ в образцах и ими можно руководствоваться при отборе объектов измерений.

5.1.2 Количество отобранных объектов измерений зависит от количества параметров (m), описывающих функцию преобразования неразрушающей МСР ($Y=f(a_1, a_2, \ldots a_m, X)$ и количества СО, которые необходимо аттестовать.

П р и м е ч а н и е – В приложении А написано, что минимальное количество объектов – три (один аттестуемый СО и два образца-свидетеля), т.е минимальное количество образцов-свидетелей $n = 2$. Такое возможно только на основе опыта, полученного из предыдущих результатов исследований в следующих случаях:

- если функция преобразования линейная и это надежно подтверждено предыдущими исследованиями;
- если функция преобразования монотонно возрастающая и в предыдущих исследованиях выполнялось неравенство (А.1), подтверждающее это положение.

5.1.3 Если аттестация образцов свидетелей с использованием данной неразрушающей МСР проводится впервые, и вид функции преобразования неизвестен, количество образцов-свидетелей надо увеличить. В этом случае количество образцов-свидетелей (n) должно быть больше количества параметров (m), описывающих функцию преобразования неразрушающей МСР: $n>m$.

Для планирования исследований надо учитывать, что погрешность сравнения будет примерно пропорциональна $1/\sqrt{n-m}$, т.е. чем больше разность $n>m$, тем меньше погрешность сравнения. В этом случае необходимо находить разумный компромисс между количеством образцов-свидетелей (чем оно больше, тем больше затраты на проведение исследований) и требуемой погрешностью аттестуемых СО. Рекомендуется выбирать число n-m в диапазоне от трех до 10.

5.2 Оценка случайной составляющей погрешности неразрушающей МСР

5.2.1 Случайную составляющую погрешности, σ, неразрушающей МСР оценивают путем многократных измерений (параллельных определений) величины выходного сигнала Y_j от образца-свидетеля и расчета СКО

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{p-1}\sum_{j=1}^{p}(Y_j - \overline{Y})^2}\ , \qquad (5.1)$$

где p – количество измерений (рекомендуемое количество – от 10 до 15),

j - порядковый номер измерения,

Y_j - результат j–го измерения,

$\overline{Y}$ - среднее значение, определяемое по формуле

$$\overline{Y} = \frac{1}{p}\sum_{j=1}^{p} Y_j \qquad (5.2)$$

5.2.2 При аттестации СО СГУиК ЯМ можно считать, что величина выходного сигнала неразрушающей МСР (количество импульсов *N*, зарегистрированных за время измерения *t*) подчиняется закону распределения Пуассона, поэтому предварительную оценку СКО, σ, можно получить как

$$\sigma = \sqrt{N} = \sqrt{Vt} \quad , \qquad (5.3)$$

где *V*– скорость счета импульсов, $с^{-1}$.

5.2.3 СКО выходного сигнала неразрушающей МСР следует оценить для двух образцов-свидетелей: для образцов-свидетелей с минимальной и максимальной величиной выходного сигнала. В результате будут получены следующие оценки: $\overline{Y}_{\min}$, σ_{min}, $\overline{Y}_{\max}$, σ_{max}. Для целей планирования в качестве оценки СКО можно использовать среднее значение оценок σ_{min}, σ_{max}.

5.2.4 Результаты измерений, полученные при оценке СКО выходного сигнала, могут быть использованы и для оценки чувствительности неразрушающей МСР (*β*). Для образцов-свидетелей по 5.2.3 измеряют с помощью разрушающей МВИ аттестуемую величину, т.е. получают значения X_{min}, X_{max}. Оценку чувствительности неразрушающей МСР, *β,* вычисляют по формуле

$$\beta = (\overline{Y}_{\max} - \overline{Y}_{\min})/(X_{max} - X_{min}) \ . \qquad (5.4)$$

5.3 Определение погрешности разрушающей МВИ при измерениях косвенным методом

5.3.1 Характеристики погрешности разрушающей МВИ - неисключенную систематическую составляющую погрешности, $\theta_{МВИ}$, и СКО случайной составляющей погрешности, $\sigma_{сх}$, вычисляют по формулам

$$\theta_{МВИ} = \sqrt{\sum_{i=1}^{L}\left(\frac{\partial F}{\partial b_i}\theta_{МВИi}\right)^2} \ , \qquad (5.5)$$

$$\sigma_{сх} = \sqrt{\sum_{i=1}^{L}\left(\frac{\partial F}{\partial b_i}\sigma_{сxi}\right)^2} \ , \qquad (5.6)$$

где $F(b_1, b_2,...b_L)$ – функция, по которой вычисляется результат измерений косвенным методом;

$b_1, b_2,...b_L$ – результаты измерений по *i*–ой МВИ;

L – количество МВИ;

$\theta_{МВИi}$, $\sigma_{сxi}$ - соответственно неисключенная систематическая составляющая погрешности и СКО случайной составляющей погрешности *i*–ой МВИ, участвующей в косвенных измерениях.

5.3.2 Для случая СО массы ЯМ (А.7.4) масса ЯМ, *M*, вычисляется по формуле

$$M=\mu\times\xi\times P, \qquad (5.7)$$

где μ - массовая доля элемента (например, общего урана) в образце;

ξ - условная массовая доля определяемого изотопа (например, отношение массы ^{235}U к массе урана общего);

P – масса образца (результат взвешивания).

Неисключенную систематическую составляющую погрешности, $\theta_{МВИ}$, и СКО случайной составляющей погрешности ,$\sigma_{сх}$, измерений массы ЯМ вычисляют по формулам

$$\theta_{МВИ} = M\sqrt{\left(\frac{\theta_\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\theta_\xi}{\xi}\right)^2 + \left(\frac{\theta_P}{P}\right)^2}, \qquad (5.8)$$

$$\sigma_{сх} = M\sqrt{\left(\frac{\sigma_{сх\mu}}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{сх\xi}}{\xi}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{схP}}{P}\right)^2}, \qquad (5.9)$$

где θ_μ, θ_ξ, θ_P, – неисключенные систематические составляющие погрешности указанных выше методик;

σ_μ , σ_ξ , σ_P – СКО случайных составляющих погрешности этих методик.

5.3.3 Для правильной оценки погрешности СО необходимо разделение погрешности разрушающей МВИ $\Delta_{МВИ}$ не на систематическую $\theta_{МВИ}$ и случайную $\sigma_{сх}$,

а на коррелированную $\theta_{кр}$ и некоррелированную $\sigma_{нк}$. При этом $\theta_{кр}$ является общей (одинаковой) для всех измеряемых объектов (корреляция - 100 %), а составляющие погрешности $\sigma_{нк}$ при измерении разных объектов некоррелированы друг с другом. Тогда при расчете в формулу (5.8) надо включить только коррелированную часть $\theta_{кр}$, а в формулу (5.9) добавить СКО некоррелированной части $\sigma_{нк}$.

П р и м е р - Для случая, описанного в 5.3.2, погрешность гравиметрической МВИ, по которой измеряют величину μ, включает погрешность преобразования анализируемого веществ-

ва в стехиометрическую форму $\theta_{ст}$ и погрешность взвешивания $\theta_{вз}$ (пример упрощенный; на самом деле обычно погрешность МВИ включает больше составляющих). Составляющая $\theta_{ст}$ обусловлена особенностями процедуры химического преобразования и применяемыми химическими реактивами, которые одни и те же для всех измеряемых объектов. Поэтому можно считать, что $\theta_{ст}$ является общей (одинаковой) для всех измеряемых объектов (100 % корреляция). Составляющую же $\theta_{вз}$ можно считать некоррелированной при применении МВИ для измерения разных объектов. В формулу (5.8) надо включить только коррелированную часть $\theta_{ст}$, а в формулу (5.9) добавить СКО некоррелированной части $\sigma_{вз} = \theta_{вз}/1,96$.

П р и м е ч а н и е – Провести разделение погрешности разрушающей МВИ на коррелированную $\theta_{кр}$ и некоррелированную $\sigma_{нк}$ части не всегда возможно, т.к. обычно в свидетельствах на МВИ приводят значения θ и $\sigma_{сх}$. Если такое разделение не провести или провести не полностью, то можно получить оценку погрешности СО, но эта оценка будет завышенной. В настоящем стандарте используются обозначения $\theta_{МВИ}$ и $\sigma_{сх}$ вне зависимости от того, проведено данное разделение или нет или проведено не полностью. Можно не разделять погрешность на систематическую и случайную по (5.8), (5.9), включив полную погрешность только в неисключенную систематическую составляющую погрешности, т.е. считая $\Delta_{МВИ}=\theta_{МВИ}$, $\sigma_{сх}=0$. Во всех случаях можно будет получить приемлемую оценку погрешности СО, но при правильном разделении эта оценка будет минимальной.

5.3.4 Предварительная оценка погрешности СО

Оценку погрешности аттестуемых СО, Δ_{CO}, приемлемую для целей планирования исследований, можно получить по формуле

$$\Delta_{CO} \approx \sqrt{\Delta^2_{МВИ} + \left[\frac{\varepsilon}{\beta(n-m)}\right]^2} = \sqrt{\theta^2_{МВИ} + (2\sigma_{сх})^2 + \left[\frac{2\sigma/\sqrt{p}}{\beta(n-m)}\right]^2}, \qquad (5.10)$$

где $\Delta_{МВИ}$ – суммарная погрешность разрушающей МВИ;

$\theta_{МВИ}$ – неисключенная систематическая составляющая погрешности разрушающей МВИ;

$\sigma_{сх}$ – СКО случайной составляющей погрешности разрушающей МВИ;

ε – случайная составляющая погрешности неразрушающей МСР при Р=0,95;

σ – СКО случайной составляющей погрешности неразрушающей МСР;

p –количество измерений образцов-свидетелей и аттестуемых СО с помо-щью неразрушающей МСР;

β – чувствительность неразрушающей МСР;

n – количество используемых образцов-свидетелей;

m – количество параметров, описывающих функцию преобразования неразрушающей МСР.

При минимальном количестве используемых образцов-свидетелей (5.1.2), принимают $(n - m)=1$.

П р и м е ч а н и е - Из формулы (5.10) следует: для уменьшения погрешности аттестации СО необходимо уменьшать случайную погрешность измерений неразрушающей МСР (ε) путем увеличения количества измерений (параллельных определений) (p) . Однако увеличение целесообразно до тех пор, пока второе слагаемое под корнем в формуле (5.10) велико в сравнении с первым, т.е. с погрешностью разрушающей МВИ. На практике достижение условия

$$\frac{\varepsilon}{\beta(n-m)} = (1 \div 3)\Delta_{МВИ} \qquad (5.11)$$

является вполне приемлемым.

Формулу (5.10) можно использовать для предварительной оценки соответствия аттестуемых СО предъявляемым к ним требованиям. Например, для СО СГУиК ЯМ погрешность аттестованных значений СО не должна превышать одной трети погрешности методики выполнения измерений, для использования в которой они предназначены (ГОСТ Р 8.609).

5.4 Проведение измерений и предварительная обработка

5.4.1 Для уменьшения влияния временного фактора на погрешность измерений рекомендуется следующий порядок выполнения многократных измерений неразрушающей МСР:

- первое измерение первого объекта, первое измерение второго объекта и т.д. до первого измерения последнего объекта;
- второе измерение первого объекта, второе измерение второго объекта, и т.д.

Такой порядок позволяет рандомизировать влияние временного дрейфа

неразрушающей МСР.

5.4.2 В случае аттестации СО СГУиК ЯМ вследствие временного дрейфа величина выходного сигнала неразрушающей МСР может и не подчиняться закону распределения Пуассона (5.2.2). В результате оценки случайной составляющей погрешности по формуле (5.3) окажутся неверными, а средние результаты измерений – смещенными на неконтролируемую величину. Поэтому рекомендуется разбить общее время измерений на несколько (p) равных промежутков и проводить измерения по изложенной в 5.4.1 схеме, т.е. вычислять СКО по формуле (5.1).

5.4.3 По результатам измерений неразрушающей МСР вычислить средние значения $\bar{Y}$ по формуле (5.2), оценки СКО средних значений, σ_y, по формуле

$$\sigma_y = \sigma/\sqrt{p}\,, \qquad (5.12)$$

оценки случайной составляющей погрешности, ε_y, измерения выходного сигнала неразрушающей МСР

$$\varepsilon_y = t_p\sigma_y \qquad (5.13)$$

где σ – СКО единичного измерения, вычисленное по формуле (5.1);

t_p – 95% квантиль распределения Стьюдента с (p-1) степенями свободы.

Такие вычисления необходимо выполнить для всех объектов, измеряемых неразрушающей МСР – образцов-свидетелей и аттестуемых СО.

5.4.4 Допускается при аттестация СО в узком диапазоне исключить из дальнейших измерений объекты, для которых разброс значений $\bar{Y}$ слишком велик.

П р и м е ч а н и е – Для оценки влияния разброса величин на погрешность аттестации СО надо рассмотреть формулу (6.2). Если предварительно оценена чувствительность $\beta = dY/dX$ (4.4.2), то

$$\beta \approx (Y_{max} - Y_{min})/(X_{max} - X_{min}) \qquad (5.14)$$

и подставляя (5.14) в (6.2), получим

$$\Delta_{CO} \approx \sqrt{\Delta^2_{МВИ} + \left(Y_{\max} - Y_{\min}\right)^2 / 4\beta^2 + \frac{\varepsilon_X^2}{\beta^2}} \qquad (5.15)$$

Т.е. по разбросу величин $(Y_{max} - Y_{min})$ можно оценить ожидаемую погрешность СО. Если она слишком велика (например, в сравнении с требованиями технического задания на СО), то ряд результатов измерений можно отбросить, уменьшив величину $(Y_{max} - Y_{min})$.

5.4.5 Разделить все объекты на две группы - образцы-свидетели и образцы, аттестуемые как СО. Объекты, для которых получены минимальное ($\bar{Y}_{\min}$) и максимальное ($\bar{Y}_{\max}$) значения величины $\bar{Y}$, должны быть отнесены к группе образцов-свидетелей.

5.4.6 Провести разрушающей МВИ измерения аттестуемой характеристики для всех образцов-свидетелей; в случае, если возможно, провести разделение погрешности измерений на коррелированную и некоррелированную части.

5.4.7 В результате измерений по 5.4.3, 5.4.6 будет получено:

- значение коррелированной части погрешности измерений разрушающей МВИ - θ;

- четыре массива длиной $n \geq 2$ (n – количество образцов-свидетелей) для каждого (i-го) образца-свидетеля, которые далее будут обозначаться:

а) X_i – результаты измерений разрушающей МВИ;

б) σ_{xi} – некоррелированные СКО погрешности результатов измерений разрушающей МВИ;

в) Y_i – средние значения величины выходного сигнала неразрушающей МСР;

г) σ_{yi} – оценки СКО средних значений Y_i.

– средние значения величины выходного сигнала неразрушающей МСР и соответствующие оценки СКО для каждого аттестуемого СО.

6 Обработка результатов измерений. Простейший случай

6.1 Положения настоящего раздела используют, если о функции преобразования неразрушающей МСР известно, что она является монотонно возрастающей, и более никаких надежных сведений о ее виде нет.

П р и м е ч а н и е - Функция преобразования может быть и монотонно убывающей. В этом случае результаты измерений упорядочивают не по возрастанию (6.2.1), а по убыванию. В настоящем разделе рассматривается случай возрастания функции преобразования, как более часто встречающийся.

6.2 Подтверждение гипотезы о монотонном возрастании функции преобразования

6.2.1 Для подтверждения гипотезы о монотонном возрастании функции преобразования используют результаты предыдущих исследований; если исследования проводятся впервые, то их результаты оцениваются в соответствии с алгоритмом, приведенным в 6.2.2-6.2.4.

6.2.2 Для группы из r объектов упорядочивают результаты измерений по возрастанию величин X_i (5.4.7): $X_1 < X_2 < X_3 \ldots < X_r$.

6.2.3 Для каждой пары последовательных значений (X_1 ,X_2), (X_2 ,X_3), …(X_{r-1}, X_r) проверяют и фиксируют выполнение условий ($Y_1 < Y_2$), ($Y_2 < Y_3$), …($Y_{r-1} < Y_r$), где Y_i - соответствующее i–му значению X_i среднее значение величины выходного сигнала неразрушающей МСР (5.4.7).

В результате будет проверено (r-1) пар. Во всех случаях эти условия должны быть выполнены. Невыполнение условия может быть обусловлено или немонотонностью функции преобразования (тогда неразрушающую МСР применять нельзя) или слишком большой случайной погрешностью измерений величин Y_i. В последнем варианте в ряде случаев можно уменьшить σ_{yi} путем увеличения количества измерений (параллельных определений, 5.2.1) и повторить эксперименты с использованием других (новых) объектов измерений.

6.2.4 Все исследования можно проводить в разное время на разных группах, содержащих разное количество объектов. Результаты исследований суммируются – считается общее количество проверенных по 7.2.2 пар и общее количество невыполнений условий по 6.2.3. Достоверно подтвержденной монотонность функции

преобразования можно считать, если общее количество проверенных по 6.2.3 пар не менее 59, а количество невыполнений равно нулю.

П р и м е ч а н и е – В случае аттестации СО СГУиК ЯМ и применения неразрушающих МСР, указанных в 4.5.3, описанная процедура подтверждения монотонности не применяется, т.к. монотонность функции преобразования можно считать подтвержденной мировой практикой.

6.3 В случае надежного подтверждения монотонно-возрастающего характера функции преобразования МСР СО можно считать аттестованными с аттестованным значением

$$X_{att} = (X_{min} + X_{max})/2 \qquad (6.1)$$

и погрешностью

$$\Delta_{CO} = \sqrt{\Delta^2_{МВИ} + \left(X_{\max} - X_{\min}\right)^2 / 4 + \frac{\varepsilon_X^2}{\beta^2}}, \qquad (6.2)$$

где $\Delta_{МВИ}$ – суммарная погрешность разрушающей МВИ;

ε_X – случайная составляющая погрешности измерений аттестуемого СО неразрушающей МСР.

7 Обработка результатов измерений. Случай линейной зависимости

7.1 Если о функции преобразования неразрушающей МСР достоверно известно, что она описывается линейной зависимостью (4.1), и используются только два образца-свидетеля, то

- аттестованное значение, X_{att}, вычисляют по формуле

$$X_{att} = [Y_{Xatt} (X_2 - X_1) - Y_1 X_2 + Y_2 X_1]/ (Y_2 - Y_1), \qquad (7.1)$$

- погрешность СО, Δ_{CO}, вычисляют по формуле

$$\Delta_{CO} = \{[\varepsilon_X^2 + \varepsilon_1^2 (1 - \alpha)^2 + \varepsilon_2^2 \alpha^2](X_2 - X_1)^2 / (Y_2 - Y_1)^2 + [\Delta_{МВИ1}(1 - \alpha) + \Delta_{МВИ\,2}\alpha]^2\}^{1/2}, \qquad (7.2)$$

где $$\alpha = (X_{att} - X_1)/(X_2 - X_1), \qquad (7.3)$$

X_1, X_2 – результаты измерений образцов-свидетелей разрушающей МВИ;

Y_1, Y_2 – результаты измерений образцов-свидетелей неразрушающей МСР;

Y_{Xatt} – результаты измерения аттестуемого СО неразрушающей МСР;

ε_1, ε_2, ε_X – случайные составляющие погрешности измерений образцов свидетелей и аттестуемого СО неразрушающей МСР.

Формулы (7.1)-(7.3) аналогичны соответствующим формулам раздела 6 ОСТ 95 10597 (методом «вилки»).

7.2 Если о функции преобразования неразрушающей МСР достоверно известно, что она описывается линейной зависимостью (4.1), и используется более двух образцов-свидетелей ($n>m$, 5.1.3), но нет возможности разделить суммарную погрешность разрушающей МВИ на коррелированную и некоррелированную части (5.3.3), то расчеты выполняют по формулам, полученным из общих формул приложения Е ОСТ 95 10597, полагая в них $\sigma_{xi} = 0$ и

$$f(X, a_1, a_2,\ldots, a_m) = a_1 + a_2 X. \qquad (7.4)$$

Аттестованное значение и погрешность СО находят по формулам (7.1) и (7.2), принимая в них $\theta = \Delta$.

П р и м е ч а н и е - Обработку результатов измерений, приведенных в данном пункте, можно выполнить с помощью простой программы, написанной на любом языке высокого уровня, с помощью Microsoft Excel, и даже с помощью калькулятора. Вычисления по разделу 8, конкретнее, минимизация суммы квадратов (даже в случае линейной зависимости), может быть выполнена только с помощью специальной программы, осуществляющей итерационную процедуру поиска минимума суммы квадратов.

8 Обработка результатов измерений. Случай произвольной зависимости

8.1 Если известен вид зависимости, описывающей функцию преобразования неразрушающей МСР $f(X, a_1, a_2,\ldots, a_m)$ (например, (4.1), (4.2), (4.3) и др.), то, используя в качестве исходных данные по 5.5.7, выполняют все вычисления, т.е. строят функциональную зависимость в соответствии с приложением Е ОСТ 95 10597, т.е. находят наилучшие значения параметров a_1, a_2, …, a_m, и т.д. (приложение Е ОСТ 95 10597).

8.2 Аттестованное значение СО, Y_{Xatt}, находят, решая уравнение

$$Y_{Xatt} = f(X_{att}, a_1, a_2,\ldots, a_m) \qquad (8.1)$$

относительно X_{att} и полагая его равным корню этого уравнения. Здесь Y_{Xatt} - среднее значение величины сигнала неразрушающей МСР от аттестуемого СО.

Погрешность СО, Δ_{CO}, вычисляют по формуле

$$\Delta_{CO} = \sqrt{\theta^2 + I_x^2 + \left(\frac{t_{(p-1),0,95}\sigma_y I_x}{I_y}\right)^2}, \qquad (8.2)$$

где θ - коррелированная часть погрешности разрушающей МВИ (5.3.3);

$t_{(p\text{-}1),0,95}$ – 95 % квантиль распределения Стьюдента с (p-1) степенями свободы;

p – количество параллельных определений Y_{Xatt};

σ_y – СКО среднего значения сигнала неразрушающей МСР для аттестуемого СО;

I_y – ширина доверительного интервала в точке $X = X_{att}$, выраженная в единицах величины выходного сигнала, вычисленная по формуле (Е.7) приложения Е ОСТ 95 10597;

I_x – ширина доверительного интервала в точке $X = X_{att}$, выраженная в единицах величины входного сигнала, вычисленная по формуле (Е.11) приложения Е ОСТ 95 10597.

Поскольку считается, что вид функции преобразования определен исследованием неразрушающей МСР, при расчете величины I_y в формуле (Е.7) приложения Е ОСТ 95 10597 коэффициент T принимают равным 1,96.

8.3 Установление вида зависимости, описывающей функцию преобразования неразрушающей МСР

8.3.1 При единичном построении зависимости $f(X, a_1, a_2,\ldots, a_m)$ число степеней свободы, ν ,определяют по формуле

$$\nu = n\text{-}m \qquad (8.3)$$

(n - количество образцов-свидетелей) обычно бывает – 3-5, реже до 7-10. Критерием непротиворечия заданного вида зависимости является условие (Е.5) приложения Е ОСТ 95 10597

$$\chi^2{}_{\min} \le \chi^2{}_{0,95,\nu} / \nu \qquad (8.4)$$

где $\chi^2{}_{\min}$ – найденное при вычислениях минимальное значение суммы квадратов ((Е.2) приложения Е ОСТ 95 10597);

$\chi^2{}_{0,95,\nu}$ – 95 % квантиль χ^2 – распределения с ν степенями свободы.

Для надежного подтверждения гипотезы о том, что вид функции $f(X, a_1, a_2,\ldots, a_m)$ не противоречит экспериментальным результатам, количество степеней свободы должно быть не менее 19. Для этого проводят несколько серий измерений и построений зависимости $f(X, a_1, a_2,\ldots, a_m)$ и обрабатывают результаты, как описано в 8.3.2-8.3.4.

8.3.2 Для каждого (k-го) единичного построения зависимости фиксируют количество степеней свободы ν_k и полученное минимальное значение суммы квадратов $\chi^2{}_{\min k}$.

8.3.3 По всем полученным результатам (k от 1 до K) вычисляют общее количество степеней свободы ν_o и среднее значение суммы квадратов $\chi^2{}_{\min o}$

$$\nu_o = \sum_{k=1}^{K} \nu_k \qquad (8.5)$$

$$\chi^2{}_{\min o} = \sqrt{\frac{1}{\nu_o} \sum \nu_k \chi^2{}_{\min k}} \qquad (8.6)$$

8.3.4 Проверяемую гипотезу считают надежно подтвержденной, если условие (8.4) выполняется для величин ν_o и $\chi^2{}_{\min o}$.

Приложение А
(рекомендуемое)

Предварительное рассмотрение способа образцов-свидетелей

А.1 Если на предприятии имеется большое количество однотипных (одинаковых по форме и размерам, но с разным содержанием ЯМ) неделимых объектов, содержащих ядерный материал, то для учета и контроля содержания ЯМ в этих объектах разработана методика неразрушающего контроля. Эта методика нуждается в градуировке, для чего должны быть созданы неделимые СО массы ЯМ (СО в неделимой форме – это СО в виде изделия, например, таблетка, твэл, контейнер, емкость для хранения отходов и т.д., т.е. образцы, от которых нельзя отобрать пробу без нарушения их целостности (разрушения), ГОСТ Р 8.609). В этом случае следует отобрать образцы из совокупности этих объектов и измерить содержащуюся в них массу ЯМ. В распоряжении разработчика имеется достаточно прецизионная методика, позволяющая измерить аттестуемую характеристику СО, но эта методика требует разрушения анализируемого объекта.

Таким образом, методом прямых экспериментов измерить аттестованное значение СО невозможно. Чтобы решить задачу создания СО в такой ситуации, и применяют способ образцов-свидетелей. Допустим, что в распоряжении разработчика имеется и неразрушающий метод измерений, например, тот же самый, для которого предназначены создаваемые СО. В простейшем случае схема способа образцов-свидетелей выглядит следующим образом. Несколько однотипных объектов измеряются неразрушающим методом; при этом на каждом образце фиксируется величина выходного сигнала неразрушающего метода Y_j. Количество объектов n должно удовлетворять условию $n \geq 3$.

Разрушающим методом определяют значения характеристик X, по которым необходимо аттестовать стандартные образцы, для двух из n объектов: объекта, для которого величина выходного сигнала минимальна (Y_{min}) и объекта, для которого величина выходного сигнала максимальна (Y_{max}). Если полученные для этих объектов разрушающим методом значения характеристик X_{min} и X_{max} удовлетворяют условию

$$X_{min} < X_{max} , \qquad (A.1)$$

то можно сделать вывод, что для остальных n-2 объектов характеристика X находится в пределах от X_{min} до X_{max}.

Эти объекты, не подвергавшиеся анализу разрушающим методом, могут быть аттестованы как СО. Объекты, измерявшиеся разрушающим методом, называют образцами-свидетелями.

А.2 Аналогичная ситуация может возникнуть не только при аттестации СО, применяющихся при учете и контроле ядерных материалов (СО СГУиК ЯМ). Так, например, для неразрушающего контроля несплошностей в трубах для оболочек твэлов необходимо создать СО, представляющие собой отрезки труб, на которые нанесены искусственные дефекты заданной формы и размеров.

Если дефекты нанесены на наружную поверхность труб, измерение их размеров и характеристик формы не представляет сложности.

Но если дефекты нанесены на внутреннюю поверхность труб, измерить их размеры невозможно. В данном случае также приходится прибегать к способу образцов-свидетелей.

А.3 Таким образом, **аттестация СО способом образцов-свидетелей** - способ установления аттестованного значения СО, при котором значение аттестуемой характеристики измеряют не для объекта, подлежащего аттестации, а для других объектов – образцов-свидетелей.

В свою очередь, и аттестуемый объект и образцы-свидетели сопоставляют с помощью другого метода – неразрушающей методики-компаратора (методики сравнения, МСР). Способ образцов-свидетелей применяют при создании неделимых СО в случаях, когда для исследования их метрологических характеристик не могут быть применены разрушающие методы.

А.4 Достоинством способа образцов-свидетелей является возможность аттестации СО без применения к ним самим разрушающих методов анализа. Недостатками способа образцов-свидетелей являются большая погрешность аттестации СО, необходимость большого количества однотипных объектов и трудности планирования экспериментов.

А.5 В А.1 изложен самый простой вариант реализации способа образцов-свидетелей. Единственное предположение, которое было сделано относительно неразрушающего метода измерений, - это естественное предположение о том, что его функция преобразования (зависимость выходного сигнала Y от измеряемой величины X) является монотонно возрастающей, что следует из условия (А.1). Возможны и более сложные реализации способа образцов-свидетелей, в частности, если известна дополнительная информация о виде функции преобразования неразрушающего метода измерений.

А.6 Хотя положения данного стандарта могут быть использованы для аттестации способом образцов-свидетелей СО, применяемых в разных областях измерений, основное назначение стандарта – аттестация СО, применяющихся при учете и контроле ЯМ. Поэтому настоящий стандарт рассматривает общие положения, относящиеся ко всем СО, аттестуемым способом образцов-свидетелей, а также особенности аттестации СО СГУиК ЯМ.

А.7 Особенности аттестации СО СГУиК ЯМ

А.7.1 Рассмотрим еще одну ситуацию. Предприятие применяет для контроля плотности топливных таблеток гамма-абсорбционную методику, нуждающуюся в градуировке. СО для градуировки аттестуются с высокой точностью с использованием меркуростатической методики. Будем называть эти СО «исходными». Однако этой методики на предприятии нет, а исходные СО дороги и стоимость нескольких комплектов исходных СО, необходимых для градуировки всех гамма-абсорбционных приборов, велика. В этой ситуации предприятие может аттестовать СО, отобранные из своей продукции, способом сравнения, измеряя на гамма-абсорбционном приборе и аттестуемые и исходные СО. Т.е. в данном случае назначение исходных стандартных образцов такое же, как и образцов-свидетелей, используя в качестве последних исходные СО.

А.7.2 Несмотря на то, что рассмотренный в А.7.1 пример по схеме измерений очень похож на способ образцов-свидетелей, он таковым не является. Действительно, в данном случае аналогом образцов-свидетелей выступают исходные СО, которые не разрушаются; их метрологические характеристики известны заранее. Этот пример отчетливо показывает, что размер аттестуемой характеристики передается от исходных СО к аттестуемым. Это очень важно, поскольку для СО СГУиК ЯМ необходимым условием аттестации является передача размера аттестуемым СО от СО более высокого класса (ГОСТ Р 8.609).

Этот пример приведен с целью показать, что способ образцов-свидетелей на самом деле является разновидностью методов сравнения, обеспечивающих передачу размера аттестуемой характеристики аттестуемым стандартным образцам от стандартных образцов более высокого класса (ОСТ 95 10597).

А.7.3 Отсюда вытекает требование для СО СГУиК ЯМ, чтобы размер аттестуемой характеристики был передан аттестуемым СО от разрушающей методи-ки, которой, в свою очередь, размер должен передаваться от СО СГУиК ЯМ более высокого класса. Это требование ГОСТ Р 8.609 является основополагающим, поскольку именно посредством этого обеспечивается единство измерений или прослеживаемость (traceability), как это называется в зарубежных нормативных документах по СО.

А.7.4 Для СО СГУиК ЯМ, аттестуемых способом образцов-свидетелей, аттестуемой характеристикой является масса делящегося ЯМ в образце, например, масса урана-235 или изотопный состав ядерного материала, например условная массовая доля урана-235.

А.7.5 Если аттестуемой характеристикой является масса ЯМ, то:

- в качестве методик сравнения используются чаще всего гамма-спектрометрические методики и методики, основанные на регистрации нейтронных совпадений;

- в качестве разрушающей методики выполнения измерений используется совокупность трех методик: с помощью первой (например, гравиметрической или кулонометрической) измеряют массовую долю элемента (например, общего урана), содержащегося в образце; с помощью второй (обычно - масс-спектрометрической) измеряют долю определяемого изотопа (условную массовую долю, например, отношение массы урана-235 к массе урана общего); и третья методика – это обычное взвешивание образца; таким образом, аттестуемая величина измеряется косвенным методом.

А.7.6 Если аттестуемой характеристикой является изотопный состав ЯМ, то:

- в качестве методик сравнения используются гамма-спектрометрические методики;

- в качестве разрушающей методики выполнения измерений используются масс-спектрометрические методики.

А.7.7 В случае аттестации СО массы ЯМ требование прослеживаемости (А.7.3) будет выполнено, если в методиках выполнения измерений массовой доли элемента и условной массовой доли изотопа, контроль правильности или точности измерений осуществляется с помощью СО СГУиК ЯМ более высокого класса (ГОСТ Р 8.609), а в методике взвешивания применяются весы, соответствующие требованиям ГОСТ 24104, т.е. которым размер единицы массы в конечном итоге передается от государственного эталона массы.

А.7.8 Таким образом, способ образцов-свидетелей является разновидностью методов сравнения, обеспечивающих передачу размера аттестуемой характеристики аттестуемым СО от СО более высокого класса, но в отличие от прямых способов передачи, описанных в ОСТ 95 10597, в данном случае процедуры передачи размера разнесены во времени и осуществляются по цепочке: СО более высокого класса → разрушающая МВИ → образцы-свидетели → аттестуемые СО.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Примеры влияющих факторов объектов

Б.1 Случай аттестации СО СГУиК ЯМ

Факторами, влияющими на результаты измерений разрушающей МВИ, могут быть химический состав ЯМ и матрицы объектов. Факторами, влияющими на результаты измерений неразрушающей МСР, могут быть, кроме того, форма и размеры объектов.

Б.2 Случай аттестации СО для вихретокового контроля дефектов в оболочечных трубах

В данном случае объекты представляют собой отрезки трубы с нанесенными на них искусственными дефектами, например, в виде риски треугольной или прямоугольной формы. Факторами, влияющими на результаты измерений разрушающей МВИ (в данном случае – методики измерения размеров дефектов), являются неоднородность глубины дефекта по его длине и другие отклонения формы дефекта от заданной. Эти же факторы влияют и на результаты измерений неразрушающей МСР. Поэтому все искусственные дефекты должны изготавливаться по единой технологии.

Приложение В
(рекомендуемое)

Примеры обработки данных при аттестации образцов-свидетелей

В.1 Допустим, что для исследования было отобрано 5 объектов; для них с помощью неразрушающей МСР были определены величины Y_i и σ_{yi}. Результаты приведены в таблице В.1 (графы Y_i и σ_{yi}).

Таблица В.1

Объект	X_i	σ_{cxi} (σ_{xi})	$\theta_{МВИi}$	$\Delta_{МВИi}$	Y_i	σ_{yi}	ε_{yi}
1	15,32	0,031	0,092	0,110	1085	5	10
2	- (15,71)	- (0,031)	- (0,094)	- (0,113)	1120	6	12
3	-	-	-	-	1123	7	14
4	- (16,03)	- (0,032)	- (0,096)	- (0,115)	1153	9	18
5	16,26	0,033	0,098	0,117	1165	8	16

П р и м е ч а н и е - Объекты 1, 5 во всех случаях являются образцами-свидетелями. Объект 3 во всех случаях – аттестуемый СО. Объекты 2, 4 в некоторых случаях являются аттестуемыми СО; в других случаях – образцами-свидетелями. Если объект является аттестуемым СО, то значения величин X_i , σ_{cxi} , $\theta_{МВИi}$, $\Delta_{МВИi}$ для него не определяются; в этом случае в таблице стоит прочерк. Для объектов 2, 4 в таблице В.1 стоит и прочерк и в скобках значения величин X_i , σ_{cxi} , $\theta_{МВИi}$, $\Delta_{МВИi}$.

В.2 Имеется аттестованная разрушающая МВИ, характеристики относительной погрешности которой равны σ_{cx} = 0,20 % ; $\theta_{МВИ}$ = 0,6 % . В графах σ_{cxi} (σ_{xi}), $\theta_{МВИi}$, $\Delta_{МВИi}$ приведены вычисляемые далее абсолютные значения этих характеристик погрешности, а также абсолютные значения суммарной погрешности разрушающей МВИ $\Delta_{МВИi}$ в точках X_i, представляющих собой результаты измерений объектов с помощью разрушающей МВИ.

В.3 Далее рассмотрены варианты обработки этих данных в следующих случаях:

а) надежно подтвержден монотонно возрастающий характер функции преобразования неразрушающей МСР. Аттестуются три СО;

б) надежно подтвержден монотонно возрастающий характер функции преобразования неразрушающей МСР. Аттестуется один СО;

в) результаты используются для подтверждения монотонно возрастающего характера функции преобразования неразрушающей МСР;

г) надежно подтвержден линейный вид функции преобразования неразрушающей МСР. Применяется метод «вилки» для аттестации трех СО;

д) надежно подтвержден линейный вид функции преобразования неразрушающей МСР. Исследователь не может корректно выделить коррелированную и некоррелированную части погрешности измерений образцов-свидетелей. Аттестуется один СО;

е) аналогично случаю д), но исследователь выделил коррелированную и некоррелированную части погрешности измерений образцов-свидетелей.

В.4 Случай а)

В.4.1 Разрушающей МВИ измерены объекты 1 и 5. Объекты 2 - 4 аттестуются в качестве СО. Это возможно, поскольку выполнены условия пункта 6.2.2 (15,32<16,26 при 1085<1165).

В.4.2 Для всех объектов аттестованное значение равно (15,32+16,26)/2= 15,79 (6.1); погрешность аттестации, Δ_{CO}, объекта 2 равна (6.2)

$$\Delta_{CO} = \sqrt{0{,}117^2 + (16{,}26 - 15{,}32)^2 / 4 + \frac{12^2}{85{,}11^2}} = 0{,}504$$

(берется наибольшее значение $\Delta_{МВИ}$ =0,117).

В.4.3 Аттестованное значение и погрешность округляют в соответствии с ОСТ 95 10351; в результате X_{att}= 15,8±0,5, P=0,95. Для объектов 3 и 4 округленное значение погрешности также равно 0,5.

В.5 Случай б)

В.5.1 Разрушающей МВИ измерены объекты 1, 2, 4 и 5. Объект 3 аттестуется в качестве СО. Это возможно, поскольку выполнены условия пункта 6.2.2 (15,32<15,71<16,03<16,26 при 1085<1120<1153<1165).

В.5.2 Аттестованное значение равно (15,71+16,03)/2= 15,87 (7.1); погрешность СО, Δ_{CO}, равна

$$\Delta_{CO} = \sqrt{0{,}115^2 + (16{,}03 - 15{,}71)^2 / 4 + \frac{14^2}{103{,}125^2}} = 0{,}240$$

(берется наибольшее значение $\Delta_{МВИ}$ =0,115).

В.5.3 Аттестованное значение и погрешность округляют в соответствии с ОСТ 95 10351; в результате X_{att}= 15,87±0,24, P=0,95.

В.6 Случай в)

В.6.1 В случае б) выполнены три неравенства. Этот результат фиксируют и в дальнейшем используют для подтверждения гипотезы о монотонном возрастании функции преобразования.

В.7 Случай г)

В.7.1 Разрушающей МВИ измерены объекты 1 и 5. Объекты 2, 3 и 4 аттестуются в качестве СО. Расчеты по формулам (7.1)-(7.3) дают результаты, приведенные в таблице В.2.

Таблица В.2

Объект	X_i	Δ_i
2	15,73	0,23
3	15,77	0,23
4	16,12	0,26

В.8 Случай д)

В.8.1 Разрушающей МВИ измерены объекты 1, 2, 4 и 5. Объект 3 аттестуется в качестве СО. Расчеты по (7.1) дают X_{att}= 15,75±0,20, P=0,95.

В.9 Случай е)

В.9.1 Разрушающей МВИ измерены объекты 1, 2, 4 и 5. Объект 3 аттестуется в качестве СО. Расчеты по разделу 8 дают X_{att}= 15,75±0,19, P=0,95.

Приложение Г
(справочное)

Сокращения и обозначения

Г.1 В настоящем стандарте применены следующие сокращения:

- СО – стандартный образец;
- ЯМ – ядерный материал;
- МВИ – методика выполнения измерений;
- МСР – методика сравнения;
- СКО – среднее квадратическое отклонение.

Г.2 В настоящем стандарте применены следующие основные обозначения:

- X, X_j - значения физической величины, являющейся аттестуемой характеристикой СО;
- Y, Y_j - значения выходного сигнала неразрушающей МСР;

- $Y=f(a_1, a_2, \ldots a_m, X)$ - функция преобразования неразрушающей МСР (зависимость выходного сигнала Y от измеряемой величины X);
- $a_1, a_2, \ldots a_m$ – параметры функции преобразования неразрушающей МСР;
- m - количество параметров, описывающих функцию преобразования неразрушающей МСР;
- σ_{cx} - СКО случайной составляющей (в условиях сходимости) погрешности разрушающей МВИ;
- $\theta_{МВИ}$ – доверительные границы неисключенной систематической составляющей погрешности разрушающей МВИ для Р=0,95;

$\Delta_{МВИ}$ - доверительные границы суммарной погрешности разрушающей МВИ для Р=0,95;

- θ – доверительные границы коррелированной части погрешности разрушающей МВИ для Р=0,95;
- σ_x – СКО некоррелированной части погрешности разрушающей МВИ;
- σ - СКО случайной составляющей погрешности неразрушающей МСР;
- σ_y - СКО среднего значения выходного сигнала неразрушающей МСР (в случае многократных измерений);
- p – количество измерений (параллельных определений), проводимых с использованием неразрушающей МСР;
- $\beta= dY/dX$ - чувствительность неразрушающей МСР;
- n - количество образцов-свидетелей;
- N - количество импульсов, зарегистрированных за время измерения объекта (если в качестве неразрушающей МСР применяется методика, основанная на регистрации излучения, - гамма-спектрометрическая или методика нейтронных совпадений);
- t - время измерения объекта методикой, основанной на регистрации излучения;
- V, имп/с – скорость счета импульсов методикой, основанной на регистрации излучения;
- $F(b_1, b_2, \ldots b_L)$ – функция, по которой вычисляется результат измерений, если разрушающие измерения проводятся косвенным методом с применением нескольких МВИ;
- $b_1, b_2, \ldots b_L$ – результаты измерений по i–ой МВИ;
- L – количество МВИ;
- $\theta_{МВИi}$ – доверительные границы неисключенной систематической составляющей погрешности i–ой МВИ, участвующей в косвенных измерениях;
- σ_{cxi} - СКО случайной составляющей погрешности i–ой МВИ, участвующей в косвенных измерениях;
- t_p – 95% квантиль распределения Стьюдента с (p-1) степенями свободы;

- X_{att} – аттестованное значение СО;

- Δ_{CO} – погрешность СО;

- I_y – ширина доверительного интервала в точке $X = X_{CO}$, выраженная в единицах величины выходного сигнала;

- I_x – ширина доверительного интервала в точке $X = X_{CO}$, выраженная в единицах величины входного сигнала**;**

- $\chi^2_{0,95,\nu}$ - 95 % квантиль χ^2 – распределения с ν степенями свободы.

Приложение Е
(справочное)

С Т А Н Д А Р Т О Т Р А С Л И
ОСТ 95 10596-2005

Учет и контроль ядерных материалов
Межлабораторная аттестация стандартных образцов
при малом количестве лабораторий

Введение

Действующий ГОСТ 8.532 по межлабораторной аттестации может применяться только при условии участия в аттестации стандартных образцов не менее 10 лабораторий. Для стандартных образцов ядерных материалов, используемых при измерениях в целях учета и контроля, это условие, как правило, является не реальным. Транспортировка образцов урановых материалов связана с большими затратами и сложностями, а в лабораториях используются различные методики выполнения измерений, сильно различающиеся по приписанным значениям погрешностей. Для плутониевых же материалов даже количество лабораторий, имеющих возможность проводить аттестационные измерения, менее 10. Поэтому единственно возможным способом аттестации стандартных образцов ядерных материалов первого класса является способ межлабораторной аттестации при малом количестве лабораторий участников.

В мировой практике аттестации стандартных образцов наивысшей точности этот способ также является основным. При этом в аттестации участвует либо одна лаборатория, либо значение аттестуемой характеристики устанавливается по результатам измерений в малом количестве лабораторий, а часть лабораторий участвует только в подтверждающих измерениях для установления отсутствия грубых промахов.

При межлабораторной аттестации стандартных образцов по ГОСТ 8.532 аттестуемые характеристики и их погрешности устанавливаются по приведенному в этом стандарте универсальному статистическому алгоритму. При межлабораторной аттестации стандартных образцов с малым количеством лабораторий участников центр тяжести всей процедуры ложится не на правильность статистического алгоритма, а на квалификацию экспертов, проводящих организацию межлабораторного эксперимента и установление аттестуемых характеристик. В связи с этим данный стандарт устанавливает необходимость создания совета экспертов, а также направления его деятельности.

В стандарте приведены три варианта аттестации стандартных образцов. Первый вариант – аттестация стандартного образца только в одной лаборатории. Он применяется в случае, когда аттестующая лаборатория владеет методикой выполнения измерений, имеющей погрешность намного меньшую, чем погрешности методик в остальных лабораториях. В этом случае не имеет никакого смысла проводить подтверждающие измерения.

Второй вариант – аттестация стандартного образца в одной аттестующей лаборатории с подтверждающими измерениями. Он применяется, когда погрешность методики выполнения измерений в аттестующей лаборатории в меньшей степени отличается от погрешностей методик в остальных лабораториях, или при равенстве погрешностей методик аттестующая лаборатория имеет больший опыт и квалификацию в проведении измерений аттестуемой характеристики.

Третий вариант – установление значения аттестуемой характеристики стандартного образца по результатам измерений в нескольких лабораториях. Он применяется в случае, когда методики выполнения измерений во всех лабораториях имеют близкие погрешности и невозможно выделить приоритетную лабораторию.

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на процедуры межлабораторной аттестации стандартных образцов первого класса, предназначенных для применения в системе измерений по ОСТ 95 10571 системы государственного учета и контроля ядерных материалов. Стандарт устанавливает порядок организации и проведения межлабораторной аттестации стандартных образцов ядерных материалов при малом количестве лабораторий, участвующих в проведении аттестационных измерений, а также алгоритмы установления значений аттестуемых характеристик и их погрешностей, и предназначен для применения в практической деятельности при аттестации стандартных образцов ядерных материалов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.532-2002 ГСИ. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ

ОСТ 95 10571-2002 Учет и контроль ядерных материалов. Система измерений. Основные положения

3 Термины, определения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **межлабораторный эксперимент:** Экспериментальные исследования, проводимые несколькими лабораториями независимо друг от друга с целью аттестации стандартных образцов или методик выполнения измерений, оценки составляющих погрешности, оценки влияния факторов.

3.1.2 **межлабораторные сличения:** Межлабораторный эксперимент, проводимый для предварительной оценки составляющих погрешности методик выполнения измерений, применяемых в разных лабораториях.

3.1.3 **межлабораторная аттестация стандартного образца:** Межлабораторный эксперимент, проводимый с целью аттестации стандартного образца.

3.1.4 **межлабораторная аттестация стандартного образца с подтверждающими измерениями:** Межлабораторная аттестация, при которой одна из лабораторий является аттестующей, а другие лаборатории – подтверждающими.

3.1.5 **межлабораторная аттестация стандартного образца с установлением метрологических характеристик стандартного образца по результатам измерений нескольких лабораторий:** Межлабораторная аттестация, при которой аттестованное значение стандартного образца и его погрешность устанавливают по результатам измерений всех участвующих лабораторий.

3.1.6 **совет экспертов:** Группа высококвалифицированных специалистов, хорошо знакомых с компетентностью лабораторий и применяемыми в них методиками выполнения измерений, назначаемая организацией-разработчиком стандартного образца.

3.1.7 **аттестующая лаборатория:** Лаборатория, которая устанавливает для аттестуемого стандартного образца значение аттестуемой характеристики и ее погрешности.

3.1.8 **подтверждающая лаборатория:** Лаборатория, результаты измерений аттестуемой характеристики стандартного образца которой используются не для установления ее значения, а для обеспечения уверенности в том, что измерения в аттестующей лаборатории не имеют грубых промахов.

3.1.9 **принятое 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) приписанное 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.

3.2 В настоящем стандарте применены следующие сокращения:

СО – стандартный образец;

ЯМ – ядерный материал;
МВИ – методика выполнения измерений;
СКО – среднее квадратическое отклонение.

4 Предварительное рассмотрение целей межлабораторного эксперимента

Погрешность результатов измерений, полученных при аттестации стандартного образца, можно выразить в виде

$$\Delta = \Delta_{сх} * \Delta_{вс} + \Delta_{пр} \qquad (4.1)$$

где * - знак суперпозиции составляющих $\Delta_{сх}$, $\Delta_{вс}$, $\Delta_{пр}$, которые представляют собой следующее:

$\Delta_{сх}$ – составляющая погрешности, обусловленная случайными факторами, действующими в условиях сходимости. То есть когда результаты измерений получают по одной и той же методике, на одном и том же образце (пробе) или однородных образцах, в одинаковых условиях (практически в одно и то же время, одним исполнителем, с применением одного и того же средства измерений). Эта составляющая погрешности является случайной и может быть уменьшена путем проведения многократных измерений;

$\Delta_{вс}$ – составляющая погрешности, обусловленная факторами, действующими только в условиях воспроизводимости измерений (без учета действия факторов в условиях сходимости). То есть когда результаты измерений получают разные исполнители, в разное время, с использованием разных экземпляров (или даже типов) средств измерений, различных модификаций методики измерений, при этом эффективная оценка этой составляющей возможна только при условии выполнения большого количества параллельных определений в условиях сходимости. При этом если измерения проводятся в одной лаборатории, не все из перечисленных факторов оказывают влияние на разброс результатов измерений. Действительно, в одной лаборатории измерения проводят в разное время и разные исполнители, но обычно на одном и том же приборе;

$\Delta_{пр}$ – составляющая погрешности, которая характеризует правильность измерений.

$\Delta_{сх}$ - случайная составляющая погрешности, $\Delta_{пр}$ - систематическая составляющая погрешности. Составляющая погрешности $\Delta_{вс}$ в зависимости от схемы измерений может быть как случайной, так и систематической.

По отношению к совокупности результатов измерений, полученных в условиях

сходимости (одно и то же время, прибор, исполнители), $\Delta_{вс}$ – систематическая погрешность. По отношению к совокупности результатов измерений, полученных в условиях межлабораторной воспроизводимости, $\Delta_{вс}$ – случайная погрешность. Относительность понятий «случайная» и «систематическая» погрешность хорошо иллюстрируется примером с использованием градуировки. Если при измерениях в течение длительного времени используется одна и та же градуировочная зависимость, то погрешность ее построения является систематической по отношению ко всем полученным результатам. Если градуировочная зависимость строится заново при каждом измерении, то погрешность ее построения войдет в случайную погрешность результата измерения.

Можно продемонстрировать относительность понятий «случайная» и «систематическая» погрешность применительно к $\Delta_{вс}$ и следующим образом. Пусть в *m* лабораториях по одной и той же методике на одном и том же материале с принятым опорным значением определяемой величины получены *m* оценок $\Delta_{вс}$, как разности между опорным и измеренным значениями. Тогда *i*-я оценка является оценкой систематической погрешности *i*-ой лаборатории. Но эта же оценка является *i*-ой реализацией случайной величины на множестве всех лабораторий. В качестве характеристик этой случайной величины можно принять математическое ожидание M($\Delta_{вс}$) и среднее квадратическое отклонение на множестве всех лабораторий – σ($\Delta_{вс}$), которое будет характеризовать разброс возможных реализаций $\Delta_{вс}$. Математическое ожидание M($\Delta_{вс}$), в свою очередь, равно $\Delta_{пр}$.

Изложенное выше рассмотрение составляющих погрешности важно для планирования экспериментальных исследований, необходимых для установления метрологических характеристик стандартного образца – аттестованного значения и погрешности. Для этого надо оценить все составляющие погрешности измерений.

Наиболее просто оценить $\sigma_{сх}$ – характеристику составляющей погрешности $\Delta_{сх}$, обусловленной случайными факторами, действующими в условиях сходимости. Эта характеристика может быть получена из результатов многократных измерений материала СО. Детальное рассмотрение таких исследований описано в разделе 5. Здесь мы отметим только два обстоятельства. Первое - в общем случае для разных лабораторий и даже для разных исполнителей эта составляющая погрешности может быть разной. Второе – для некоторых методик (например, гравиметрических) невозможно дважды измерить одну и ту же пробу. Если материал СО неоднороден, то неоднородность будет давать свой вклад в получаемую величину $\sigma_{сх}$. Влияние неоднородности можно учесть путем проведения эксперимента по методу однофакторного дисперсионного анализа и последующего учета рассчитанной характеристики неоднородности.

По результатам специально спланированных многократных измерений можно

оценить и характеристику $\sigma_{вс}$ погрешности $\Delta_{вс}$, рассматриваемую как случайную величину. Однако при этом необходимо варьировать (рандомизировать) все факторы, влияющие на эти составляющие погрешности.

Рандомизация факторов, влияющих на результаты измерений, может потребовать очень большого количества измерений, возможно, такого, что практически нельзя выполнить. Поэтому необходим поиск иного решения. В качестве такого решения предлагается использование дополнительной информации, позволяющей оценить влияние на погрешность результатов измерений, если не всех, то хотя бы части факторов внутрилабораторной и межлабораторной воспроизводимости, и затем расчетным путем (суммированием составляющих погрешности от разных факторов) определить погрешность аттестации СО. Детальное описание такого подхода приведено в разделе 8. Здесь мы ограничимся рассмотрением двух простых примеров использования дополнительной информации.

Рассмотрим простейший пример межлабораторного эксперимента между

m = 2 лабораториями, проводящими измерения по одной МВИ. Сделаем следующие допущения. В каждой лаборатории в условиях сходимости было проведено по n измерений материала стандартного образца и в результате получены средние значения X_1 и X_2 и оценки СКО $\sigma_{сх1}$ и $\sigma_{сх2}$. При этом отличие $\sigma_{сх1}$ и $\sigma_{сх2}$ друг от друга оказалось незначимым (например, это было установлено путем проверки по критерию Фишера). Допустим также, что метролог, используя дополнительные данные, расчетным способом оценил СКО воспроизводимости, которое оказалось равным $\sigma_{вс}$ (и, естественно, для обеих лабораторий одинаковым, поскольку используется одна и та же методика). Предположим также, что распределения погрешностей – как $\Delta_{сх}$, так и $\Delta_{вс}$ – нормальные.

Таким образом, можно сказать, что погрешность результата измерений X_i при доверительной вероятности P для i-ой лаборатории равна

$$\Delta_i = \sqrt{\left(\frac{t_{(P,\nu_{eff})}\sigma_{сх_i}}{\sqrt{n}}\right)^2 + \left(u_{(P,\infty)}\sigma_{вс}\right)^2}, \qquad (4.2)$$

где $t_{(P,\nu_{eff})}$ – квантиль распределения Стьюдента с ν_{eff} степенями свободы;

$u_{(P,\infty)}$ – квантиль нормального распределения.

Для принятого обычно значения P = 0,95 и нормального закона распределения при бесконечном числе степеней свободы $u_{(P,\infty)}$ = 1,96 (при расчетном значении $\sigma_{вс}$ можно считать, что оно получено при бесконечном числе степеней свободы); значение $t_{(0,95,\nu_{eff})}$ в зависимости от количества степеней свободы $\nu_{eff} = n-1$ можно найти практически в любом справочнике по математической статистике. Необходимо

отметить, что формула (4.2) суммирует две случайные величины. Эта формула не точна (она точна асимптотически, при n стремящемся к бесконечности).

Однако для практических расчетов применение этой формулы (как и ряда других в данном стандарте) вполне оправдано простотой формулы и малой погрешностью расчета.

Для данного материала СО в первой лаборатории получен результат $X_1 \pm \Delta_1$; во второй лаборатории получен результат $X_2 \pm \Delta_2$.

Прежде всего необходимо проанализировать разность средних значений X_1 и X_2. Если бы $\sigma_{вс}$ равнялась нулю, то при сделанных предположениях разность средних значений можно считать незначимо отличающейся от нуля при уровне значимости Q, если выполняется неравенство

$$\left|X_1 - X_2\right| \le t_{Q,(2n-2)} \sqrt{\frac{\sigma^2{}_{cx1} + \sigma^2{}_{cx2}}{n}} . \qquad (4.3)$$

Эта формула математически не точна, коэффициент Стьюдента, входящий в нее, должен соответствовать числу степеней свободы не ($2n$-2), а некоему эффективному числу ν_{eff}, которое меньше, чем ($2n$-2), однако, при большом числе n, этой разницей можно пренебречь.

Однако, поскольку $\sigma_{вс} \neq 0$, математическое ожидание разности $|X_1 - X_2|$ заведомо отлично от нуля, и поэтому с помощью критерия, аналогичного (4.3), можно проверить гипотезу о правильности оценки величины $\sigma_{вс}$. Для этого воспользуемся следующим приближенным критерием

$$\left|X_1 - X_2\right| \le \sqrt{\Delta_1{}^2 + \Delta_2{}^2} , \qquad (4.4)$$

где Δ_1, Δ_2 – вычисленные по формуле (4.2) погрешности результатов измерений для первой и второй лабораторий соответственно (согласно сделанному выше предположению $\Delta_1 \approx \Delta_2 \approx \Delta$).

Величина правой части неравенства (4.4) (значение критерия) зависит от $\sigma_{вс}$ и по сути этот критерий проверяет значимость разности $|X_1 - X_2|$ при Q = 1-P, обусловленной влиянием не только факторов сходимости, но и влиянием факторов воспроизводимости. Если критерий (4.4) не выполняется, это свидетельствует о том, что фактическая величина $\sigma_{вс}$ больше величины, приписанной методике метрологом, например, вследствие того, что метролог учел не все факторы, влияющие на $\sigma_{вс}$. В этом случае СО не может быть аттестован, поскольку погрешность измерений по существу неизвестна. Единственный остающийся вариант – считать величину $\sigma_{вс}$

неизвестной и оценить ее по разности результатов измерений X_1 и X_2:

$$\sigma_{вс} = \frac{|X_1 - X_2|}{\sqrt{2}}. \qquad (4.5)$$

При этом погрешность аттестованного значения СО надо вычислять по формуле

$$\Delta_{0,95}(A_{CO}) = \sqrt{\frac{\left[t_{0,95,(1)}(X_1 - X_2)\right]^2}{2} + t^2_{0,95,(n-1)} \cdot \frac{\sigma^2_{cx1} + \sigma^2_{cx2}}{n}}, \qquad (4.6)$$

но $t_{0,95,(1)}$ = 12,7 и в результате будет получено очень большое значение погрешности аттестованного значения СО, которое окажется неприемлемым.

Если критерий (4.4) выполнен, то метролог правильно оценил величину $\sigma_{вс}$, и погрешность измерений в каждой лаборатории действительно определяется формулой (4.2). В этом случае в качестве аттестованного значения стандартного образца A_{CO} надо принять среднее арифметическое

$$A_{CO} = \frac{X_1 + X_2}{2}. \qquad (4.7)$$

Погрешность аттестованного значения СО в этом случае вычисляют по формуле

$$\Delta_{0,95}(A_{CO}) = 1{,}96 \cdot \sqrt{\sigma^2_{вс} + \frac{\sigma^2_{cx1} + \sigma^2_{cx2}}{n}} \qquad (4.8)$$

или через интервальные оценки

$$\Delta(A_{CO}) = \sqrt{\frac{\Delta_1{}^2 + \Delta_2{}^2}{2}}.$$

Рассмотрим другой пример, когда измерения в двух лабораториях проводятся одним и тем же методом, но в первой лаборатории предприняты специальные меры по уменьшению погрешности измерений, например, применены более точные весы, мерная посуда, стабилизированы источники электропитания аппаратуры и т.д. В результате расчетов погрешности метрологом оказалось, что $\Delta_1 < \Delta_2$. В этом случае критерий правильности оценки величин $\sigma_{вс}$ будет также выражаться неравенством (4.4), но при расчете аттестованного значения СО и погрешности использовать

формулы (4.5) и (4.6) некорректно вследствие неравноточности результатов измерений.

Учесть неравноточность результатов измерений можно путем использования статистических весов, которые, как известно из математической статистики, обратно пропорциональны дисперсиям результатов измерений, то есть, считая Δ_i распределенными нормально,

$$W_i = \left(\frac{1{,}96}{\Delta_i}\right)^2 . \qquad (4.9)$$

Если критерий (4.4) выполнен, то в качестве аттестованного значения СО принимают величину

$$A_{CO} = \frac{\sum_{i=1}^{2} \mathrm{X}_i W_i}{\sum_{i=1}^{2} W_i} . \qquad (4.10)$$

В качестве погрешности аттестованного значения принимают наибольшее из значений экспериментальной ($\Delta_Э$) или теоретической (Δ_T) погрешности, вычисленных по формулам

$$\Delta_T = \frac{1{,}96}{\sqrt{\sum_{i=1}^{2} W_i}} , \qquad (4.11)$$

$$\Delta_Э = 1{,}96\sqrt{\frac{F}{\sum_{i=1}^{2} W_i}} , \qquad (4.12)$$

где F – взвешенная сумма квадратов отклонений от средневзвешенного значения, вычисленного по формуле (4.10):

$$F = \sum_{i=1}^{2} (\mathrm{X}_i - A_{CO})^2 W_i \quad . \qquad (4.13)$$

Может оказаться так, что погрешность второй лаборатории превышает погрешность первой лаборатории в несколько раз. Тогда расчет аттестованного

значения по формуле (4.10) и погрешности по формулам (4.11) или (4.12) практически не повлияет на значения, полученные первой лабораторией. В этом случае межлабораторный эксперимент может служить лишь подтверждением значений, полученных первой лабораторией и аттестация СО по сути будет проводиться по результатам первой лаборатории.

В данном разделе рассмотрены простые примеры. Общие подходы к оцениванию аттестованного значения и погрешности СО рассмотрены в следующих разделах. Тем не менее, даже из этих примеров можно сделать следующие выводы:

а) перед организацией межлабораторного эксперимента целесообразно провести оценивание погрешности измерений по дополнительным данным для каждой лаборатории;

б) результаты межлабораторного эксперимента могут являться критерием правильности оценивания погрешности измерений по дополнительным данным;

в) при правильности оценивания погрешности измерений по результатам межлабораторного эксперимента погрешность аттестации СО может быть уменьшена в сравнении со значением погрешности, оцененным по результатам одной лаборатории;

г) при значительном отличии друг от друга погрешностей измерений в различных лабораториях может оказаться целесообразным проводить аттестацию СО только в одной (получающей наиболее точные результаты) лаборатории;

д) в случае г) результаты других лабораторий (получающих менее точные результаты) могут быть использованы для подтверждения результатов наиболее точной лаборатории.

5 Организация межлабораторного сличения и планирование аттестационных измерений

5.1 Выбор лабораторий

Для выбора лабораторий должен быть создан совет экспертов, который должен состоять из экспертов, хорошо знакомых с методиками выполнения измерений, с методами аттестации МВИ и со статистическими методами.

Совет экспертов принимает решение о привлечении лаборатории для проведения межлабораторного эксперимента, исходя из следующих приоритетов:

а) наличие МВИ, аттестованной в соответствии с подходами, изложенными в разделе 6;

б) регулярное подтверждение показателей точности, сходимости и воспроизводимости МВИ путем проведения внутрилабораторного контроля;

в) наличие данных, позволяющих экспертным путем оценить показатели точности, сходимости и воспроизводимости МВИ;

г) применение в МВИ средств измерений с известными метрологическими характеристиками, оборудования, адекватность применяемых измерительных и

вспомогательных процедур, процедур подготовки проб.

Перечисление а) чрезвычайно важно по следующей причине. Некоторые МВИ имеют двойное применение – они применяются не только для целей учета и контроля ЯМ, но и, например, для контроля стабильности технологических процессов. В последнем случае при аттестации МВИ составляющая погрешности, обусловленная факторами воспроизводимости, могла вообще не оцениваться или оцениваться при недостаточном уровне рандомизации. В то же время эта составляющая погрешности чрезвычайно важна для планирования и оценивания результатов межлабораторного эксперимента (см. раздел 4). Если вся необходимая достоверная информация об МВИ присутствует, совет экспертов может сделать обоснованные выводы о метрологических характеристиках МВИ и даже, с использованием формул раздела 8, сделать предварительные оценки погрешности аттестации СО для всех описанных ниже возможных схем аттестации.

Если достоверность данных о метрологических характеристиках МВИ вызывает сомнения, то совет экспертов путем анализа данных, указанных в перечислениях а), б) и в), делает экспертные оценки их значений. Если данных недостаточно, то, возможно, потребуется дополнительное изучение возможностей применяемых МВИ, включая анализ МВИ в лаборатории, ее применяющей, а также проведение предварительного межлабораторного эксперимента (сличения).

В конечном итоге работа совета на этой стадии должна закончиться выбором лабораторий и одной из приведенных в этом разделе возможных схем аттестации СО.

Например, если окажется, что только для одной лаборатории имеются достоверные данные о метрологических характеристиках МВИ, или метрологические характеристики МВИ одной лаборатории значительно лучше, чем МВИ других лабораторий, то должна быть выбрана схема аттестации в соответствии с разделом 6. Если одна лаборатория имеет наилучшие метрологические характеристики, но несколько других имеют сравнимые метрологические характеристики, то может быть выбрана схема аттестации в соответствии с разделом 7. Если несколько лабораторий имеют близкие метрологические характеристики, то должна быть выбрана схема аттестации в соответствии с разделом 8.

5.2 Планирование межлабораторных сличительных измерений и выбор методик

Задачами совета экспертов являются:

- планирование и координация экспериментов;
- принятие решений по количеству измерений в каждой лаборатории, по формам их представления и по количеству требуемых значащих цифр;
- назначение лица, ответственного за статистическую обработку экспериментальных данных;
- принятие решения о назначении лаборатории, где будут проводиться аттестационные измерения;

- назначение лица, ответственного за выполнение измерений по программе аттестации;

- рассмотрение инструкций, которые могут быть направлены в лаборатории в дополнение к их МВИ;

- рекомендации по улучшению метрологических характеристик МВИ;

- установление окончательных значений метрологических характеристик СО;

- принятие решений, когда требуются дальнейшие действия (например, когда некоторые лаборатории не подтвердили результаты измерений, полученные в аттестующей лаборатории).

На первом этапе работы совет экспертов разрабатывает программу экспериментов для аттестующей и подтверждающих лабораторий. Программа экспериментов должна быть разработана таким образом, чтобы избежать любой путаницы относительно её целей, предлагаемых к измерениям образцов (проб), схемы аттестации СО.

В программу включается следующая информация:

- название и адрес организации-разработчика стандартного образца;

- фамилия и адрес лица, ответственного за выполнение измерений по программе аттестации, и других специалистов, задействованных в реализации программы;

- цель программы;

- название и адрес лаборатории или лабораторий, выполняющих программу или части программы (например, отбор, упаковка и рассылка образцов (проб), исследование однородности материала стандартного образца) и число участников;

- описание проб материала СО;

- описание информации, которая предоставляется участникам, и календарный план всех этапов работ;

- предполагаемые сроки начала и окончания измерений;

- информация о методах или методиках, которые могут потребоваться участникам для выполнения измерений (обычно это их рабочие методики);

- перечень сведений, которые должны представить участники, в том числе необходимое количество параллельных измерений, число значащих цифр в результатах измерений, единицы измерения, способ калибровки средства измерения и используемые при этом эталоны, формат выходных данных и т. д.;

- описание степени, до которой должны быть преданы гласности выводы по результатам измерений.

Пример программы экспериментов для подтверждающей лаборатории приведен в приложении А.

Следует также уделить внимание подготовке образцов (проб) стандартного образца перед их рассылкой в лаборатории. Образцы (пробы) должны отбираться от материала СО произвольным образом, количество материала должно быть достаточным для выполнения измерений в каждой лаборатории с учетом возможности случайных потерь при отборе проб или при проведении измерений. Важным является

также и упаковка образцов (проб), которая должна обеспечивать удобство в работе и стабильность материала пробы.

Важно, чтобы для материала СО была предварительно оценена характеристика однородности и чтобы материал образца был достаточно однородным с тем, чтобы любые результаты, позже идентифицированные как экстремальные, не приписывались вариации от неоднородности.

Подготовленные образцы (пробы) направляются в участвующие лаборатории для проведения измерений одновременно.

При проведении измерений в лабораториях операторы должны строго выполнять все процедуры, приведенные в МВИ а также, что крайне важно для нестабильных материалов, сроки проведения измерений. Если совет экспертов предложил некоторые усовершенствования МВИ, то перед началом измерений СО эти усовершенствования должны быть опробованы и усвоены операторами. Результаты измерений должны быть занесены в специальные формы, разработанные советом экспертов. Если в процессе измерений все же произошли отклонения от процедур, предусмотренных в МВИ или в усовершенствованиях, то эти отклонения должны быть обязательно приведены в итоговом отчете лаборатории о проведенных измерениях.

5.3 Оценивание результатов межлабораторного эксперимента

На основании результатов, полученных из аттестующей лаборатории, рассчитывается значение аттестуемой характеристики и ее погрешность в соответствии с алгоритмом, приведенным в разделе 6. Количество результатов, полученных в аттестующей лаборатории, должно быть представительным (не менее 20). При этом эксперимент следует спланировать так, чтобы результаты были получены группами в разные дни и разными операторами, чтобы исключить возможный систематический сдвиг среднего значения, обусловленный временным и человеческим факторами.

После получения результатов измерений от лабораторий, участвующих в работе, проводится их предварительный статистический анализ. Статистическая модель и используемые методы анализа данных должны быть документированы наряду с кратким описанием обоснования их выбора. Соответствующее статистическое моделирование является важным. Особое внимание надо уделить следующим вопросам:

- сходимость, воспроизводимость и правильность результатов проводимых измерений;
- методики, используемые для оценки аттестованного значения;
- число участвующих лабораторий;
- количество повторных измерений, которые проводились на каждом образце (пробе);
- методы, используемые для выявления выбросов результатов.

Анализ результатов измерений, как статистическая задача, предусматривает следующие этапы:

- проверка полученных результатов на наличие грубых промахов;
- обработка выбросов и других нерегулярностей;
- отбраковка, в случае необходимости, лабораторий по соответствующим критериям.

При этом следует применять методы, позволяющие свести к минимуму влияние экстремальных результатов.

Окончательный статистический анализ проводится в соответствии с разделом 7 или 8 в зависимости от выбранной модели межлабораторного эксперимента.

6 Установление аттестуемых характеристик по результатам измерений в одной лаборатории без подтверждающих измерений

Данный раздел посвящен аттестации СО в случае, когда по результатам предварительного межлабораторного сличения или по экспертным оценкам, базирующимся на косвенных данных (включающим, в том числе, и результаты аттестации МВИ), выбрана одна лаборатория. Подтверждающие измерения при этом не проводятся.

Приведенный ниже алгоритм применяют при выполнении следующих требований:

а) характеристики стандартных образцов определяют с применением аттестованных МВИ, для которых известна величина θ - значение неисключенной систематической составляющей погрешности, которое не должно превышать допускаемой погрешности аттестации стандартных образцов, установленной в техническом задании;

б) результаты отдельных измерений по МВИ подчиняются нормальному закону распределения.

При установлении аттестованного значения СО – A_{CO} и погрешности аттестованного значения $\Delta(A_{CO})$ проводят многократные измерения аттестуемой характеристики СО. Отдельный результат измерения X_i может быть получен как прямыми, так и косвенными измерениями, то есть значение X_i получают из результатов измерений l величин a_{1i}, a_{2i}, … a_{li}:

$$X_i = f(a_{1i}, a_{2i}, \dots a_{li}) . \qquad 6.1)$$

Вычисляют среднее значение аттестованного значения по формуле

$$A_{CO} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} Xi \qquad (6.2)$$

и среднее квадратическое отклонение по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(A_{CO} - \mathrm{X}_i)^2}{n-1}} . \qquad (6.3)$$

Здесь n>15 – количество параллельных определений (количество параллельных определений может быть уменьшено, если априори известно, что погрешность аттестационного анализа будет удовлетворять условиям технического задания на СО и при малом количестве n).

Проверяют гипотезу о нормальном законе распределения результатов параллельных определений. Несоответствие результатов нормальному распределению, как правило, свидетельствует о промахах при измерениях. В этом случае необходимо тщательно повторить всю серию измерений.

Доверительные границы (интервал) случайной погрешности результата измерений для доверительной вероятности P = 0,95, вычисляют по формуле

$$\varepsilon = \frac{t_{(n-1),0,95} S}{\sqrt{n}} , \qquad (6.4)$$

где $t_{(n-1),0,95}$ - коэффициент Стьюдента для доверительной вероятности 0,95 для (n-1) степеней свободы.

Погрешность аттестационного анализа Δ_{CO} вычисляют по формуле

$$\Delta_{CO} = \sqrt{\varepsilon^2 + \theta^2} , \qquad (6.5)$$

где θ - значение неисключенной систематической составляющей погрешности МВИ, использованной при аттестации СО.

Если результаты получены косвенными измерениями, и для каждой величины a_{1i}, a_{2i}, … a_{li} известны θ_i - значения неисключенной систематической составляющей погрешности, то θ вычисляют по формуле

$$\theta = K\sqrt{\sum_{i=1}^{l}(\partial f / \partial a_i)^2 \theta_i^2} . \qquad (6.6)$$

Коэффициент K принимают равным 1, если одна из составляющих погрешности в три или более раз превышает сумму всех остальных составляющих, в противном случае коэффициент K принимают равным 1,1.

Значение погрешности аттестованного значения СО $\Delta(A_{CO})$ вычисляют по

формуле

$$\Delta(A_{CO}) = \sqrt{\Delta_{CO}{}^2 + (1{,}96\sigma_н)^2}\ , \qquad (6.7)$$

где $\sigma_н$ – среднее квадратическое отклонение погрешности от неоднородности СО.

7 Установление аттестуемых характеристик по результатам измерений в одной лаборатории с подтверждающими измерениями

Данный раздел посвящен аттестации СО в случае, когда по результатам предварительного межлабораторного сличения или по экспертным оценкам, базирующимся на косвенных данных (включающим, в том числе, и результаты аттестации МВИ), выбрано ограниченное количество лабораторий m ($m < 10$), которые могут быть привлечены к аттестации. При этом установлено, что одна из лабораторий может быть признана в качестве аттестующей, то есть ее результаты измерений будут участвовать в расчете аттестованного значения СО и его погрешности, а другие лаборатории могут быть признаны в качестве подтверждающих, то есть их результаты измерений будут использоваться только для подтверждения отсутствия грубых промахов в результате аттестации СО. Практически из-за высокой стоимости и большой трудоемкости работы с ядерными материалами количество лабораторий m не будет превышать шесть - восемь.

Для этого рассчитывают средневзвешенное значение A результатов подтверждающих измерений

$$A = \frac{\sum_{k=1}^{m} A_k W_k}{\sum_{k=1}^{m} W_k}\ , \qquad (7.1)$$

$$W_k = \left(\frac{1{,}96}{\Delta_{COk}}\right)^2\ , \qquad (7.2)$$

где m – количество лабораторий, участвующих в подтверждающих измерениях;

k – порядковый номер лаборатории;

W_k – статистический вес результата измерения k-ой лаборатории;

A_k – результат измерений, полученный в k-ой лаборатории;

Δ_{COk} - погрешность аттестационного анализа k-ой лаборатории, определенная в соответствии с разделом 6.

Далее рассчитывают погрешность средневзвешенного значения подтверждающих результатов измерений

$$\Delta_{подтв} = \sqrt{\sum_{k=1}^{m} \Delta^2{}_{COk}} \qquad (7.3)$$

и проверяют отсутствие значимого расхождения средневзвешенного значения A с результатом, полученным в аттестующей лаборатории $A_{атт}$ по критерию

$$\left| A - A_{атт} \right| \le \sqrt{\Delta^2{}_{подтв} + \Delta^2{}_{атт}}\ , \qquad (7.4)$$

где $\Delta_{атт}$ - погрешность результата $A_{атт}$, полученного в аттестующей лаборатории.

Если критерий (7.4) выполняется, то результаты аттестации признаются удовлетворительными, а аттестация – состоявшейся. Стандартному образцу присваивается аттестованное значение A_{CO}, равное $A_{атт}$, с погрешностью $\Delta(A_{CO})$, равной $\Delta_{атт}$.

Если имеет место значимое расхождение средневзвешенного результата подтверждающих лабораторий с результатом аттестующей лаборатории, то совет экспертов должен проанализировать причины неудовлетворительного результата и разработать план дальнейших действий. Например, может оказаться, что один из подтверждающих результатов имеет наибольший статистический вес (наименьшее значение Δ_{COk}) при наибольшем отклонении результата измерения A_k от результата аттестующей лаборатории. При этом если в подтверждающих измерениях участвовало еще несколько лабораторий, может быть принято решение об исключении данного результата из группы подтверждающих и проведен повторный расчет по оценке значимости расхождений. И, вероятно, результат будет положительным, аттестация стандартного образца будет признана состоявшейся. Если же в подтверждающих измерениях участвовало всего две лаборатории, то, очевидно, что такой «аномальный» результат исключать нельзя. Целесообразно спланировать и провести дополнительный эксперимент по подтверждению результатов аттестационных измерений, возможно с привлечением новой лаборатории. При получении вновь неудовлетворительных результатов аттестация СО признается неудачной и должна быть назначена другая аттестующая лаборатория. Эксперимент по аттестации СО при этом должен быть проведен заново.

8 Установление метрологических характеристик СО по результатам измерений нескольких лабораторий

8.1 Применение нескольких аттестованных МВИ, основанных на различных методах

Предполагается, что для аттестации СО применяются аттестованные МВИ, основанных на различных методах и имеющих разные погрешности, например, для

определения массовой доли урана применяются титриметрическая и кулонометрическая МВИ. В этом случае эти МВИ могут иметь значимые систематические расхождения друг с другом. Поэтому, прежде чем рассчитывать аттестованное значение СО, необходимо убедиться в их отсутствии.

Если по двум различным МВИ получены в соответствии с разделом 7 значения аттестуемой характеристики СО, равные A_1 и A_2, и соответствующие погрешности аттестационного анализа Δ_{CO1} и Δ_{CO2}, то разность $|A_1 - A_2|$ считают незначимой, если

$$|A_1 - A_2| \le \sqrt{\Delta^2{}_{CO1} + \Delta^2{}_{CO2}}\ . \qquad (8.1)$$

П р и м е ч а н и е – Условие (8.1) справедливо, если неоднородностью материала СО можно пренебречь. В противном случае в (8.1) и далее вместо значений погрешности аттестационного анализа Δ_{COi} необходимо использовать значения погрешности Δ_{COk}, полученные с учетом неоднородности, что в случае большой неоднородности материала приведет в конечном итоге и к большому значению погрешности аттестации СО.

Условие (8.1) необходимо проверить для всех пар использованных МВИ. Если оно выполняется, то в качестве аттестованного значения стандартного образца A_{CO} принимают средневзвешенное значение

$$A_{CO} = \frac{\sum_{k=1}^{m} A_k W_k}{\sum_{k=1}^{m} W_k}\ , \qquad (8.2)$$

$$W_k = \left(\frac{1{,}96}{\Delta_{COk}}\right)^2, \qquad (8.3)$$

где k – порядковый номер МВИ,

m – количество МВИ.

Если условие (8.1) не выполняется только для одной пары из использованных МВИ, это означает, что между результатами, получаемыми по этим МВИ, имеются значимые систематические расхождения. В этом случае предпочтение отдается результатам, полученным по МВИ, обеспечивающим наименьшую погрешность аттестации СО и использующим абсолютные методы измерений. Величина разности A_{CO} - A_u (где A_u – принятое опорное значение A_{CO}) используется в качестве поправки при дальнейшем рассмотрении результатов межлабораторного эксперимента.

8.2 Анализ результатов межлабораторного эксперимента

Целью аттестации СО методом межлабораторного эксперимента является уменьшение погрешности аттестации СО за счет уменьшения составляющей погрешности, обусловленной факторами воспроизводимости (разные приборы, разные исполнители, разное время проведения измерений и т.д.), а также выявление возможной некорректности определения этой составляющей при аттестации МВИ или неправильности применения МВИ в отдельных лабораториях, приводящей к увеличению погрешности измерений.

При измерениях применяют, как правило, одну аттестованную МВИ. Возможно применение нескольких аттестованных МВИ, но между применяемыми МВИ не должно быть значимых систематических расхождений (пункт 8.1). В противном случае в результаты измерений должны быть внесены поправки в соответствии с 8.1. Предполагается, что таким образом получены m значений результатов измерений аттестуемой характеристики СО - A_k и соответствующие погрешности аттестационного анализа Δ_{COk} (k от 1 до m).

Вычисляют статистические веса W_k по формуле (8.3) и средневзвешенное значение результатов измерений A_{CO} по формуле (8.2), в которых в качестве m берется количество представленных результатов, а в качестве k – порядковый номер измерения.

Вычисляют взвешенные отклонения

$$Z_k = (A_k - A_{CO})\sqrt{W_k}\ . \qquad (8.4)$$

Вычисляют величину F (взвешенную сумму квадратов отклонений)

$$F = \sum_{k=1}^{m} Z^2{}_k \qquad (8.5)$$

и проверяют значимость расхождений результатов измерений.

Расхождения являются незначимыми, если

$$F \le \chi^2{}_{(m-1),0,95}\ , \qquad (8.6)$$

где $\chi^2{}_{(m\text{-}1),0,95}$ – 95 % квантиль χ^2-распределения с (m -1) степенью свободы.

Если расхождения являются значимыми, то необходимо повторить расчеты, не включая результат с наибольшим по модулю взвешенным отклонением.

Если после этого критерий (8.6) будет выполнен, это означает, что в лаборатории, чей результат был исключен, неправильно применяется МВИ, что

приводит к увеличению фактической погрешности измерений в сравнении с приписанным значением. Этот результат следует отбросить.

Если критерий (8.6) не выполнен и после исключения результата с наибольшим по модулю взвешенным отклонением, это означает, что при аттестации МВИ составляющая погрешности, обусловленная факторами воспроизводимости, была занижена. В этом случае МВИ подлежит переаттестации. Полученные результаты можно использовать для аттестации СО, но значение погрешности аттестационного анализа будет большим (см. формулу (8.9)).

Если критерий (8.6) выполнен, то вычисляют значения

$$\Delta_T = \frac{1{,}96}{\sqrt{\sum_{k=1}^{m} W_k}}, \qquad (8.7)$$

$$\Delta_Э = 1{,}96\sqrt{\frac{F}{(m-1)\sum_{k=1}^{m} W_k}}. \qquad (8.8)$$

В качестве погрешности аттестационного анализа Δ_{CO} принимают наибольшее из значений $\Delta_Э$, Δ_T.

Если критерий (8.6) не выполнен, то погрешность аттестационного анализа Δ_{CO} вычисляют по формуле

$$\Delta_Э = t_{(m-1),0,95}\sqrt{\frac{F}{(m-1)\sum_{k=1}^{m} W_k}}, \qquad (8.9)$$

где $t_{(m-1),0,}$ - 95 % квантиль распределения Стьюдента с (m-1) степенями свободы.

Значение погрешности аттестованного значения СО $\Delta(A_{CO})$ вычисляют по формуле (6.7).

Пример применения описанного алгоритма приведен в приложении Б.

Приложение А
(рекомендуемое)

Пример программы экспериментов по аттестации СО

ПРОГРАММА
проведения подтверждающих измерений содержания урана в материале стандартного образца состава закиси-окиси урана
<u>гравиметрическим методом с пероксидным осаждением</u>
в лабораториях (*<u>наименование лабораторий)</u>*

В рамках программы разработки и создания Российских стандартных образцов состава для разрушающих методов анализа, которые планируется использовать в целях контроля и учета ядерных материалов, ФГУП ВНИИ неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара (г. Москва) проводит разработку стандартного образца содержания урана в закиси-окиси урана.

Ответственные лица и исполнители: _____.

Материал стандартного образца изготовлен в ФГУП УЭХК, г. Новоуральск. Ответственные исполнители: _____.

Программа разработана в целях регламентации проведения измерений массовой доли урана в материале стандартного образца (СО) состава закиси-окиси урана (U_3O_8) гравиметрическим методом с пероксидным осаждением.

Лаборатории-участники подтверждающих измерений: _____
_____.

Характеристика материала СО

Материал СО – мелкодисперсный порошок закиси-окиси урана, приготовленный путем пирогидролиза тетрафторида урана высокой чистоты.

Содержание примесей металлов в материале СО приведено в таблице А.1. Результаты получены масс-спектрометрическим методом.

Суммарное содержание примесей (металл + неметалл) - не более 0,004 у.м.д., % .

Средняя атомная масса урана - 238,044 а.е.м.

Т а б л и ц а А.1 – Примесный состав материала СО

Элемент	Условная массовая доля элемента (по отношению к U), $\cdot 10^4$, %	Элемент	Условная массовая доля элемента (по отношению к U), $\cdot 10^4$, %
Серебро	<0,1	Эрбий	<0,05
Алюминий	<0,1	Европий	<0,05
Бор	<1	Гадолиний	<0,05
Барий	<1	Индий	<0,05
Бериллий	<0,1	Калий	<2
Висмут	<0,1	Литий	<0,1

Кальций	<2	Магний	0,45
Кадмий	<0,05	Марганец	<0,1
Кобальт	<0,05	Молибден	<0,05
Хром	0,22	Натрий	0,8
Медь	0,07	Никель	0,6
Диспрозий	<0,05	Свинец	<0,1
Самарий	<0,05	Ванадий	<0,05
Олово	<0,05	Вольфрам	<0,05
Стронций	<0,05	Цинк	0,3
Титан	<0,1	Железо	1,0
Сумма примесей < 12			

Маркировка, тара и упаковка проб

Материал СО расфасован в стеклянные флаконы по 15 грамм. Флакон помещается в сертифицированный транспортный контейнер типа YKTIA-COT. В каждую лабораторию направляется одна упаковка.

Флакон и контейнер маркируются. Маркировка на флаконе: «Проба материала СО U_3O_8 № … ». Маркировка на контейнере: «Программа аттестационных измерений стандартного образца U_3O_8. Проба № …. Координатор программы ФГУП ВНИИНМ, г. Москва».

Требования безопасности

Условия работы и хранения материала стандартного образца состава закиси-окиси урана должны соответствовать требованиям, установленным в следующих нормативных документах:

- «Основные правила безопасной работы в химических лабораториях», изд-во «Химия», М.-Л., 1979 г.;
- «Нормы радиационной безопасности» (НРБ-99);
- «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности» (ОСПОРБ-99);
- ГОСТ 12.1.004-91 «ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования»;
- ГОСТ 12.1.005-88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны»;
- ГОСТ 12.1.007-76 «ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности».

При транспортировании следует руководствоваться документом «Правила безопасности при транспортировании радиоактивных веществ» (ПБТРВ-73), Атомиздат, М., 1973 г.

Схема измерений

а) Взять для измерений 15 навесок материала стандартного образца и три пробы какого-либо аттестованного СО (ГСО, ОСО, NBS, NBL). Массы проб – в соответствии с МВИ, не менее 600 мг.

б) Провести три серии измерений. В каждой серии измерить одну пробу аттестованного СО, пять проб материала аттестуемого стандартного образца и три «холостых» пробы.

в) Серии измерений провести с временными интервалами, т.е. каждую следующую серию измерений (включая процедуру растворения проб) начинать после завершения предыдущей.

г) Измерения следует завершить в течение двух месяцев после получения материала стандартного образца в лабораторию, но не позже ……..

Рекомендации по выполнению измерений

а) Перед проведением анализа прокалить материал СО при температуре 900 ^{0}С в течение 1 часа на воздухе.

б) Растворение проб проводить в высоких стаканах вместимостью 250 см^3, закрытых стеклом. Возможно проведение растворения в СВЧ-печи.

в) После осаждения обеспечить выдержку осадка пероксида урана в течение 12 - 15 часов (оставить на ночь).

г) Для фильтрации осадка пероксида урана, по возможности, использовать фильтры «белая лента» диаметром 9 - 11 см, изготовленные по ТУ 6-09-1678-95, изготовитель АО «ЭКРОС» (эти фильтры дают низкие и стабильные значения массы золы).

Перед фильтрованием осадка обработать фильтры непосредственно на воронке горячей дистиллированной водой, наполняя полностью фильтры четыре раза (обработка фильтров горячей водой позволяет получить минимальные и более стабильные значения массы золы фильтров).

д) Перед фильтрованием палочкой перемешать осадок и вылить часть раствора на фильтр. Первую порцию фильтрата возвратить в стакан и далее продолжить фильтрацию в соответствии с методикой. В случае прохождения осадка через фильтр эту операцию повторить 2-3 раза. После фильтрации и промывки осадок на фильтре оставить на ночь для высушивания.

е) На следующий день фильтры с осадками осторожно перенести в платиновые тигли, поместить в холодную муфельную печь, включить температуру нагрева 300 ^{0}С. При этой температуре происходит озоление (сжигание) фильтров. После визуальной проверки полноты озоления фильтров включить нагрев до температуры 900 ^{0}С. При этой температуре прокалить тигли в течение двух часов.

Представление результатов

Результаты измерений массовой доли урана представить в виде таблицы (таблица А.2).

Измерения уже аттестованного СО позволяют контролировать систематическую погрешность МВИ в процессе аттестации.

Т а б л и ц а А.2 – Форма представления результатов измерений

№ серии	Дата измерения	№ пробы	X, % м.д.	Масса золы «холостого» опыта, г
I		1 (СО)		$m_{хол1}$
		2 (материал СО)		$m_{хол2}$
		3 (материал СО)		$m_{хол3}$
		4 (материал СО)		
…	…	…	…	

П р и м е ч а н и е – Дополнительно указать:

- наименование использованного в анализе аттестованного СО и его метрологические характеристики;
- тип весов и погрешность взвешивания.

Ответственный за организацию измерений,
должность *Ф.И.О.*

Приложение Б
(рекомендуемое)

Пример применения алгоритмов расчета аттестованного значения и погрешности

Проиллюстрируем описанные алгоритмы числовым примером из реальной практики. В качестве примера рассмотрена аттестация стандартного образца состава закиси-окиси урана. Аттестуемой характеристикой является массовая доля урана общего.

Стандартный образец был аттестован в лаборатории метрологического обеспечения аналитического контроля ФГУП ВНИИНМ (НМ-М) с использованием прецизионной гравиметрической методики с пероксидным осаждением, а затем с целью подтверждения результата аттестационных измерений материал стандартного образца был разослан в следующие лаборатории:

- в аналитическую лабораторию ГУП «НПО «Радиевый институт им. В.Г. Хлопина» (РИ);
- в аналитическую лабораторию ФГУП «Уральский электрохимический комбинат» (УЭХК);
- в аналитическую лабораторию ФГУП «НИИ НПО «Луч» (Луч);
- в аналитическую лабораторию ФГУП ВНИИНМ (НМ-А).

В скобках приведены сокращения названий организаций. Данные организации были выбраны, как наиболее компетентные, имеющие большой опыт работы и, что очень существенно, применявшиеся в этих организациях методики были аттестованы (за исключением кулонометрической методики аналитической лаборатории ФГУП ВНИИНМ).

Результаты измерений приведены в таблице Б.1. В настоящем примере использованы следующие сокращенные наименования методик:

- «Гр» – гравиметрическая методика с пероксидным осаждением (не прецизионный вариант);
- «ПГр» – гравиметрическая методика с пероксидным осаждением (прецизионный вариант);
- «Кл» - кулонометрическая методика с контролируемым потенциалом;
- «ДГ» - методика потенциометрического титрования Дэвиса-Грэя;
- «Тит» - методика высокопрецизионной титриметрии НБЛ.

Т а б л и ц а Б.1 - Результаты измерений

Организация	МВИ	A_k	Δ_k	W_k	A_kW_k	Z_k	Z_k^2	χ^2	$W_{n,k}$
НМ-М	ПГр	**84,784**	**0,016**	15006	1272290	0,255	0,065	11,07	0,855
РИ	ДГ	84,763	0,06	1067	90451,54	-0,618	0,382		0,061
УЭХК	Гр	84,787	0,12	267	22619,29	0,083	0,007		0,015
Луч	Гр	84,742	0,12	267	22607,28	-0,652	0,425		0,015
Луч	ДГ	84,791	0,16	150	12723,95	0,111	0,012		0,009
НМ-А	Кл	84,778	0,07	784	66465,95	-0,110	0,012		0,045
			Сумма	17541	1487158	-	0,903	-	-
Средн.		84,774		Ср.взвеш.	**84,782**				
СКО		0,019		$\Delta_Э$	0,0063				
$\Delta_{ГОСТ}$		0,019		$\Delta_Т$	**0,015**				

П р и м е ч а н и е - $\Delta_{ГОСТ}$ – погрешность СО, рассчитанная в соответствии с ГОСТ 8.532.

Средние результаты измерений массовой доли урана приведены в столбце 3. Для всех методик были оценены погрешности измерений для Р = 0,95 в соответствии с разделом 6. Эти значения

приведены в столбце 4. Легко убедиться с использованием критерия (8.1), что различные методики не имеют значимых систематических расхождений друг относительно друга. Поэтому дальнейшие расчеты проводились по формулам (8.2) – (8.9). Вычисления проводились с использованием электронных таблиц Microsoft Excel. В столбце 5 приведены вычисленные по формуле (8.3) статистические веса W_k . Средневзвешенное значение результатов измерений A, вычисленное по формуле (8.2), составило 84,782 %.

Далее вычисляли взвешенные отклонения по формуле (8.4) (столбец 7) и взвешенную сумму квадратов отклонений F, которая составила 0,903. Критерий (8.6) выполнен, поскольку значение квантиля χ^2–распределения для m = 5 составило 11,08.

Далее по формулам (8.8) и (8.9) вычисляли значения $\Delta_Э$, Δ_T. В качестве погрешности аттестационного анализа принято наибольшее из значений $\Delta_Э$, Δ_T, т.е. Δ_T = ± 0,015 %, P = 0,95. Полученное значение погрешности практически не отличается от погрешности, полученной основной аттестующей лабораторией - лабораторией метрологического обеспечения аналитического контроля ФГУП ВНИИНМ (± 0,016 %). Иными словами, применение схемы межлабораторного эксперимента с участием всех лабораторий в определении аттестованного значения практически не привело к уменьшению погрешности. Это произошло потому, что погрешность результатов измерений этой лаборатории намного меньше, чем погрешности результатов измерений всех других лабораторий и в результате вклад других лабораторий в результаты аттестации стандартного образца очень мал. Это иллюстрируется значениями нормированных статистических весов

$$W_{nk} = \frac{W_k}{\sum_{k=1}^{m} W_k}, \qquad (Б.1)$$

приведенных в столбце 10. Например, статистический вес лаборатории метрологического обеспечения аналитического контроля ФГУП ВНИИНМ в 0,855/0,015 = 57 раз больше статистического веса УЭХК. Поэтому в рассмотренном примере результаты других лабораторий могут быть использованы только для подтверждения (отсутствия грубого промаха) результата основной лаборатории, что, собственно, и было сделано.

Межлабораторный эксперимент может привести к уменьшению погрешности аттестации стандартного образца, если две или более лабораторий имеют близкие погрешности. Проиллюстрируем это на таком примере. Кроме приведенных выше результатов лаборатория метрологического обеспечения аналитического контроля ФГУП ВНИИНМ провела измерения материала стандартного образца и по методике высокопрецизионной титриметрии НБЛ. К сожалению, на момент аттестации стандартного образца эта методика не была аттестована. Поэтому включение полученных по ней результатов в схему расчетов некорректно. Тем не менее, для целей иллюстрации мы сделали это. При оценке погрешности результатов измерений случайная составляющая рассчитывалась обычным способом, а в качестве неисключенной систематической составляющей было принято значение погрешности аттестации американского стандартного образца CRM-129 (± 0,015 %), по которому осуществлялся контроль качества измерений. Принятое для расчетов значение погрешности измерений массовой доли урана в стандартном образце составило ± 0,017 %.

В таблице Б.2 приведены результаты расчетов, включающие результаты измерений по титриметрической методике.

Т а б л и ц а Б.2 - Результаты расчетов, включающие результаты измерений по титриметрической методике

Организация	МВИ	A_k	Δ_k	W_k	A_kW_k	Z_k	Z_k^2	χ^2	$W_{n,k}$
НМ-М	ПГр	**84,784**	**0,016**	15006	1272290	-0,225	0,051	12,592	0,487
РИАН	ДГ	84,763	0,06	1067	90451,54	-0,746	0,556		0,035
УЭХК	Гр	84,787	0,12	267	22619,29	0,019	0,000		0,009
Луч	Гр	84,742	0,12	267	22607,28	-0,716	0,513		0,009
Луч	ДГ	84,791	0,16	150	12723,95	0,063	0,004		0,005
НМ-А	Кл	84,778	0,07	784	66465,95	-0,219	0,048		0,025
НМ-М	Тит	84,791	0,017	13293	1127104	0,595	0,355		0,431
			Сумма	30834	2614262	-	1,527	-	-
	Средн.	84,777		Ср.взвеш.	**84,786**	-	-	-	-
	СКО	0,018		$\Delta_Э$	0,0056	0,0070	-	-	-
	$\Delta_{ГОСТ}$	0,017		$\Delta_Т$	**0,011**	-	-	-	-

Погрешность удалось уменьшить до ± 0,011 %, причем основной вклад в аттестованное значение и в уменьшение погрешности дали две методики – прецизионная гравиметрическая методика и титриметрическая методика. Почти такую же погрешность (± 0,012 %) мы получим, если включим в расчет только эти две методики. Этот расчет приведен в таблице Б.3.

Т а б л и ц а Б.3 - Расчет по двум МВИ

Организация	МВИ	A_k	Δ_k	W_k	A_kW_k	Z_k	Z_k^2	χ^2
НМ-М	ПГр	**84,784**	**0,016**	15006	1272290	-0,403	0,162	3,841
НМ-М	Тит	84,791	0,017	13293	1127104	0,428	0,183	
			Сумма	28299	2399394	-	0,345	-
	Средн.	84,788		Ср.взвеш.	**84,787**	-	-	-
	СКО	0,005		$\Delta_Э$	0,0028	0,031	-	-
	$\Delta_{ГОСТ}$	0,044		$\Delta_Т$	**0,012**	-	-	-

В таблицах Б.1 – Б.3 также приведены результаты расчетов аттестованного значения и погрешности по следующей методике. В качестве аттестованного значения бралось среднее арифметическое всех результатов, включаемых в расчет

$$A = \frac{\sum_{k=1}^{m} A_k}{m}, \qquad (Б.2)$$

а погрешность вычислялась по формуле

$$\Delta_{ГОСТ} = \frac{t\sigma}{\sqrt{m}}, \qquad (Б.3)$$

где $$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^{m}(A_k - A)^2}{m-1}}\,. \qquad (Б.4)$$

Такая методика расчета за небольшими отклонениями описана в ГОСТ 8.532. Отличия этого алгоритма от описанного в ГОСТ 8.532 следующие: ГОСТ 8.532 требует, чтобы количество лабораторий было не менее 10; среднее квадратическое отклонение вычисляется иначе – не по формуле (Б.4). Как видно из таблиц, полученные значения $\Delta_{ГОСТ}$ значительно больше рассчитанных нами выше. О неприменимости ГОСТ 8.532 при малом количестве лабораторий уже говорилось выше. Здесь же мы еще раз подчеркнем, что алгоритм расчета по формулам (Б.2) - (Б.4) не учитывает также и то обстоятельство, что результаты измерений, полученные в разных лабораториях и по разным методикам, неравноточны. От этих недостатков свободен предложенный нами алгоритм.

Приложение Ж
(справочное)

С Т А Н Д А Р Т О Т Р А С Л И
ОСТ 95 10597-2005

Учет и контроль ядерных материалов
Аттестация стандартных образцов методом передачи размера

Введение

В системе государственного учета и контроля ядерных материалов в соответствии с ГОСТ Р 8.609 вводится вертикальная схема передачи размера единиц. В этой системе применяются аттестованные стандартные образцы трех классов, связанных с положением стандартного образца в схеме передачи размера единиц. Аттестация стандартных образцов второго и третьего классов может проводиться только путем передачи размера от стандартного образца первого класса к стандартному образцу второго или третьего классов и от стандартного образца второго класса к стандартному образцу третьего класса. Возможна ситуация, когда стандартные образцы второго или третьего класса были разработаны до утверждения стандартного образца первого класса. В этом случае предусматривается процедура обязательного сличения этих стандартных образцов со стандартным образцом первого класса, утвержденным позднее, и возможность корректировки ранее установленных аттестованных значений.

Стандартные образцы высшей точности разрабатывают и аттестуют уполномоченные на то организации с применением методик выполнения измерений основанных на абсолютных методах измерений и имеющих наименьшие погрешности. Как правило, такие методики проходят специальные метрологические усовершенствования для этих целей. Стандартные образцы высшей точности уже далее применяются для аттестации так называемых рабочих стандартных образцов (т.е. стандартных образцов второго и третьего классов по терминологии ГОСТ 8.609) путем использования аттестованных методик для передачи размера единиц.

Поскольку ядерные материалы в пределах предприятия перемещаются из одной зоны баланса в другую и могут перемещаться из одного предприятия в другое, то в системе государственного учета и контроля ядерных материалов принципиально важным является обеспечение единства измерений. Наиболее эффективным способом обеспечения единства измерений является создание системы стандартных образцов, значения аттестуемых характеристик которых согласованы со значением аттестуемой характеристики стандартного образца высшей точности. Наиболее простым и

эффективным способом этого согласования является взаимное сравнение стандартных образцов, т.е. передача размера единиц от стандартного образца высшей точности к стандартному образцу более низкой точности.

При проведении исследований по установлению метрологических характеристик стандартных образцов второго и третьего классов обязательно использование стандартного образца более высокого класса по сравнению с тем, который предполагается установить для данного стандартного образца. Использование стандартного образца более высокого класса означает передачу размера единиц путем измерения значения аттестуемой характеристики методом сравнения с аттестованным значением стандартного образца более высокого класса. При этом передача размера может происходить либо путем прямого сравнения, либо использованием стандартного образца более высокого класса для калибровки (градуировки) прибора в методике выполнения измерений, применяемой для аттестации.

Аттестационные исследования стандартных образцов проводят в лабораториях, прошедших оценку состояния измерений или аккредитацию в установленном в отрасли порядке. Для передачи размера единиц должны применяться аттестованные методики сравнения, представляющие собой стандартизованные методики выполнения измерений (в случае необходимости, модернизированные в части минимизации неисключенной систематической составляющей погрешности). Методики, на основе которых разрабатываются методики сравнения, применяемые для аттестации стандартных образцов, должны соответствовать требованиям ОСТ 95 10351 и ОСТ 95 924. Значения аттестуемых характеристик устанавливают путем исследования каждого экземпляра стандартного образца (для неделимых стандартных образцов) или исследования образцов (проб), представительных для всей партии стандартного образца. Во втором случае аттестованное значение присваивается всей партии.

Перед проведением аттестационных измерений должна быть разработана программа аттестации. Программа аттестации стандартных образцов второго класса проходит экспертизу и утверждение во ФГУП ВНИИНМ. Программа аттестации стандартных образцов третьего класса проходит экспертизу и утверждение в порядке, принятом на предприятии, аттестующем стандартные образцы. Результаты исследования стандартного образца включают в научно-исследовательский или технический отчет или протокол об аттестации стандартного образца. По окончании аттестации стандартного образца второго класса отчет или протокол об аттестации вместе с комплектом технических документов направляется во ФГУП ВНИИНМ на экспертизу, присвоение класса, утверждение и регистрацию. По окончании аттестации стандартного образца третьего класса утверждение и регистрация проходят в порядке, принятом на предприятии, аттестующем стандартный образец.

В настоящем стандарте приведены следующие разновидности метода сравнения для установления значений аттестуемых характеристик, применяемые при передаче размера единиц:

- дифференциальный метод;

- метод «пропорции»;
- метод «вилки»;
- метод градуировки;
- метод косвенных измерений.

Дифференциальный метод применяется, когда значения аттестуемой характеристики в аттестованном и аттестуемом стандартных образцах близки, а методика выполнения измерений, используемая для аттестации, не требует построения градуировочной характеристики по стандартным образцам.

Метод «пропорции» применяется, когда значения аттестуемой характеристики в аттестованном и аттестуемом стандартных образцах близки, а методика выполнения измерений, используемая для аттестации, требует построения градуировочной характеристики по стандартным образцам и при этом установлено, что гра-

дуировочная характеристика линейная и проходит через ноль ($У = B \cdot X$).

Метод «вилки» применяется, когда имеются два стандартных образца высшей точности, значение аттестуемой характеристики в аттестуемом стандартном образце лежит между значениями аттестованных характеристик этих стандартных образцов, а методика выполнения измерений, используемая для аттестации, требует построения градуировочной характеристики по стандартным образцам, и при этом установлено, что градуировочная характеристика линейная и не проходит через ноль ($У = A+B \cdot X$).

Метод градуировки применяется в случае, когда имеется комплект стандартных образцов высшей точности, а методика выполнения измерений, используемая для аттестации, требует построения градуировочной характеристики по стандартным образцам и при этом установлено, что градуировочная характеристика нелинейная.

Метод косвенных измерений применяется в случае, когда аттестуемая характеристика стандартного образца – это результат вычисления по формуле, включающей в себя результаты измерений различных величин. Например, при аттестации стандартного образца массы урана-235 измеряются массовая доля урана, условная массовая доля урана-235 и масса стандартного образца. При этом передача размера единиц для величины массовой доли урана и условной массовой доли урана-235, входящих в расчетную формулу, проводится одним из четырех вышеприведенных способов, с использованием стандартного образца более высокого класса.

Кроме этих методов в стандарте приводится процедура обеспечения единства измерений (прослеживаемости) для случаев, когда:

- аттестован новый стандартный образец с меньшей погрешностью, по сравнению с погрешностью уже утвержденного стандартного образца первого класса;
- до разработки и аттестации стандартного образца первого класса уже применялись стандартные образцы с большей погрешностью аттестованного значения.

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на процедуры аттестации стандартных образцов второго и третьего классов, предназначенных для применения в системе

измерений по ОСТ 95 10571 системы государственного учета и контроля ядерных материалов. Стандарт устанавливает порядок организации и проведения аттестации стандартных образцов ядерных материалов путем передачи размера от стандартного образца более высокой точности к стандартному образцу меньшей точности, а также алгоритмы установления значений аттестуемых характеристик и их погрешностей, и предназначен для применения в практической деятельности при аттестации стандартных образцов ядерных материалов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.609-2004 ГСИ. Стандартные образцы системы государственного учета и контроля ядерных материалов. Основные положения

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

ОСТ 95 10571-2002 Учет и контроль ядерных материалов. Система измерений. Основные положения

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

ОСТ 95 924-98 ОСОЕИ. Требования к построению, содержанию, изложению и оформлению методик анализа проб веществ и материалов

3 Термины, определения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **передача размера единиц:** Процедура установления значения аттестуемой характеристики стандартного образца второго или третьего класса путем сравнения со значением аттестуемой характеристики стандартного образца более высокого класса.

3.1.2 **метод сравнения:** Метод измерений, в котором измеряемую величину сравнивают с однородной величиной аттестованного стандартного образца более высокого класса**.**

3.1.3 **методика сравнения:** Методика (совокупность правил и процедур), применяемая для передачи размера аттестуемой характеристики от стандартного образца более высокого класса к аттестуемому стандартному образцу и использующая метод сравнения.

3.2 В настоящем стандарте применены следующие сокращения:

СО – стандартный образец;

ЯМ – ядерный материал;

МВИ – методика выполнения измерений;

МСР – методика сравнения;

ПСС - пропорциональная составляющей систематической погрешности

методики сравнения;

СКО – среднее квадратическое отклонение.

4 Передача размера дифференциальнім методом

Данный метод аттестации СО основан на последовательных измерениях аттестованного СО высшего класса и аттестуемого СО при условии, что МСР свободна от значимой пропорциональной составляющей систематической погрешности.

Проверка отсутствия у МСР значимой ПСС погрешности основывается на методе добавок. При этом важно, чтобы при измерениях по МСР была обеспечена минимизация вклада в результат измерения влияющих факторов пробы. Подробно алгоритм оценки значимости ПСС приведен в приложении А.

При использовании дифференциального метода параллельно с измерением каждой пробы аттестуемого СО проводят измерение аттестуемой характеристики СО высшего класса для получения n пар сопряженных значений A_j, A_{aj} (j от 1 до n; $n \geq 20$).

Для уменьшения влияния временного фактора на погрешность измерений рекомендуется следующий порядок выполнения параллельных определений: первое определение аттестуемого СО (A_1), первое определение аттестованного СО (A_{a1}), второе определение аттестуемого СО (A_2), второе определение аттестованного СО (A_{a2}) и т.д.

Вычисляют разности $R_j = A_j - A_{aj}$, среднее значение R и среднее квадратическое отклонение σ_R по формулам

$$R = \sum_{j=1}^{n} \frac{R_i}{n}, \tag{4.1}$$

$$\sigma_R = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{n} (R_i - R)^2}{n-1}}. \tag{4.2}$$

Аттестованное значение СО A_{CO} принимают равным

$$A_{CO} = A_a + R, \tag{4.3}$$

где A_a – аттестованное значение СО более высокого класса.

Погрешность аттестованного значения СО принимают равной

$$\Delta(A_{CO}) = \sqrt{\frac{(t_{(n-1),0,95}\sigma_R)^2}{n} + \Delta_a{}^2 + \theta_{пр}{}^2 R^2}\ , \qquad (4.4)$$

где $t_{(n-1),0,95}$ - коэффициент Стьюдента для доверительной вероятности 0,95 для (n-1) степеней свободы;

Δ_a – погрешность аттестованного СО более высокого класса;

$\theta_{пр}$ – относительное значение пропорциональной составляющей неисключенной систематической составляющей погрешности методики сравнения.

Очевидно, что при аттестации СО разработчик стремится к получению наилучшей, т.е. имеющей минимально возможное значение, погрешности значения аттестуемой характеристики. Из трех составляющих, формирующих в соответствии с формулой (4.4) погрешность аттестованного значения СО, значения первой и третьей могут варьироваться в зависимости от того, как был организован эксперимент по передаче размера. Вторая составляющая является характеристикой, приписанной стандартному образцу высшего класса, и в данном эксперименте не может быть модифицирована. Таким образом, наилучшее значение погрешности может быть достигнуто в случае, когда первая и третья составляющая будут иметь значения, статистически незначимые по сравнению с Δ_a, т.е. не превысят значения $\frac{1}{3}\Delta_a$.

Рассмотрим возможные пути минимизации этих составляющих.

Первая составляющая характеризует случайное рассеяние значения R и может быть минимизирована путем увеличения количества определений n.

Третья составляющая представляет собой произведение двух величин – относительного значения пропорциональной составляющей неисключенной систематической погрешности методики сравнения $\theta_{пр}$ и значения R, характеризующего фактически близость значений аттестуемой характеристики в аттестуемом СО и в образце высшего класса.

Следовательно, при планировании эксперимента следует стремиться, чтобы:

а) пропорциональная составляющая неисключенной систематической погрешности методики сравнения $\theta_{пр}$ была как можно меньше;

б) значения аттестуемой характеристики в СО высшего класса и аттестуемом СО были как можно ближе.

При этом, чем меньше $\theta_{пр}$, тем большее различие между значениями аттестуемой характеристики в образце высшего класса и аттестуемом образце может позволить себе разработчик при одном и том же значении $\Delta(A_{CO})$. Пример передачи размера дифференциальным методом приведен в приложении Б.

5 Передача размера методом «пропорции»

Данный метод основан на получении результатов измерений (или аналитических сигналов) аттестованного (высшего класса) СО и аттестуемого СО при условии, что методика сравнения свободна от значимой постоянной составляющей систематической погрешности. Алгоритм оценки значимости постоянной систематической составляющей методики сравнения приведен в приложении В.

При использовании метода «пропорции» проводят n парных определений аттестуемого СО и аттестованного СО, получая, соответственно, значения A_j, A_{aj} или аналитические сигналы Y_j, Y_{aj} (j от 1 до n; $n \geq 20$). Кроме этого, также как и в дифференциальном методе, очень важным является вопрос о сохранении неизменными всех факторов, вносящих вклад в неисключенную систематическую составляющую погрешности МСР.

По результатам парных определений вычисляют n значений отношений $K_j = A_j / A_{aj}$ или $K_j = Y_j / Y_{aj}$. Затем рассчитывают среднее значение отношений

$$K = \frac{\sum_{j=1}^{n} K_j}{n}. \qquad (5.1)$$

Аттестованное значение стандартного образца будет равно

$$A_{CO} = K \cdot A_a, \qquad (5.2)$$

где A_a – аттестованное значение СО высшей точности.

Погрешность аттестованного значения СО принимают равной

$$\Delta(A_{CO}) = \sqrt{\frac{A_a^{\,2}(t_{(n-1),0,95}\sigma_K)^2}{n} + \Delta_a^{\,2} + 2\theta_c^{\,2}}, \qquad (5.3)$$

где θ_c – постоянная составляющая неисключенной систематической составляющей погрешности методики сравнения (значение критерия при проверке ее значимости);

Δ_a – погрешность аттестованного СО более высокого класса;

σ_K- среднее квадратическое отклонение величин K_j.

Пример передачи размера методом пропорции приведен в приложении Г.

6 Передача размера аттестуемой характеристики с помощью двух образцов (метод «вилки»)

В данном разделе рассмотрен случай передачи размера единицы аттестуемой

характеристики от стандартных образцов более высокого класса к аттестуемому стандартному образцу, когда функция преобразования методики сравнения может быть представлена в виде линейной функции измеряемой величины X:

$$Y = a_1 + a_2 \cdot X \,. \qquad (6.1)$$

В этом случае описанные в разделах 4 и 5 способы передачи размера единицы неприменимы. Очевидно, что необходимо использовать по крайней мере два стандартных образца и находить аттестованное значение путем решения системы двух линейных уравнений. Очевидно также, что для экспериментальной проверки линейной зависимости (6.1) необходимо использовать по крайней мере три стандартных образца. Критерии проверки линейности (в общем случае – соответствия экспериментальных данных принятой модели зависимости) приведены в разделе 7.

Предполагается, что для передачи размера единицы используются два стандартных образца более высокого класса, чем аттестуемый СО. Аттестованные значения этих стандартных образцов A_1 и A_2 должны находиться в диапазоне, для которого справедливо (6.1), кроме того, A_1 и A_2 выбирают соответственно меньшим и большим ожидаемого аттестованного значения A_X аттестуемого СО, т. е.

$$A_1 < A_X < A_2 \,. \qquad (6.2)$$

Поэтому данный метод еще называют методом «вилки».

Схема измерений аналогична описанной в разделе 4 и предполагает параллельное проведение измерений аттестуемого СО и соответствующей аттестуемой характеристики обоих СО высшего класса.

Для уменьшения влияния временного фактора на погрешность измерений рекомендуется следующий порядок выполнения параллельных определений: первое определение первого СО высшего класса, первое определение аттестуемого СО, первое определение второго СО высшего класса; второе определение первого СО высшего класса, второе определение аттестуемого СО, и т.д.

В результате будет получено три совокупности по n измеренных значений аналитических сигналов обоих СО высшего класса Y_{1j} и Y_{2j} и аттестуемого СО - Y_{Xj} (j от 1 до n).

Для каждого параллельного определения вычисляют оценку A аттестованного значения аттестуемого СО

$$A_j = \frac{Y_{Xj}(A_2 - A_1) - Y_{1j}A_2 + Y_{2j}A_1}{Y_{2j} - Y_{1j}} \,. \qquad (6.3)$$

По всем значениям A_j вычисляют среднее арифметическое, которое принимают

за аттестованное значение СО A_{CO}, среднее квадратическое отклонение σ и случайную погрешность среднего значения ε по формулам

$$A_{CO} = \frac{\sum_{j=1}^{n} A_j}{n}, \tag{6.4}$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{n} (A_j - A_{CO})^2}{n-1}}, \tag{6.5}$$

$$\varepsilon = \frac{t_{(n-1),0,95}\sigma}{\sqrt{n}}, \tag{6.6}$$

где $t_{(n\text{-}1),0,95}$ - коэффициент Стьюдента для (n-1) степеней свободы и доверительной вероятности P = 0,95.

Погрешность аттестованного значения СО принимают равной

$$\Delta(A_{CO}) = \sqrt{\varepsilon^2 + \left(\frac{\Delta_1(A_2 - A_X)}{A_2 - A_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_2(A_X - A_1)}{A_2 - A_1}\right)^2}, \tag{6.7}$$

где Δ_1 и Δ_2 - погрешности уже аттестованных СО более высокого класса.

Уравнение (6.7) получено из уравнения (6.3) в соответствии с формулой

$$\Delta(A_{CO}) = \sqrt{\sum\left(\frac{\partial f}{\partial Y_i(A_i)}\right)^2 \cdot \Delta^2{}_{Yi}}, \tag{6.8}$$

если $X = f(Y_1, Y_2, \ldots, Y_n, A_i)$ – функция аттестуемого значения от аргументов Y_i, A_i;

Δ_{Yi} - погрешности аргументов Y_X, Y_1, Y_2, A_1, A_2, без учета возможной корреляции аргументов.

Выражение (6.7) можно преобразовать к более короткому виду, вводя обозначения

$$\frac{A_X - A_1}{A_2 - A_1} = \alpha, \tag{6.9}$$

$$\frac{A_2 - A_X}{A_2 - A_1} = 1 - \alpha \,. \qquad (6.10)$$

Тогда $\Delta(A_{CO}) = \sqrt{\varepsilon^2 + \left(\Delta_1(1-\alpha) + \Delta_2\alpha\right)^2}$. (6.11)

Необходимо отметить, что случайная составляющая погрешности ε оценивается по схеме (6.3) - (6.6) с целью учета корреляция между случайными погрешностями аналитических сигналов Y_{1j}, Y_{2j}, Y_{Xj}. Так, если посчитать случайные погрешности средних значений аналитических сигналов ε_X, ε_1, ε_2 (по формулам, аналогичным (6.4) - (6.6)) и затем вычислить оценку случайной составляющей погрешности по формуле для косвенных измерений, аналогичной (6.8), то такая оценка будет завышенной. Пример передачи размера методом вилки приведен в приложении Д.

7 Передача размера аттестуемой характеристики методом градуировки

В данном разделе рассмотрен случай передачи размера единицы аттестуемой характеристики от СО более высокого класса к аттестуемому СО, когда функция преобразования методики сравнения может быть представлена в виде произвольной (но известной) функции измеряемой величины X

$$Y = f(X, a_1, a_2, \ldots, a_m), \qquad (7.1)$$

где $a_1, a_2, \ldots, a_m$ - параметры функциональной зависимости, m – их количество.

Очевидно, что если эта функция описывается m параметрами, то экспериментатор должен иметь в своем распоряжении не менее m СО более высокого класса. Тогда будет возможно реализовать схему аттестационных измерений, похожую на описанную в разделе 6, но для вывода основных формул для аттестованного значения (вместо (6.4)) и погрешности (вместо (6.11)) придется решить систему (m+1) уравнений, возможно, нелинейных. Это сложная задача, требующая специального

анализа в каждом конкретном случае. Поэтому в настоящем документе мы ограничимся общей схемой такого анализа, описанной в разделе 6.

Также можно привести и общую схему определения аттестованного значения и погрешности СО для случая, когда экспериментатор имеет в своем распоряжении $l > m$ СО более высокого класса. Очевидно, в этом случае для нахождения параметров a_1, $a_2, \ldots, a_m$ функциональной зависимости (7.1) имеется переопределенная система уравнений (количество неизвестных меньше количества уравнений). Наилучшие оценки параметров находят, используя алгоритм, описанный в приложении Е. Схема измерений аналогична разделу 6 (параллельная схема). В качестве значений аргумента X_j берут аттестованные значения СО высшего класса; в качестве значений функции Y_j

– средние значения величин аналитического сигнала

$$Y_i = \frac{1}{n}\sum_{k=1}^{n} Y_{ik} \ , \qquad (7.2)$$

где n - количество параллельных определений.

В качестве средних квадратических отклонений значений функции σ_{Yj} берут СКО средних значений Y_j

$$\sigma_{Yi} = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)}\sum_{k=1}^{n}\left(Y_{ik} - Y_i\right)^2} \ . \qquad (7.3)$$

Определенную сложность представляет вопрос – что брать в качестве СКО значений аргумента σ_{Xj}? Эти СКО должны быть некоррелированы. Поэтому из значений погрешности СО высшего класса необходимо выделить общую составляющую. Приведем такой пример. Используется комплект СО массы ^{235}U, изготовленных из одного материала, для которого была определена массовая доля общего урана μ и условная массовая доля ^{235}U ξ (отношение массы ^{235}U к массе урана общего). Масса ^{235}U M_j в каждом (j-ом) СО определялась как

$$M_j = \mu \cdot \xi \cdot P_j \ , \qquad (7.4)$$

где P_j – масса материала в j-ом СО.

В общем случае погрешность СО вычисляется по формуле

$$\Delta(A_{CO}) = \sqrt{\Delta^2{}_a + 1{,}96 \cdot \sigma_н{}^2} \ , \qquad (7.5)$$

где Δ_a – погрешность аттестационного анализа;

$\sigma_н$ – характеристика неоднородности материала СО.

Неоднородность материала, конечно, влияет на величину Δ_a, но этим вкладом можно пренебречь по сравнению с величиной $1{,}96 \cdot \sigma_н$. Если аттестуемая характеристика – функция от нескольких других аттестуемых характеристик, то и ее погрешность является функцией от погрешности других характеристик.

Относительная погрешность аттестуемой характеристики (массы ^{235}U)

$$\delta_M = \sqrt{\delta_\mu{}^2 + \delta_\xi{}^2 + \delta_P{}^2} \ , \qquad (7.6)$$

где δ_μ – относительная погрешность массовой доли общего урана;

δ_ξ – относительная погрешность доли ^{235}U в уране;

δ_P – относительная погрешность взвешивания материала.

Погрешность аттестационного анализа по массовой доле общего урана составила Δ_μ, СКО неоднородности материала по массовой доле общего урана составило σ_μ. Погрешность аттестационного анализа по условной массовой доле ^{235}U составила Δ_ξ, СКО неоднородности материала по условной массовой доле ^{235}U пренебрежимо мало. Погрешность взвешивания для j-го СО комплекта составила Δ_{Pj}.

Тогда составляющие погрешности Δ_μ и Δ_ξ - являются общими для всех СО комплекта – корреляция между ними равна 100 %, а составляющие погрешности σ_μ и Δ_{Pj} некоррелированы друг с другом. В итоге относительная погрешность

$$\delta_{общ} = \sqrt{\left(\frac{\Delta_\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_\xi}{\xi}\right)^2} \qquad (7.7)$$

является общей для всех СО комплекта, а относительные погрешности

$$\delta_j = \sqrt{\left(\frac{\Delta_{Pj}}{P_j}\right)^2 + \left(\frac{1{,}96 \cdot \sigma_\mu}{\mu}\right)^2} \qquad (7.8)$$

индивидуальны для каждого СО комплекта и некоррелированы друг с другом.

Поэтому в качестве СКО значений аргумента σ_{Xj} (абсолютных) надо брать значения

$$\sigma_{Xj} = \frac{\Delta_j}{1{,}96} = \frac{M_j \cdot \delta_j}{1{,}96}\,. \qquad (7.9)$$

Аргументом является масса ^{235}U.

Далее строят функциональную зависимость в соответствии с приложением А, т.е. находят наилучшие значения параметров $a_1, a_2, \ldots, a_m$.

Аттестованное значение СО A_{CO} находят, решая уравнение

$$A_{CO} = \mathrm{f}(X, a_1, a_2, \ldots, a_m) \qquad (7.10)$$

относительно X и полагая его равным корню этого уравнения. Здесь Aco - среднее значение величины аналитического сигнала от аттестуемого СО, вычисленное по формуле, аналогичной формуле (7.2).

Погрешность аттестационного анализа вычисляют по формуле

$$\Delta_a = \sqrt{\Delta_{общ}{}^2 + I_x{}^2 + \left(\frac{t_{(n-1),0,95}\sigma_{Yср} I_x}{I_y}\right)^2}, \qquad (7.11)$$

где $\Delta_{общ}$ вычисляется по формуле

$$\Delta_{общ} = A_{CO} \cdot \delta_{общ}; \qquad (7.12)$$

$t_{(n\text{-}1),0,95}$ – 95 % квантиль распределения Стьюдента с (n-1) степенями свободы;

$\sigma_{Yср}$ – СКО среднего значения аналитического сигнала для аттестуемого СО, вычисленное по формуле, аналогичной (7.3);

I_y – ширина доверительного интервала в точке X = A_{CO}, выраженная в единицах величины выходного сигнала, вычисленная по формуле (Е.7) приложения Е;

I_x – ширина доверительного интервала в точке X = A_{CO}, выраженная в единицах величины входного сигнала, вычисленная по формуле (Е.11) приложения Е.

Вид функции (7.1) должен быть определен тщательным исследованием методики сравнения, поэтому при расчете величины I_y в формуле (Е.7) коэффициент T принимают равным 1,96 (см. приложение Е). Пример применения метода градуировки приведен в приложении Ж.

8 Передача размера аттестуемой характеристики при косвенных измерениях

В данном разделе рассмотрены особенности передачи размера аттестованной характеристики стандартного образца в случае, когда она не определяется прямо по какой-либо МСР, а является результатом расчета. При этом в расчетной формуле фигурируют характеристики, установленные по различным МСР, и каждая из этих характеристик должна быть определена путем передачи размера от «своего» стандартного образца. В разделе использованы алгоритмы, описанные в [1].

Передача размера для каждой из используемых в расчете характеристик (в зависимости от используемых МСР) может происходить по любому из способов, описанных в 1.3 - 1.6 [1]. Измерения выполняются по независимым МВИ, поэтому корреляцию между ними можно считать равной нулю.

При расчете аттестуемой характеристики по формуле

$$A_{CO} = f(a_1, a_2, ..., a_m), \qquad (8.1)$$

где $(a_1, a_2, ..., a_m)$ - параметры, измеренные по независимым МВИ.

Оценка погрешности этой характеристики проводится по формуле

$$\Delta(A_{CO}) = K \cdot S_{\Sigma}, \tag{8.2}$$

где K - коэффициент, зависящий от закона распределения величин СКО, образующих суммарную СКО - S_{Σ}, эффективного количества степеней свободы и доверительной вероятности;

$S_{\Sigma} = \sqrt{S(\widetilde{A})^2 + \frac{\theta^2}{3}}$ - оценка комбинированного СКО, являющегося суперпозицией оценок СКО (S($\widetilde{A}$)) и неисключенных систематических погрешностей параметров a_i (θ).

Коэффициент K вычисляется по формуле

$$K = \frac{\varepsilon + \theta}{S(\widetilde{A}) + \sqrt{\sum_{i=1}^{m} \frac{\theta_i^2}{3}}} . \tag{8.3}$$

Среднее квадратическое отклонение случайной погрешности результата косвенного измерения $S(\widetilde{A})$ вычисляют по формуле

$$S(\widetilde{A}) = \sqrt{\sum_{i=1}^{m} \left(\frac{\partial f}{\partial a_i} \right)^2 S^2(\widetilde{a}_i)} , \tag{8.4}$$

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

$\frac{\partial f}{\partial a_i}$ - первая производная от функции f по аргументу a_i, вычисленная в точке, соответствующей результатам измерений по разным МСР.

Суммарная неисключенная систематическая погрешность результатов измерений вычисляется по формуле

$$\theta = k \sqrt{\sum_{i=1}^{m} \left(\frac{\partial f(...)}{\partial a_i} \theta(a_i) \right)^2} , \tag{8.5}$$

где k = 1,1 для вероятности P = 0,95;

$\theta(a_i)$ - границы неисключенных систематических погрешностей аргументов a_i.

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

$$\varepsilon = t_{P,veff} S(\widetilde{A}), \qquad (8.6)$$

где $t_{P,veff}$ – коэффициент Стьюдента, соответствующий доверительной вероятности P и числу степеней свободы $v_{eff.}$

При нормальном законе распределения погрешностей в задействованных при аттестации МСР, многократных (не менее 20) измерениях, для вероятности P = 0,95, а также, если в расчетной формуле все входящие в нее параметры a_i – сомножители, формула (8.2) преобразуется к виду

$$\delta(A_{CO}) = \sqrt{\sum_{i=1}^{m} \delta_{ai}^2}, \qquad (8.7)$$

где $\delta(A_{CO})$ – относительная погрешность аттестуемой характеристики;

δ_{ai} – относительные значения суммарной погрешности измерений входящих в расчетную формулу характеристик.

Класс СО определяется местом, которое он занимает в системе передачи размера и погрешностью аттестованных в нем характеристик. Аттестуемому образцу присваивается класс, на единицу больший нижнего класса СО, участвовавшего в аттестации, т.е. если, например, в аттестации участвовали образцы первого и второго классов, то аттестуемому образцу присваивается третий класс.

Таким образом, почти все образцы, аттестуемые косвенным методом, будут иметь третий класс, за редким исключением случаев, когда при аттестации задействованы образцы только первого класса.

Примером такой расчетной аттестованной характеристики может быть масса урана-235 в диоксиде урана. Такие стандартные образцы необходимы для МВИ, основанных на активных счетчиках нейтронных совпадений. Аттестуемая характеристика является результатом расчета по формуле

$$m_{235} = M \cdot C_U \cdot C_{235}, \qquad (8.8)$$

где M – масса диоксида урана;

C_U – массовая доля урана в этом диоксиде урана;

C_{235} – условная массовая доля изотопа урана-235.

В формуле фигурируют три характеристики, устанавливаемые каждая по своей МСР: C_U – по гравиметрической МСР, или масс-спектрометрической при изотопном разбавлении, или кулонометрической; C_{235} – по масс-спектрометри-ческой или гамма-спектрометрической МСР, M - масса диоксида урана, определяемого при взвешивании. При этом в измерениях по разным МСР задействованы разные стандартные образцы. Подробный пример с числовыми данными приведен в приложении И.

9 Процедура обеспечения единства измерений (прослеживаемости) для стандартных образцов

9.1 В данном разделе установлен порядок обеспечения прослеживаемости для СО, применяемых в СГУиК. Формальным итогом процедуры обеспечения прослеживаемости является присвоение каждому СО класса. При построении системы СО для целей СГУиК необходимо связать уже существующие стандартные образцы, аттестованные до введения классов, с вновь аттестуемыми СО, и, соответственно, присвоить каждому образцу класс.

Общий принцип обеспечения прослеживаемости таков: все виды ЯМ, в зависимости от химической природы соединений и аттестуемой характеристики, разбиваются на группы (например, металлы и сплавы урана, оксиды урана, соли урана). Измерения в каждой из этих групп обеспечиваются своей собственной группой СО с четко выраженной структурой классов. Во главе каждой группы СО стоят образцы первого класса, аттестованные либо на массовую долю основного вещества, либо на изотопный состав или массу основного вещества (изотопа), которые обеспечивают передачу размера своей аттестованной характеристики образцам второго класса, в свою очередь, передающим размеры своих характеристик образцам третьего класса.

Формирование групп ЯМ с вертикальной структурой СО по каждой группе должно являться предметом отдельного документа, и здесь не рассматривается. Основные критерии формирования – экономическая и методическая целесообразность.

Критерии эти действуют в противоположных направлениях: с экономической точки зрения выгоднее, чтобы таких групп ЯМ было как можно меньше, т.к. это сведет к минимуму количество необходимых образцов первого класса, а с методической - такие группы должны существовать для каждой из разновидностей различных соединений ЯМ, т.к. это минимизирует погрешности передачи размера характеристик за счет устранения влияния матрицы СО.

В процедуре обеспечения прослеживаемости применяются МСР, при этом используются методы, описанные в разделах 4 - 7.

В настоящем стандарте рассмотрены следующие варианты процедуры

обеспечения прослеживаемости для СО, образующих группы по видам ЯМ:

- аттестован новый СО с погрешностью меньшей, по сравнению с погрешностью уже утвержденного СО первого класса для группы ЯМ;

- аттестован СО первого класса для группы образцов, ранее не имевших класса. Этот вариант является наиболее характерным при становлении системы.

Далее в тексте для удобства использованы термины «новый» СО и «старый» СО. Термин «новый» СО относится к вновь аттестованному СО первого класса, термин «старый» СО относится к СО, существовавшим до появления «нового» СО.

9.2 В первом варианте процедуру обеспечения прослеживаемости проводит одна из лабораторий, доказавших в процессе реализации программы межлабораторных сличений свою техническую компетентность и определенная для этой цели советом экспертов. В зависимости от МСР выбирается один из методов по разделам 4 - 7 и проводится сравнение измеренной и аттестованных характеристик «старого» образца по критерию

$$\left|\overline{A}_1 - A_1\right| \le \Delta_{A_1}, \qquad (9.1)$$

где $\overline{A}_1$ - результат измерений по МСР «старого» СО, средний по большому количеству параллельных определений;

A_1 - паспортное аттестованное значение «старого» СО;

Δ_{A_1} - погрешность значения аттестованной характеристики «старого» СО (паспортная).

Количество параллельных определений по МСР должно быть не менее 20.

В случае выполнения критерия (9.1) «старый» СО сохраняет аттестованное значение и его погрешность и ему присваивается второй класс. Все связанные со «старым» СО образцы сохраняют свои классы и приписанные метрологические характеристики.

В случае невыполнения критерия (9.1), для него принимается новое аттестованное значение $\overline{A}_1$ и погрешность, соответствующая выбранному методу по разделам 4 - 7 настоящего стандарта. Лаборатория, проводившая сравнение, выпускает документ о результатах сравнения образцов, который рассылается на заинтересованные предприятия. Предприятиям-разработчикам образцов, входящих в группу «старого» СО, предлагается внести корректировку в аттестованные значения и переоформить документы на всю группу СО в установленном порядке. Корректировка проводится на основании использования новых метрологических характеристик «старого» СО и материалов предыдущей аттестации с его участием.

9.3 Во втором варианте проводятся измерения аттестуемых характеристик образцов, для которых разработчик, исходя из их характеристик, должен получить второй или третий класс, при этом используются МСР по разделам 4 - 7. Объектом

измерений являются контрольные экземпляры ранее аттестованных СО (для комплекта – один из экземпляров контрольного комплекта). Измерения выполняют лаборатории предприятия-разработчика или специально определенная для этой цели советом экспертов лаборатория. Проводят сравнение измеренной и аттестованных характеристик «старого» образца по критерию (9.1), при этом количество параллельных определений в МСР должно быть не менее 20.

В случае выполнения критерия (9.1), «старый» СО сохраняет метрологические характеристики, в установленном порядке ему присваивается второй или третий класс. По результатам процедуры прослеживаемости выпускается отчет, который направляется на заинтересованные предприятия и во ФГУП ВНИИНМ. Заинтересованные предприятия - это предприятия-пользователи этого СО и предприятия–разработчики и пользователи тех СО, для аттестации которых использовался данный образец, получивший второй класс. Образцам, аттестованным с применением СО, получившего второй класс и сохранившего значения аттестованных характеристик, присваивается третий класс без проведения дополнительных измерений, необходима только перерегистрация СО.

В случае невыполнения критерия (9.1) происходит переаттестация «старого» СО, для него принимается новое аттестованное значение $\overline{A}_1$, и в установленном порядке присваивается 2 или 3 класс. Предприятиям-разработчикам СО, для аттестации которых использовался данный СО, предлагается внести корректировку в аттестованные значения и переоформить документы в установленном порядке. Корректировка проводится на основании использования новых метрологических характеристик и материалов предыдущей аттестации с его участием.

П р и м е ч а н и е - Если характеристики СО таковы, что он не может претендовать на второй класс согласно классификации ГОСТ 8.609, и в группе отсутствуют СО второго класса, то по результатам проведения процедуры прослеживаемости с новым образцом первого класса, ему присваивается третий класс. Если в группе присутствуют образцы второго класса, процедура прослеживаемости осуществляется с их участием по критерию (9.1).

Приложение А
(рекомендуемое)

Оценка значимости пропорциональной систематической составляющей погрешности методики

Проверка отсутствия у методики сравнения значимой ПСС основывается на методе добавок. При этом важно, чтобы при измерениях по МСР была обеспечена минимизация вклада в результат измерения влияющих факторов пробы.

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

Результат измерений пробы представляют в виде суммы двух составляющих

$$X = m + e, \qquad (A.1)$$

а результат измерений пробы с добавкой в виде

$$X' = m + D + b \cdot D + e', \qquad (A.2)$$

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

e, e' – погрешности результатов измерений в условиях повторяемости с математическими ожиданиями равными нулю;

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

В формулы (А.1) и (А.2) не входит постоянная составляющая систематической погрешности результатов измерений ввиду того, что при вычитании результатов измерений пробы и пробы с добавкой эта составляющая исчезнет.

Метод добавок позволяет определить коэффициент b и его СКО $\sigma_c(b)$. Индекс «*c*» подчеркивает, что речь идет о систематической составляющей погрешности МСР.

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

$$\begin{cases} \overline{X} = m \\ \overline{X}' = m + D + b \cdot D \end{cases}. \qquad (A.3)$$

Вычитая из второго уравнения первое, получим уравнение для определения коэффициента b

$$\overline{X}' - \overline{X} = D + b \cdot D. \qquad (A.4)$$

Из уравнения (А.4) получаем

$$b = \frac{\overline{X}' - \overline{X}}{D} - 1. \qquad (A.5)$$

Суммарное СКО $\sigma_c(b)$ определяется из уравнения

$$\sigma_c^2(b) = \left(\frac{\partial b}{\partial \overline{X}'}\right)^2 \cdot \sigma^2(\overline{X}') + \left(\frac{\partial b}{\partial \overline{X}}\right)^2 \cdot \sigma^2(\overline{X}) + \left(\frac{\partial b}{\partial D}\right)^2 \cdot \sigma_c^2(D). \qquad (A.6)$$

Используя уравнение (А.5) находим частные производные, необходимые для вычисления СКО по уравнению (А.6).

$$\frac{\partial b}{\partial \overline{X}'} = \frac{1}{D}, \qquad (A.7)$$

$$\frac{\partial b}{\partial \overline{X}} = -\frac{1}{D}, \qquad (A.8)$$

$$\frac{\partial b}{\partial D} = -\frac{\overline{X}' - \overline{X}}{D^2}. \qquad (A.9)$$

Подставив значения частных производных из уравнений (А.7) - (А.9) в уравнение (А.6), получим уравнение

$$\sigma_c^2(b) = \frac{1}{D^2} \cdot \left[\sigma^2(\overline{X}') + \sigma^2(\overline{X}) + \frac{(\overline{X}' - \overline{X})^2}{D^2} \cdot \sigma_c^2(D)\right]. \qquad (A.10)$$

Из уравнения (А.10) СКО $\sigma_c(b)$ равно

$$\sigma_c(b) = \frac{1}{D} \cdot \sqrt{\sigma^2(\overline{X}') + \sigma^2(\overline{X}) + \frac{(\overline{X}' - \overline{X})^2}{D^2} \cdot \sigma_c^2(D)}. \qquad (A.11)$$

Проверка отсутствия у МСР значимой ПСС эквивалентна проверке статистической гипотезы о равенстве нулю коэффициента b из уравнения (А.2). Для проверки истинности этой гипотезы необходимо проверить выполнение неравенства

$$\frac{|b|}{\sigma_c(b)} \le t_{0,95,veff}, \qquad (A.12)$$

где $t_{0,95,veff}$ - квантиль распределения Стьюдента со степенями свободы ν_{eff}. Метод вычисления ν_{eff} в соответствии с Руководством по выражению неопределенностей (GUM) основан на уравнении Велча-Саттерсвейта

$$\frac{\sigma_c^4(b)}{\nu_{eff}} = \frac{\sigma^4(\overline{X}')}{\nu_1} \cdot \left(\frac{\partial b}{\partial \overline{X}'}\right)^2 + \frac{\sigma^4(\overline{X})}{\nu_2} \cdot \left(\frac{\partial b}{\partial \overline{X}}\right)^2 + \frac{\sigma_c^4(D)}{\nu_3} \cdot \left(\frac{\partial b}{\partial D}\right)^2, \qquad \text{(A.13)}$$

где ν_1, ν_2, и ν_3 - число степеней свободы СКО $\sigma(\overline{X}')$, $\sigma(\overline{X})$ и $\sigma_c(D)$.

Ввиду того, что оценка $\sigma_c(D)$ является расчетной для равномерного закона распределения, число степеней свободы для неё равно бесконечности, и, соответственно, третий член правой части уравнения (А.13) равен нулю. Принимая $\nu_1 = \nu_2 = n\text{-}1$, из уравнения (А.13) можно определить эффективное число степеней свободы

$$\nu_{eff} = n\frac{\left[\sigma^2(\overline{X}) + \sigma^2(\overline{X}')\right]^2}{\sigma^4(\overline{X}) + \sigma^4(\overline{X}')}. \qquad \text{(A.14)}$$

Неравенство (А.12) можно представить в следующем виде. Подставляем значения коэффициента b из уравнения (А.5) и СКО $\sigma_c(b)$ из уравнения (А.11), получим

$$\frac{\left|\frac{\overline{X}' - \overline{X}}{D} - 1\right|}{\frac{1}{D} \cdot \sqrt{\sigma^2(\overline{X}') + \sigma^2(\overline{X}) + \frac{(\overline{X}' - \overline{X})^2}{D^2} \cdot \sigma_c^2(D)}} \le t_{0,95,veff}. \qquad \text{(A.15)}$$

Неравенство (А.15) можно представить в виде

$$\left|\overline{X}' - \overline{X} - D\right| \le t_{0,95,veff} \cdot \sqrt{\sigma^2(\overline{X}') + \sigma^2(\overline{X}) + \frac{(\overline{X}' - X')^2}{D^2} \cdot \sigma_c^2(D)} = \theta_c. \qquad \text{(A.16)}$$

Выполнение неравенства (А.16) означает незначимость ПСС.

На практике при оценке ПСС количество параллельных определений n больше 20, и, следовательно, коэффициент Стьюдента можно принимать равным 2, не рассчитывая эффективное число степеней свободы, которое может принимать значения от n до $2n$-2.

Таким образом, критерием незначимости пропорциональной составляющей систематической погрешности выступает погрешность введения добавки и значение этого критерия, в общем случае, должно быть в дальнейшем учтено в качестве одной из составляющих погрешности значения аттестуемой характеристики СО. Поэтому для устранения вклада этого критерия в суммарную погрешность аттестуемого СО при введении добавки в пробу необходимо обеспечить незначимость погрешности добавки по сравнению с погрешностью аттестуемого СО.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Аттестация стандартного образца состава диоксида урана на содержание урана

Для передачи размера аттестованной характеристики в качестве образца высшего класса использован стандартный образец состава закиси-окиси урана со значением аттестуемой характеристики – массовой доли урана (84,784 ± 0,016) %.

Предварительно методом добавок было установлено отсутствие у используемой для передачи размера методики сравнения значимой пропорциональной систематической погрешности. Относительная неисключенная систематическая составляющая погрешности методики, установленная при ее аттестации расчетным путем, имеет значение θ = ± 0,0018. Структура неисключенной систематической составляющей погрешности МСР не исследовалась, поэтому не представляется возможным вычленить пропорциональную и постоянную составляющие. Поэтому за величину пропорциональной неисключенной систематической погрешности МСР было принято суммарное значение $\theta_{пр} = \theta = 0{,}0018$.

Один оператор за возможно короткий промежуток времени провел попарно (n = 20) измерений содержания урана в аттестованном образце высшего класса точности и в аттестуемом образце. Результаты приведены в таблице Б.1.

Т а б л и ц а Б.1 – Результаты измерений

ГСО, A_{ai}, м.д., %		Аттестуемый СО, A_i, м.д., %	$R_i = A_i - A_{ai}$
84,76		88,10	3,34
84,78		88,05	3,27
84,79		88,12	3,33
84,78		88,09	3,31
84,79		88,08	3,29
84,80		88,11	3,31
84,75		88,07	3,32
84,78		88,10	3,32
84,76		88,13	3,37
84,78		88,13	3,35
84,79		88,10	3,31
84,75		88,10	3,35
84,80		88,07	3,27
84,78		88,09	3,31
84,77		88,12	3,35
84,77		88,06	3,29
84,76		88,11	3,35
84,78		88,08	3,30
84,79		88,10	3,31
84,79		88,10	3,31
среднее	**84,778**	**88,096**	**3,318**
СКО	**0,0151**	**0,0221**	**0,0275**

При обработке результатов по дифференциальному методу получены следующие метрологические характеристики стандартного образца:

- аттестованное значение A_{CO} = 84,784 + 3,318 = 88,102 м.д., % (см. формулу (4.3));
- погрешность аттестованного значения

$$\Delta(A_{CO}) = \sqrt{\frac{(2{,}093 \cdot 0{,}0275)^2}{20} + 0{,}016^2 + 0{,}0018^2 \cdot 3{,}318^2} = 0{,}021 \text{ м.д., \% (см. формулу (4.4)).}$$

Приложение В
(рекомендуемое)

Оценка значимости постоянной составляющей систематической погрешности методики

Способ проверки отсутствия у МСР значимой постоянной составляющей систематической погрешности основан на методе варьирования навески. Для измерений используют навески пробы с разной массой, отличающиеся друг от друга в полтора-два раза. Для каждой массы навески количество параллельных определений n должно быть одинаковым. Все остальные условия измерений (средства измерений, оператор, градуировочная зависимость и т.п.) также должны быть неизменными. Получают в соответствии с МСР n результатов в пробах исходной массы X_{1i} и n результатов в пробах большей массы X_{2i}

Вычисляют средние значения $\overline{X}_1$, $\overline{X}_2$ и СКО $\sigma(\overline{X}_1), \sigma(\overline{X}_2)$ по формулам

$$\overline{X}_1 = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^{n} X_{1i} , \qquad (В.1)$$

$$\overline{X}_2 = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^{n} X_{2i} , \qquad (В.2)$$

$$\sigma(\overline{X}_1) = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^{n} (X_{1i} - \overline{X}_1)^2} , \qquad (В.3)$$

$$\sigma(\overline{X}_2) = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^{n} (X_{2i} - \overline{X}_2)^2} . \qquad (В.4)$$

Полученный результат измерения в массовых долях в пробе большей массы $\overline{X}_2$ сравнивают с результатом измерения исходной пробы меньшей массы $\overline{X}_1$. При этом, если выполняется условие

$$\left| \overline{X}_1 - \overline{X}_2 \right| \le t_{0,95,veff} \cdot \sqrt{\sigma^2(\overline{X}_1) + \sigma^2(\overline{X}_2)} = \theta_c , \qquad (В.5)$$

где число степеней свободы ν_{eff} вычисляют по формуле

$$\nu_{eff} = n \frac{\left[\sigma^2(\overline{X}_1) + \sigma^2(\overline{X}_2)\right]^2}{\sigma^4(\overline{X}_1) + \sigma^4(\overline{X}_2)} - 2 , \qquad (В.6)$$

то принимается решение, что МВИ свободна от значимой постоянной составляющей систематической погрешности, и что при аттестации СО можно применять метод «пропорции».

На практике при оценке постоянной составляющей систематической погрешности методики количество параллельных определений n больше 20, и, следовательно, коэффициент Стьюдента можно принимать равным 2, не рассчитывая эффективное число степеней свободы.

Значение этого критерия в общем случае должно быть в дальнейшем учтено в качестве одной из составляющих погрешности значения аттестуемой характеристики СО. Поэтому для устранения вклада этого критерия в суммарную погрешность аттестуемого СО необходимо обеспечить, чтобы случайная погрешность результата измерения $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ была незначима по сравнению с погрешностью аттестуемого СО.

Приложение Г
(рекомендуемое)

Пример применения для передачи размера метода «пропорции»

Проводится аттестация стандартного образца состава металлического плутония на содержание плутония. Для передачи размера аттестованной характеристики в качестве образца высшего класса использован стандартный образец состава металлического плутония со значением аттестуемой характеристики – массовой доли плутония – (99,984 ± 0,010) %. Неисключенная систематическая составляющая погрешности методики сравнения имеет значение $\theta = \pm 0{,}02$ м.д., %.

Один оператор за возможно короткий промежуток времени провел попарно (n = 20) измерений содержания плутония в аттестованном образце высшего класса и в аттестуемом образце. Результаты приведены в таблице Г.1.

Т а б л и ц а Г.1 – Результаты измерений

СО высшего класса, A_{aj}, м.д., %		Аттестуемый СО, A_j, м.д., %	$K_j = A_j/A_{aj}$
99,970		99,869	0,9990
99,968		99,870	0,9990
99,975		99,877	0,9990
99,981		99,873	0,9989
99,984		99,881	0,9990
99,983		99,884	0,9990
99,989		99,886	0,9990
99,989		99,888	0,9990
99,985		99,889	0,9990
99,992		99,890	0,9990
99,974		99,873	0,9990
99,970		99,878	0,9991
99,979		99,875	0,9990
99,980		99,878	0,9990
99,978		99,884	0,9991
99,985		99,882	0,9990
99,983		99,876	0,9989
99,989		99,883	0,9989
99,990		99,885	0,9989
99,994		99,889	0,9989
Сред. знач.	**99,9819**	**99,8805**	**0,9990**
СКО	**0,007629**	**0,006509**	**0,00004220**

При обработке результатов по методу «пропорции» получены следующие метрологические характеристики стандартного образца:

- аттестованное значение A_{CO} = 0,999·99,984 = 99,884 м.д., % (см. формулу (5.2));
- погрешность аттестованного значения

$$\Delta(A_{CO}) = \sqrt{\frac{(99{,}984 \cdot 2{,}093 \cdot 0{,}000042)^2}{20} + 2 \cdot 0{,}02^2 + 0{,}01^2} = 0{,}03 \text{ м.д., \% (см. формулу (5.3)).}$$

Приложение Д
(рекомендуемое)

Передача размера методом «вилки»

Для передачи размера единицы аттестуемому СО использованы два СО более высокого класса, имеющие следующие аттестованные значения A_1 и A_2 и погрешности Δ_1 и Δ_2

$$A_1 = 10{,}21 \pm 0{,}03; \quad A_2 = 20{,}19 \pm 0{,}04. \qquad (Д.1)$$

Используемая методика сравнения имеет неисключенную систематическую составляющую погрешности, описываемую линейной функцией, а максимальные (для P = 0,95) значения постоянной θ_c и пропорциональной $\theta_{пр}$ составляющих соответственно равны

$$\theta_c = \pm\, 0{,}05; \quad \theta_{пр} = \pm\, 0{,}0045 \cdot X, \qquad (Д.2)$$

В результате измерений получены приведенные в таблице Д.1 средние значения аналитических сигналов Y_1, Y_2, Y_X, среднее значение $A_{ср}$ (см. формулу (6.4)), а также соответствующие значения среднего квадратического отклонения σ (см. формулу (6.5)) и доверительного интервала случайной погрешности ε (см. формулу (6.6)).

Т а б л и ц а Д.1 – Результаты измерений

-	Y_1	Y_2	Y_X	A
Среднее	10,176	20,162	13,081	13,113
СКО σ	0,030	0,048	0,091	0,086
ε	0,016	0,026	0,050	0,048

Поскольку за аттестованное значение A_{CO} принимают среднее значение $A_{ср}$, и рассчитав по формуле (6.7) погрешность аттестованного значения $\Delta(A_{CO})$ получаем $A_{CO} = 13{,}113$; $\Delta(A_{CO}) = 0{,}058$, или, после округления в соответствии с принятыми правилами,

$$A_{CO} = 13{,}11 \pm 0{,}06. \qquad (Д.3)$$

Если бы данный СО аттестовали без применения метода «вилки», то аттестованное значение было бы принято равным $A_{CO} = Y_X = 13{,}081$, а его погрешность вычисляли по формуле

$$\Delta_X = \sqrt{\varepsilon_X{}^2 + \theta^2}, \qquad (Д.4)$$

где $\varepsilon_X = 0{,}050$, а $\theta = \pm\,(\theta_c + \theta_{пр} \cdot A_{CO}) = \pm\,(0{,}05 + 0{,}0045 \cdot A_{CO}) = 0{,}11$.

В результате аттестованное значение было бы равно $A_{CO} = 13{,}09 \pm 0{,}12$, т.е. погрешность аттестованного значения $\Delta(A_{CO})$ составила бы 0,12, что вдвое больше значения, полученного по «методу» вилки.

Приложение Е
(рекомендуемое)

Построение функциональных зависимостей

В измерительной технике и метрологии очень часто встречается задача нахождения функциональной зависимости

$$Y = f(X, a_1, a_2, \ldots, a_m), \qquad (E.1)$$

между двумя величинами X и Y по n парам значений X_j и Y_j.

Здесь $a_1, a_2, \ldots, a_m$ - параметры функциональной зависимости, m – их количество.

Количество экспериментальных точек функциональной зависимости должно удовлетворять условию $n > m$.

Предполагается, что значения X_j и Y_j подчиняются нормальному закону распределения, при этом известны или могут быть определены средние квадратические отклонения этих величин σ_{Xj} и σ_{Yj}.

В наиболее общем случае функциональную зависимость строят методом конфлюентного анализа, т.е. параметры $a_1, a_2, \ldots, a_m$ находят из условия

$$\chi^2 = \frac{1}{n-m} \sum_{j=1}^{n} \left(f(X, a_1, a_2, \ldots, a_m) - Y_j + \alpha_j \right)^2 W_j = \min, \qquad (E.2)$$

где статистические веса W_j и сдвиги α_j даются формулами

$$W_j = \left(\sigma_{Yj}^{\ 2} + \left(\frac{\partial f(X_{aj}, a_1, a_2, \ldots, a_m)}{\partial X_{aj}} \right)^2 \cdot \sigma_{Xj}^{\ 2} \right)^{-1}, \qquad (E.3)$$

$$\alpha_j = \sqrt{\frac{\partial^2 f(X_{aj}, a_1, a_2, \ldots, a_m)}{\partial X_{aj}^{\ 2}} \cdot \sigma_{Xj}^{\ 2}}. \qquad (E.4)$$

Выбранная функция $f(X, a_1, a_2, \ldots, a_m)$ правильно описывает экспериментальные данные, если выполняется условие

$$\chi^2_{\min} \le \chi^2_{0,95,(n-m)}, \qquad (E.5)$$

где $\chi^2_{\min}$ – вычисляется по формуле (Е.2);

$\chi^2_{0,95,(n-m)}$ - 95 % квантиль χ^2 –распределения с (n-m) степенями свободы.

Если условие (Е.5) не выполняется, то выбранная функция неправильно описывает экспериментальные данные, и необходимо выбрать иную функцию.

Погрешности оценок параметров ε_{ai} и ширину доверительного интервала в точке X, выраженную в единицах величины выходного сигнала $I_y(X)$, для доверительной вероятности P = 0,95 вычисляют по формулам

$$\varepsilon_{ai} = T\sqrt{\chi^2{}_{\min} \cdot \mathrm{Z}_{ii}{}^{-1}}\,, \tag{E.6}$$

$$I_y(X) = T\sqrt{\chi^2{}_{\min} \sum_{i=1}^{m}\sum_{k=1}^{m} \mathrm{Z}_{ii}{}^{-1} \cdot \frac{\partial f(X, a_1, a_2, ..., a_m)}{\partial a_i} \cdot \frac{\partial f(X, a_1, a_2, ..., a_m)}{\partial a_k}}\,. \tag{E.7}$$

Здесь Z^{-1} - матрица, обратная матрице Z, элементы которой равны

$$\mathrm{Z}_{ik} = \sum_{j=1}^{n} \frac{\partial f(X, a_1, a_2, ..., a_m)}{\partial a_i} \cdot W_j \cdot \frac{\partial f(X, a_1, a_2, ..., a_m)}{\partial a_k}\,. \tag{E.8}$$

Если достоверно, на основании результатов многих экспериментов и расчетов, известно, что функция выбранного вида правильно описывает экспериментальные данные, то в формулах (Е.6), (Е.7) коэффициент T принимается равным 95 % квантилю нормального распределения, т.е.

$$T = 1{,}96\,. \tag{E.9}$$

В противном случае коэффициент T принимается равным 95 % квантилю распределения Стьюдента с (n-m) степенями свободы, т.е.

$$T = t_{0{,}95,(n-m)}\,. \tag{E.10}$$

Ширину доверительного интервала в точке X, выраженную в единицах величины входного сигнала $I_x(X)$, для доверительной вероятности P = 0,95 вычисляют по формуле

$$I_x(X) = \frac{I_y(X)}{\dfrac{\partial f(X, a_1, a_2, ..., a_m)}{\partial X}}\,. \tag{E.11}$$

Приложение Ж
(рекомендуемое)

Применения метода градуировки

Предварительными исследованиями установлено, что функция преобразования методики сравнения может быть представлена в виде квадратичной функции измеряемой величины X:

$$Y = a_1 + a_2 \cdot X + a_3 \cdot X^2 . \qquad (Ж.1)$$

Для аттестации двух СО использовался комплект из пяти СО высшего класса; аттестованные значения СО A_j приведены в графе 1 таблицы Ж.1. Из значений погрешности, также указанных в графе 1, выделены общая для всех СО комплекта относительная составляющая погрешности аттестованных значений, равная $\delta_{общ}$ = 0,02 (2 %), и абсолютные индивидуальные составляющие погрешности аттестованных значений, равные δ_j = 0,10. Проведено по n = 20 измерений аналитического сигнала для СО высшего класса и аттестуемых СО. Вычислены средние значения Y_j и СКО средних значений σ_{Yj} аналитического сигнала, приведенные соответственно в графах 2 и 3 таблицы Ж.1. Для аттестуемых СО средние значения аналитического сигнала Ycp и их СКО σ_{Ycp} приведены в таблице Ж.2, графы 1 и 2 соответственно.

Т а б л и ц а Ж.1 – Аттестованные значения и результаты измерений СО высшего класса

Аттестованные значения СО высшего класса A_j	Средние значения аналитического сигнала Y_j	СКО средних значений аналитического сигнала σ_{Yj}
10,52 ± 0,23	12,646	0,069
12,23 ± 0,26	13,977	0,069
14,31 ± 0,30	15,066	0,075
16,86 ± 0,35	16,047	0,093
18,19 ± 0,40	16,255	0,084

Полученные результаты обработаны в соответствии с приложением Е, при этом:

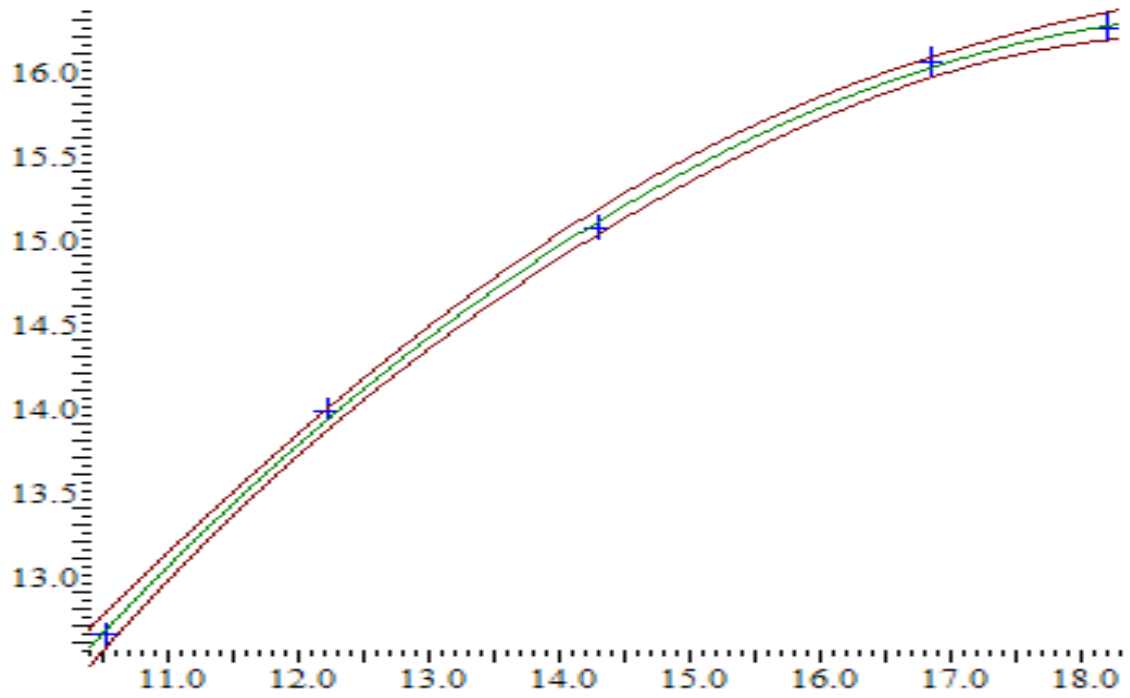
- χ^2_{min} = 0,301, т.е. критерий (Е.5) приложения Е выполнен;
- значения параметров функциональной зависимости составили

a_1 = -0,9050 ± 1,5977

a_2 = 1,7653 ± 0,2259

a_3 = -0,0452 ± 0,0077.

Полученная градировочная зависимость представлена на рисунке Ж.1.



Крестики – результаты измерений СО высшего класса, центральная линия – градуировочная зависимость, линии по сторонам от центральной – доверительный интервал

Рисунок Ж.1 – Результаты построения градуировочной зависимости

В таблице Ж.2 приведены результаты измерений аттестуемых СО.

Путем решения уравнения (7.10) найдены аттестованные значения A_{CO} аттестуемых СО (графа 5 таблицы Ж.2).

Вычислены значения ширин доверительного интервала $I_y(A)$ (графа 3 таблицы Ж.2) и $I_x(A)$ (графа 4 таблицы Ж.2) для обоих аттестуемых СО. При этом $I_x(A)$ оказались равными 0,109 и 0,389 соответственно.

По формуле (7.11) вычислены значения погрешности аттестационного анализа Δ_a (графа 6 таблицы Ж.2).

Т а б л и ц а Ж.2 – Результаты измерений и их обработки для аттестуемых СО

Ycp	σ_{Ycp}	$I_y(A)$	$I_x(A)$	A_{CO}	Δ_a
1	2	3	4	5	6
14,304	0,086	0,066	0,109	12,820	0,41
16,183	0,097	0,066	0,389	17,650	1,31

Из полученных результатов видно, что погрешность аттестационного анализа для первого аттестуемого СО (0,4) ненамного превышает погрешность СО высшего класса. Для второго

аттестуемого СО она значительно, в несколько раз выше (1,3). Это обусловлено тем, что аттестованное значение второго СО находится вблизи границы диапазона, где доверительный интервал градуировочной зависимости значительно уширяется. Для уменьшения погрешности аттестационного анализа следует стремиться к тому, чтобы аттестованное значение аттестуемого СО находилось вблизи середины интервала аттестованных значений СО высшего класса.

Схема построения функциональной зависимости по приложению Е (критерий (Е.5)) может быть также использована для проверки правильности выбора вида функции (7.1). Так, например, обработка тех же данных по модели линейной градуировочной зависимости дает значение χ^2_{min} = 15,165, что не соответствует критерию (Е.5), и, следовательно, линейная модель непригодна. Обработка тех же данных по модели кубической градуировочной зависимости дает значение χ^2_{min} = 0,572, что хотя и соответствует критерию (Е.5), но больше, чем значение χ^2_{min} = 0,301, полученное для использованной квадратичной модели. Поэтому квадратичная модель является более приемлемой.

Приложение И
(рекомендуемое)

Аттестация СО массы урана-235 в диоксиде урана

И.1 Исходные данные

Стандартные образцы массы урана-235 в диоксиде урана предназначены для МВИ измерения массы урана-235 в контейнерах, содержащих диоксид урана 90 % обогащения, с помощью активного счетчика нейтронных совпадений. Значение аттестованной характеристики – в диапазоне от 700 до 1000 г урана-235. Относительная погрешность МВИ для массы ~ 1 кг – 2,8 %, следовательно, требуемая относительная погрешность аттестуемой характеристики δ_a – не более

0,9 %, что на уровне килограмма соответствует 9 г.

Аттестованное значение является результатом расчета по формуле

$$m_{235} = M \cdot C_U \cdot C_{235} , \qquad (И.1)$$

где M – масса диоксида урана;

C_U – массовая доля урана в этом диоксиде урана;

C_{235} – условная массовая доля изотопа урана-235.

В качестве рабочего тела СО отобрана партия диоксида урана ~ 90 % обогащения.

И.2 Установление аттестованного значения

И.2.1 Массовая доля урана в диоксиде урана C_U определялась по гравиметрической МВИ. При этом использовался разностный метод, описанный в разделе 4 настоящих рекомендаций. В качестве образца сравнения использовался образец первого класса (ОСО) закиси-окиси урана со следующими характеристиками: $A_{осо}$ = (84,784 ± 0,016) %, где $A_{осо}$ - массовая доля урана. Для анализа было отобрано 20 проб материала рабочего тела аттестуемого СО и 20 проб ОСО.

В таблице И.1 приведены экспериментальные данные и результаты расчетов по формулам (4.2) – (4.4). Незначимость пропорциональной составляющей систематической погрешности была установлена ранее при аттестации МВИ по алгоритму, изложенному в приложении А.

Т а б л и ц а И.1 – Результаты измерений и расчетов

Результаты измерений м.д. урана, % в аттестуемом СО (A)		Результаты расчетов
85,938	85,935	Выборка Объем: 20 Среднее: 85,992 СКО: 0,127 СКО (отн): 0,0015
85,992	86,104	
86,090	85,949	
85,747	86,168	
86,080	86,209	
85,898	86,136	
85,780	86,023	
85,890	86,163	
85,910	85,915	
85,981	85,929	

Результаты измерений м.д. урана, % в аттестованном ОСО (Aa)		Результаты расчетов
84,654	84,745	Выборка Объем: 20 Среднее: 84,756 СКО: 0,094 СКО (отн): 0,0011
84,910	84,773	
84,955	84,731	
84,759	84,869	
84,673	84,717	
84,613	84,621	
84,684	84,772	
84,670	84,774	
84,742	84,850	
84,745	84,858	
Обработка разностей R, %		Результаты расчетов
1,284	1,190	Выборка Объем: 20 Среднее: 1,236 СКО: 0,144 СКО (отн): 0,116
1,082	1,331	
1,135	1,218	
0,988	1,299	
1,407	1,493	
1,285	1,516	
1,097	1,251	
1,220	1,389	
1,168	1,065	
1,236	1,072	
σ, %		0,144
$A_{CO} \pm \Delta(A_{CO})$,%		86,020 ± 0,069

Проверка гипотезы о нормальности распределения результатов измерений была проведена по критерию ГОСТ 8.207.

Результаты вычислений: $A_{CO} = 86{,}020$ %; $\sigma = S(C_U) = 0{,}144$; $\theta_1 = \Delta_{oco} = 0{,}016$;

$\Delta(A_{CO}) = 0{,}069$; $\delta_{Aco} = 0{,}0008$,

где $A_{CO} = C_U$ - массовая доля урана во вновь аттестуемом СО;

σ – среднее квадратическое отклонение результата измерения A_{CO};

$\theta_1 = \Delta_{oco}$ - неисключенная систематическая погрешность результата измерения A_{CO}, равная погрешности аттестованной характеристики использованного ОСО;

$\Delta(A_{CO})$ - погрешность измерения массовой доли урана во вновь аттестуемом СО, т.е. погрешность характеристики A_{CO};

δ_{Aco} - относительная погрешность измерения массовой доли урана во вновь аттестуемом СО.

И.2.2 Определение условной массовой доли изотопа уран-235 в уране проводилось по масс-спектрометрической МВИ. При этом использовался разностный метод, описанный в разделе 4 настоящего стандарта. В качестве образца сравнения использовался образец ОСО 95 209-2000

(организация-разработчик – ФГУП УЭХК) первого класса закиси-окиси урана со следующими характеристиками: B_{oco} = (89,979 ± 0,008) у.м.д. урана-235, %, где B_{oco} - условная массовая доля урана-235. В таблице И.2 приведены экспериментальные данные и результаты

расчетов по формулам (4.2) – (4.6) раздела 4. На анализ было отобрано 20 проб материала рабочего тела аттестуемого СО и 20 проб ОСО.

В данном случае, ввиду близости значений характеристик в аттестованном ОСО и аттестуемом СО, проверку незначимости пропорциональной составляющей систематической погрешности МВИ можно не проводить.

Таблица И.2

Результаты измерений обогащения U по U-235, у.м.д.,% в аттестуемом СО (*B*)		Результаты расчетов
90,150	90,109	Выборка Объем: 20 Среднее: 90,2023 СКО: 0,0874 СКО (отн): 0,0010
90,281	90,026	
90,217	90,146	
90,113	90,085	
90,240	90,269	
90,344	90,185	
90,317	90,234	
90,204	90,149	
90,291	90,122	
90,265	90,299	
Результаты измерений обогащения U по U-235, у.м.д.,% в аттестованном ОСО (*Aa*)		Результаты расчетов
89,998	89,894	Выборка Объем: 20 Среднее: 89,989 СКО: 0,071 СКО (отн): 0,0008
90,009	90,024	
89,887	90,049	
89,966	89,919	
90,090	90,085	
90,024	90,048	
90,061	89,990	
89,942	89,894	
90,061	89,990	
90,005	89,850	
Обработка разностей *R*, %		Результаты расчетов
0,152	0,215	Выборка Объем: 20 Среднее: 0,2129 СКО: 0,0973 СКО (отн): 0,4568
0,273	0,001	
0,330	0,097	
0,147	0,165	
0,150	0,184	
0,319	0,137	
0,256	0,243	
0,262	0,255	
0,230	0,132	
0,261	0,450	

Результаты вычислений: $B_{co} = 90{,}192$ %; $\sigma = S(C_{235}) = 0{,}097$; $\theta_2 = \Delta_{oco} = 0{,}008$;

$\Delta_{Bco} = 0{,}046$; $\delta_{Bco} = 0{,}0005$,

где $B_{co} = C_{235}$ - массовая доля урана во вновь аттестуемом СО;

σ – среднее квадратическое отклонение результата измерения B_{co};

$\theta_2 = \Delta_{осо}$ - неисключенная систематическая погрешность результата измерения $B_{со}$, равная погрешности аттестованной характеристики использованного ОСО;

$\Delta_{Bсо}$ - погрешность измерения массовой доли урана во вновь аттестуемом СО, т.е. погрешность характеристики $B_{со}$;

$\delta_{Bсо}$ - относительная погрешность измерения массовой доли урана во вновь аттестуемом СО.

И.3 Определение массы материала СО

Определение массы материала СО проводили путем взвешивания на весах фирмы «Sartorius» с пределом взвешивания 2,5 кг и погрешностью взвешивания 30 мг.

На этих весах было произведено взвешивание 1001,50 г материала. Значение погрешности взвешивания навески массой 1001,50 г рассчитывалось по формуле

$$\theta_M = \sqrt{\Delta^2(M_1) + \Delta^2(M_2)} = \sqrt{2} \cdot \Delta_M,$$

где Δ_M – паспортная погрешность весов, равная 0,03 г;

M_1 - масса контейнера с материалом СО, равная 2001,60 г;

M_2 - масса пустого контейнера, равная 1000,10 г.

Таким образом, неисключенная погрешность, обусловленная погрешностью взвешивания, θ_M = 0,04 г.

И.4 Расчет аттестованного значения и его погрешности

Расчет производился по формулам (8.1) – (8.8) раздела 8.

Аттестованное значение: M_{235} = 0,86020·0,90192·1001,50 = 776,995 г.

Для данной задачи формулы раздела 8 для расчета погрешности преобразуются к виду

$$\frac{\partial f}{\partial C_U} = M \cdot C_{235}; \quad \frac{\partial f}{\partial M} = C_U \cdot C_{235}; \quad \frac{\partial f}{\partial C_{235}} = M \cdot C_U;$$

$$S(\tilde{A}) = \sqrt{(M \cdot C_{235})^2 \cdot S^2(C_U) + (C_U \cdot C_{235})^2 \cdot S^2(M) + (M \cdot C_U)^2 \cdot S^2(C_{235})}.$$

В данном случае СКО результата измерения массы (взвешивания) уже учтено в общей погрешности взвешивания θ_M, поэтому в формуле можно принять $S(M) = 0$. Тогда,

$$S(\tilde{A}) = \sqrt{(1001{,}50 \cdot 0{,}90192)^2 \cdot (0{,}00144)^2 + (1001{,}50 \cdot 0{,}86020)^2 \cdot (0{,}00097)^2} = 1{,}6(г).$$

$$\theta(\tilde{A}) = 1{,}1 \cdot \sqrt{(M \cdot C_{235})^2 \cdot \theta_1^2 + (C_U \cdot C_{235}) \cdot \theta_M^2 + (M \cdot C_U)^2 \cdot \theta_2^2},$$

$$\theta(\tilde{A}) = 1{,}1 \cdot \sqrt{\begin{matrix}(1001{,}5 \cdot 0{,}90192)^2 \cdot (0{,}00016)^2 + (0{,}90192 \cdot 0{,}86020)^2 \cdot (0{,}04)^2 + \\ + (1001{,}5 \cdot 0{,}86020)^2 \cdot (0{,}00008)^2\end{matrix}} = 0{,}2(г),$$

$$\varepsilon_{м_{235}} = \frac{2S(A)}{\sqrt{19}} = 0{,}71\ (г).$$

Таким образом, погрешность аттестованного значения Δ_{235} = 0,71 г. Полученное значение удовлетворяет условиям технического задания на разработку стандартного образца:

$$\frac{\Delta_{235}}{M_{235}} = \frac{0{,}71}{776{,}995} = 0{,}0009\ (0{,}09\ \%).$$

Библиография

[1] МИ 2083-90 ГСИ. Измерения косвенные. Определение результатов измерений и оценивание их погрешностей