

8. Standardele în domeniul managementului calității, atestării, certificării, asigurării metrologice, alte standarde

Стандарты в области менеджмента качества, аттестации, сертификации, метрологического обеспечения, другие стандарты

808. [ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 – Точность \(правильность и прецизионность\) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.](#)
809. [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.](#)
810. [ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 - Точность \(правильность и прецизионность\) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений.](#)
811. [ГОСТ Р ИСО 5725-4-2002 - Точность \(правильность и прецизионность\) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений.](#)
812. [ГОСТ Р ИСО 5725-5-2002 - Точность \(правильность и прецизионность\) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений.](#)
813. [ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 - Точность \(правильность и прецизионность\) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.](#)
814. [ГОСТ Р ИСО 9000-2001 – Системы менеджмента качества. Основные положения и словарь.](#)

816. [ГОСТ Р ИСО 9004-2001 – Системы менеджмента качества. Рекомендации по улучшению деятельности.](#)
817. [ГОСТ 27384-2002 – Межгосударственный стандарт. Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств.](#)
818. [ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006 – Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.](#)
819. [Биохимическое потребление кислорода в водах. Методика выполнения измерений скляночным методом. РД 52.24.420-2005.](#)
820. [Массовая концентрация нефтепродуктов в водах. Методика выполнения измерений ик - фотометрическим методом. РД 52.24.476-2007.](#)
821. [Массовая концентрация сульфатов в водах. Методика выполнения измерений гравиметрическим методом. РД 52.24.483-2005.](#)
822. [Массовая концентрация нитритов в водах. Методика выполнения измерений фотометрическим методом с реактивом Грисса. РД 52.24.381-2006.](#)
823. [Массовая концентрация летучих фенолов в водах. Методика выполнения измерений экстрационно - фотометрическим методом после отгонки с паром. РД 52.24.488-2006.](#)
824. [Водородный показатель и удельная электрическая проводимость вод. Методика выполнения измерений электрометрическим методом. РД 52.24.495-2005.](#)

825. [Стандартные образцы. Оценивание метрологических характеристик с использованием эталонов и образцовых средств измерений. РМГ 53-2002.](#)
826. [Методика выполнения измерений с использованием стандартных образцов РМГ 54-2002.](#)
827. [Руководство по использованию оценок повторяемости, воспроизводимости и правильности при оценке неопределенности измерений Р 50.1.060-2006.](#)
828. [Дворкин В.И., Болдырев И.В. Понятие неопределенности и его использование в лабораторной практике.](#)
829. [Руководство по выражению неопределенности измерения \(на основе Рекомендаций 1 \(С1-1981\) Международного комитета мер и весов – МКМВ \(СIPM\)\).](#)
830. [Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений содержания взвешенных веществ и общего содержания примесей в пробах природных и очищенных сточных вод гравиметрическим методом. ПНД Ф 14.1:2.110-97.](#)

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

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 6.3.1. Второй абзац	«опорные» лабораторий	«опорные» (референтные) лаборатории
Пункт 7.1.6. Второй абзац	в расчет стандартных отклонений и воспроизводимости	в расчет стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости

(ИУС № 11 2003 г.)

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» Госстандарта России (ВНИИМС), Всероссийским научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИСтандарт), Всероссийским научно-исследовательским институтом классификации, терминологии и информации по стандартизации и качеству (ВНИИКИ) Госстандарта России

ВНЕСЕН Управлением метрологии и Научно-техническим управлением Госстандарта России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 23 апреля 2002 г. № 161-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 5725-1:1994 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения»

В необходимых случаях в тексте стандарта даны комментарии научного редактора, выделенные курсивом

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

Предисловие к государственным стандартам Российской Федерации ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002—ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 под общим заголовком «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений»	IV
Предисловие к международному стандарту ИСО 5725.	VII
Введение к международному стандарту ИСО 5725.	VII
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Определения	2
4 Практическое применение определений, используемых в стандарте при регламентации экспериментов по оценке точности	6
4.1 Стандартный метод измерений	6
4.2 Эксперимент по оценке точности	6
4.3 Идентичные объекты испытаний	7
4.4 Короткие интервалы времени	7
4.5 Участвующие лаборатории	7
4.6 Условия наблюдений	7
5 Статистическая модель	8
5.1 Исходная модель	8
5.2 Соотношение между исходной моделью и прецизионностью	9
5.3 Альтернативные модели	9
6 Постановка эксперимента по оценке точности	10
6.1 Планирование эксперимента по оценке точности	10
6.2 Стандартный метод измерений	10
6.3 Отбор лабораторий для эксперимента по оценке точности	10
6.4 Отбор материалов, предназначенных для эксперимента по оценке точности	13
7 Использование данных о точности	14
7.1 Представление значений правильности и прецизионности	14
7.2 Практические применения значений правильности и прецизионности	16
Приложение А Условные обозначения и сокращения, используемые в ГОСТ Р ИСО 5725	17
Приложение В Диаграммы неопределенностей для показателей прецизионности	19
Приложение С Библиография	20
Рекомендации по применению основных положений государственных стандартов Российской Федерации ГОСТ Р ИСО 5725 в деятельности по метрологии, стандартизации, испытаниям, оценке компетентности испытательных лабораторий	21

**ПРЕДИСЛОВИЕ К ГОСУДАРСТВЕННЫМ СТАНДАРТАМ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002—ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 ПОД ОБЩИМ ЗАГОЛОВКОМ
«ТОЧНОСТЬ (ПРАВИЛЬНОСТЬ И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ) МЕТОДОВ
И РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ»**

Целью разработки Государственных стандартов Российской Федерации (ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-5—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002), далее — ГОСТ Р ИСО 5725, является прямое применение в Российской Федерации шести частей основополагающего Международного стандарта ИСО 5725 под общим заголовком «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений» в практической деятельности по метрологии (разработке, аттестации и применению методик выполнения измерений), стандартизации методов контроля (испытаний, измерений, анализа), испытаниям продукции, в том числе для целей подтверждения соответствия, оценке компетентности испытательных лабораторий согласно требованиям ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2000.

ГОСТ Р ИСО 5725 представляют собой полный аутентичный текст шести частей международного стандарта ИСО 5725, в том числе:

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».

Каждая часть содержит аутентичный перевод предисловия и введения к международному стандарту ИСО 5725, а также предисловие к государственным стандартам Российской Федерации (ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002—ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002) и издается самостоятельно.

Пользование частями 2—6 ГОСТ Р ИСО 5725 в отдельности возможно только совместно с частью 1 (ГОСТ Р ИСО 5725-1), в которой установлены основные положения и определения, касающиеся всех частей ГОСТ Р ИСО 5725.

В соответствии с основными положениями ИСО 5725-1 (пункт 1.2) настоящий стандарт распространяется на методы измерений непрерывных (в смысле принимаемых значений в измеряемом диапазоне) величин, дающие в качестве результата измерений единственное значение. При этом это единственное значение может быть и результатом расчета, основанного на ряде измерений одной и той же величины.

Стандарты ИСО 5725 могут применяться для оценки точности выполнения измерений различных физических величин, характеризующих измеряемые свойства того или иного объекта, в соответствии со стандартизованной процедурой. При этом в пункте 1.2 ИСО 5725-1 особо отмечено, что стандарт может применяться для оценки точности выполнения измерений состава и свойств очень широкой номенклатуры материалов, включая жидкости, порошкообразные и твердые материалы — продукты материального производства или существующие в природе, при условии, что учитывают любую неоднородность материала.

Применяемый в международных стандартах термин «стандартный метод измерений» адекватен отечественному термину «стандартизованный метод измерений».

В ИСО 5725: 1994—1998 и ИСО/МЭК 17025—99 понятие «метод измерений» («measurement method») включает совокупность операций и правил, выполнение которых обеспечивает получение результатов с известной точностью. Таким образом, понятие «метод измерений» по ИСО 5725 и ИСО/МЭК 17025 адекватно понятию «методика выполнения измерений (МВИ)» по ГОСТ Р 8.563—96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений» (пункт 3.1) и соответственно значительно шире по смыслу, чем определение термина «метод

измерений» в Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 29—99 «Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения» (пункт 7.2).

Более того, в оригинале ИСО 5725 очень часто употребляется в качестве понятия «метод измерений» и английский термин «test method», перевод которого на русский язык — «метод испытаний» (см. в оригинале примечание 1 к пункту 3.2 ИСО 5725-1) и который по смыслу совпадает с термином 6.2 ИСО 5725-1 «standard measurement method» (стандартизованный метод измерений). Соответственно в качестве термина «результат измерений» в оригинале стандарта чаще используется английский термин «test result» (см. пункт 3.2 ИСО 5725-1), причем в контексте как с термином «test method» (см. пункт 3.2), так и с термином «measurement method» (см. в оригинале, например, пункты 1.2 или 7.2.1 ИСО 5725-1).

При этом следует иметь в виду, что область применения ИСО 5725 — точность стандартизованных методов измерений, в том числе предназначенных для целей испытаний продукции, позволяющих количественно оценить характеристики свойств (показателей качества и безопасности) объекта испытаний (продукции). Именно поэтому во всех частях стандарта результаты измерений характеристик образцов, взятых в качестве выборки из партии изделий (или проб, отобранных из партии материала), являются основой для получения результатов испытаний всей партии (объекта испытаний). Когда объектом испытаний является конкретный образец (test specimen, sample), результаты измерений и испытаний могут совпадать. Такой подход имеет место в примерах по определению показателей точности стандартного (стандартизованного) метода измерений, содержащихся в ИСО 5725.

Следует отметить, что в отечественной метрологии точность (accuracy) и погрешность (error) результатов измерений, как правило, определяются сравнением результата измерений с истинным или действительным (условно истинным) значением измеряемой физической величины (являющимися фактически эталонными значениями измеряемых величин, выраженными в узаконенных единицах).

В условиях отсутствия необходимых эталонов, обеспечивающих воспроизведение, хранение и передачу соответствующих значений единиц величин, необходимых для оценки погрешности (точности) результатов измерений, и в отечественной, и в международной практике за действительное значение зачастую принимают общее среднее значение (математическое ожидание) установленной (заданной) совокупности результатов измерений. В ИСО 5725 эта ситуация отражена в термине «принятое опорное значение» (см. пункты 3.5 и 3.6 ГОСТ Р ИСО 5725-1) и рекомендуется ГОСТ Р ИСО 5725-1 для использования в этих случаях и в отечественной практике.

Термины «правильность» (trueness) и «прецизионность» (precision) в отечественных нормативных документах по метрологии до настоящего времени не использовались. При этом «правильность» — степень близости результата измерений к истинному или условно истинному (действительному) значению измеряемой величины или в случае отсутствия эталона измеряемой величины — степень близости среднего значения, полученного на основании большой серии результатов измерений (или результатов испытаний) к принятому опорному значению. Показателем правильности обычно является значение систематической погрешности (см. пункт 3.7 ГОСТ Р ИСО 5725-1).

В свою очередь «прецизионность» — степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных в конкретных установленных условиях. Эта характеристика зависит только от случайных факторов и не связана с истинным или условно истинным значением измеряемой величины (см. пункт 3.12 ГОСТ Р ИСО 5725-1). Мера прецизионности обычно вычисляется как стандартное (среднеквадратическое) отклонение результатов измерений, выполненных в определенных условиях. Количественные значения мер прецизионности существенно зависят от заданных условий. Экстремальные показатели прецизионности — повторяемость, сходимость (repeatability) и воспроизводимость (reproducibility) регламентируют и в отечественных нормативных документах, в том числе в большинстве государственных стандартов на методы контроля (испытаний, измерений, анализа) (см. пункты 3.12 — 3.20 ГОСТ Р ИСО 5725-1).

В соответствии с ИСО 5725 цель государственных стандартов ГОСТ Р ИСО 5725 состоит в том, чтобы:

а) изложить основные положения, которые следует иметь в виду при оценке точности (правильности и прецизионности) методов и результатов измерений при их применении, а также при планировании экспериментов по оценке различных показателей точности (ГОСТ Р ИСО 5725-1);

б) регламентировать основной способ экспериментальной оценки повторяемости (сходимости) и воспроизводимости методов и результатов измерений (ГОСТ Р ИСО 5725-2);

в) регламентировать процедуру получения промежуточных показателей прецизионности методов и результатов измерений, изложив условия их применения и методы оценки (ГОСТ Р ИСО 5725-3);

г) регламентировать основные способы определения правильности методов и результатов измерений (ГОСТ Р ИСО 5725-4);

д) регламентировать для применения в определенных обстоятельствах несколько альтернатив основным способам (ГОСТ Р ИСО 5725-2 и ГОСТ Р ИСО 5725-4) определения прецизионности и правильности методов и результатов измерений, приведенных в ГОСТ Р ИСО 5725-5;

е) изложить некоторые практические применения показателей правильности и прецизионности (ГОСТ Р ИСО 5725-6).

Представленные в виде таблицы рекомендации по применению основных положений ГОСТ Р ИСО 5725 в деятельности по метрологии, стандартизации, испытаниям, оценке компетентности испытательных лабораторий со ссылками на нормы государственных стандартов Российской Федерации, содержащих требования к выполнению соответствующих работ, приведены в приложении к предисловию в ГОСТ Р ИСО 5725-1.

Алгоритмы проведения экспериментов по оценке повторяемости, воспроизводимости, промежуточных показателей прецизионности, показателей правильности (характеристик систематической погрешности) методов и результатов измерений рекомендуется внедрять через программы экспериментальных метрологических исследований показателей точности (характеристик погрешности) результатов измерений, выполняемых по разрабатываемой МВИ, и (или) через программы контроля показателей точности применяемых МВИ.

Использование приведенных в приложениях А к каждому стандарту условных обозначений в качестве обязательных рекомендуется только для тех показателей точности, которые до настоящего времени в отечественной метрологической практике не использовались (например, для показателей по пунктам 3.9—3.12 ГОСТ Р ИСО 5725-1). Для остальных показателей и критериев используемые в стандартах ГОСТ Р ИСО 5725 условные обозначения, как правило, могут применяться наряду с условными обозначениями этих показателей и критериев, принятых в действующих отечественных документах (например, предел повторяемости (сходимости) с условным обозначением r по пункту 3.16 ГОСТ Р ИСО 5725-1 наряду с условным обозначением d , принятым для этого показателя в ряде рекомендаций по метрологии, а также в государственных стандартах на методы испытаний продукции).

ПРЕДИСЛОВИЕ К МЕЖДУНАРОДНОМУ СТАНДАРТУ ИСО 5725

Международная организация по стандартизации (ИСО) является Всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов—членов ИСО). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ИСО. Каждый член ИСО, заинтересованный в деятельности соответствующего технического комитета, имеет право быть представленным в этом комитете. Правительственные и неправительственные международные организации, сотрудничающие с ИСО, также принимают участие в этой работе. ИСО тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (МЭК) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, направляются техническим комитетам—членам ИСО на голосование перед их утверждением Советом ИСО в качестве международных стандартов. Стандарты утверждаются в качестве международных в соответствии с установленными в ИСО требованиями: в случае их одобрения по меньшей мере 75% комитетов—членов ИСО, принимавших участие в голосовании.

Международный стандарт ИСО 5725-1 был подготовлен Техническим комитетом ИСО/ТК 69 «Применение статистических методов», Подкомитетом ПК 6 «Методы и результаты измерений».

ИСО 5725 состоит из следующих частей под общим заголовком «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений»:

Часть 1. Основные положения и определения

Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений

Часть 6. Использование значений точности на практике

ИСО 5725 (части 1—6) в совокупности аннулирует и заменяет ИСО 5725:1986, область распространения которого была расширена включением правильности (в дополнение к прецизионности) и условий промежуточной прецизионности (в дополнение к условиям повторяемости и воспроизводимости).

Приложение А является обязательным для настоящей части ИСО 5725, приложение В — справочное.

ВВЕДЕНИЕ К МЕЖДУНАРОДНОМУ СТАНДАРТУ ИСО 5725

0.1 В ИСО 5725 для описания точности метода измерений используют два термина: «правильность» и «прецизионность». Термин «правильность» характеризует степень близости среднего арифметического значения большого числа результатов измерений к истинному или принятому опорному значению, термин «прецизионность» — степень близости результатов измерений друг к другу.

0.2 Необходимость рассмотрения «прецизионности» возникает из-за того, что измерения, выполняемые на предположительно идентичных материалах при предположительно идентичных обстоятельствах, не дают, как правило, идентичных результатов. Это объясняется неизбежными случайными погрешностями, присущими каждой измерительной процедуре, а факторы, оказывающие влияние на результат измерения, не поддаются полному контролю. При практической интерпретации результатов измерений эта изменчивость должна учитываться. Например, нельзя установить фактическое различие между полученным результатом измерений и какой-либо точной величиной, если она лежит в области неизбежных случайных погрешностей измерительной процедуры. Аналогичным образом, сопоставление результатов испытаний двух существенно различающихся партий материала не выявит какого-либо существенного отличия в качестве, если расхождение между результатами лежит в вышеупомянутой области.

0.3 На изменчивость результатов измерений, выполненных по одному методу, помимо различий между предположительно идентичными образцами, могут влиять многие различные факторы, в том числе:

- a) оператор;
- b) используемое оборудование;

- с) калибровка оборудования;
- d) параметры окружающей среды (температура, влажность, загрязнение воздуха и т.д.);
- е) интервал времени между измерениями.

Различия между результатами измерений, выполняемых разными операторами и/или с использованием различного оборудования, как правило, будут больше, чем между результатами измерений, выполняемых в течение короткого интервала времени одним оператором с использованием одного и того же оборудования.

0.4 Прецизионность является общим термином для выражения изменчивости повторяющихся измерений. Два условия прецизионности, называемые условиями повторяемости и воспроизводимости, были признаны необходимыми и, во многих практических случаях, полезными для представления изменчивости метода измерений. В условиях повторяемости (сходимости) факторы а) — е), перечисленные выше, считают постоянными, и они не влияют на изменчивость, в то время как в условиях воспроизводимости все эти факторы переменны и влияют на изменчивость результатов испытаний. Таким образом, повторяемость и воспроизводимость представляют собой два крайних случая прецизионности где первый характеризует минимальную, а второй — максимальную изменчивость результатов. Прочие промежуточные условия между этими двумя экстремальными условиями прецизионности допустимы, когда один или несколько факторов а) — е) могут изменяться, и использоваться при определенных обстоятельствах. Прецизионность, как правило, выражают в терминах стандартных отклонений¹.

0.5 Правильность метода измерений имеет смысл в случаях, когда можно прямо или косвенно представить истинное значение измеряемой величины. Хотя для некоторых методов измерений истинное значение не может быть известно точно, существует возможность располагать принятым опорным значением измеряемой величины, например, когда имеются в распоряжении соответствующие стандартные образцы² или когда принятое опорное значение может быть установлено посредством ссылки на другой метод измерений, или путем приготовления известного образца. При этом правильность того или иного метода измерений может быть исследована посредством сопоставления принятого опорного значения с уровнем результатов, полученных этим методом. Правильность, как правило, выражают в терминах систематической погрешности (смещение). Например, при химическом анализе систематическая погрешность проявляется в случаях, когда метод измерений не позволяет полностью выделить элемент или когда наличие одного элемента мешает определению другого.

0.6 Общий термин «точность» используют в ИСО 5725 в отношении обоих терминов — «правильность» и «прецизионность». Одно время термин «точность» использовался, распространяясь лишь на одну составляющую, именуемую теперь правильностью, однако стало очевидным, что он выражает суммарное отклонение результата от эталонного (опорного) значения, вызванное как случайными, так и систематическими причинами.

¹ Термин «стандартное отклонение (англ. *standard deviation*)» означает корень квадратный из дисперсии, определяемый в отечественных нормативных документах как «среднеквадратическое отклонение».

² Термин «стандартные образцы (СО)» в ИСО 5725 и ИСО/МЭК 17025 соответствует англ. термину «*reference materials (RM)*»; в необходимых случаях в тексте оригинала ИСО 5725-4, ИСО 5725-6 и ИСО/МЭК 17025 (пункт 5.6.3.2) используют термин «*certified reference materials (CRM)*», что в переводе на русский язык означает «аттестованные стандартные образцы» (см., например, пункт 4.2.1 ГОСТ Р ИСО 5725-4). В ГОСТ Р ИСО 5725, а также в ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2000 этот термин (CRM) используют применительно к государственным и отраслевым стандартным образцам (ГСО и ОСО) по ГОСТ 8.315-97. Термин «стандартные образцы предприятия (лаборатории) (СОП)» соответствует английскому термину «*internal reference materials*» или «*private reference materials prepared by the laboratory*»; последнее словосочетание переводится как «собственные стандартные образцы, приготовленные лабораторией» (см., например, пункт 6.2.2.1с ИСО 5725-6).

П р и м е ч а н и е — Сноски 1 и 2 даны в трактовке научного редактора издания проф., доктора техн. наук Л.К. Исаева.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОЧНОСТЬ (ПРАВИЛЬНОСТЬ И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ) МЕТОДОВ И РЕЗУЛЬТАТОВ
ИЗМЕРЕНИЙ

Часть 1

Основные положения и определения

Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results

Part 1

General principles and definitions

Дата введения 2002—11—01

1 Область применения

1.1 Цель стандартов ГОСТ Р ИСО 5725 состоит в следующем:

- a) изложить основные положения, которые следует иметь в виду при оценке точности (правильности и прецизионности) методов и результатов измерений, их применении, а также при экспериментальной оценке различных показателей точности (ГОСТ Р ИСО 5725-1);
- b) регламентировать основной метод экспериментальной оценки двух экстремальных показателей прецизионности методов измерений (ГОСТ Р ИСО 5725-2);
- c) регламентировать процедуру получения промежуточных показателей прецизионности, изложив условия их применения и методы их оценки (ГОСТ Р ИСО 5725-3);
- d) регламентировать основные методы определения правильности метода измерений (ГОСТ Р ИСО 5725-4);
- e) регламентировать несколько альтернатив основным методам, приведенным в ГОСТ Р ИСО 5725-2 и ГОСТ Р ИСО 5725-4 для определения прецизионности и правильности методов измерений, при выполнении измерений в иных заданных условиях (ГОСТ Р ИСО 5725-5);
- f) дать представление о некоторых практических применениях показателей правильности и прецизионности (ГОСТ Р ИСО 5725-6).

1.2 Настоящий стандарт распространяется на методы измерений непрерывных (в смысле принимаемых значений в измеряемом диапазоне) величин, дающие в качестве результата измерений единственное значение. При этом единственное значение может быть и результатом расчета, основанного на ряде измерений одной и той же величины.

В стандарте представлены определения величин, которые характеризуют, с количественной точки зрения, способность метода измерений дать верный результат (правильность) или повторить полученный результат (прецизионность). Таким образом представляется, что один и тот же параметр был измерен точно таким же способом и что измерительная процедура находится под контролем.

Настоящий стандарт может быть применен к очень широкой номенклатуре материалов, включая жидкости, порошки и твердые объекты, произведенные или существующие в природе при условии, что учитывают любую неоднородность материала.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

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 Р ИСО/МЭК 17025—2000 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ Р 51672—2000 Метрологическое обеспечение испытаний продукции для целей подтверждения соответствия. Основные положения.

3 Определения

В стандартах ГОСТ Р ИСО 5725 применяют следующие термины с соответствующими определениями.

Некоторые определения даны в соответствии с ИСО 3534-1 [1].

Условные обозначения, используемые в ГОСТ Р ИСО 5725, представлены в приложении А.

3.1 наблюдаемое значение (observed value): Значение характеристики, полученное в результате единичного наблюдения (ИСО 3534-1 [1]).

3.2 результат измерений (test result): Значение характеристики, полученное выполнением регламентированного метода измерений.

Примечание 1 — В нормативном документе на метод измерений должно регламентироваться, сколько (одно или несколько) единичных наблюдений должно быть выполнено, способы их усреднения (среднее арифметическое значение результатов многократных наблюдений, медиана или стандартное отклонение) и способы представления в качестве результата измерений (или результата испытаний — см. предисловие). Может потребоваться введение стандартных поправок (например, таких как приведение объема газа к нормальной температуре и давлению). Таким образом, результат измерений (испытаний) может быть представлен как результат, рассчитанный из нескольких наблюдаемых значений. В простейшем случае результат измерений (испытаний) является собственно наблюдаемым значением (ИСО 3534-1 [1]).

Такой подход к представлению результатов измерений имеет место в МИ 1317 [2].

3.3 уровень испытаний в эксперименте по оценке прецизионности (level of the test in a precision experiment): Общее среднее значение результатов испытаний, полученных от всех лабораторий для одного конкретного испытуемого материала или образца.

В отечественных документах используется термин «общее среднее значение результатов испытаний конкретного образца».

3.4 базовый элемент (ячейка) в эксперименте по оценке прецизионности (cell in a precision experiment): Совокупность результатов испытаний на одном уровне, полученных одной лабораторией.

В отечественных документах используется термин «общее среднее значение совокупности результатов испытаний, полученных одной лабораторией на одном и том же образце в ходе проведения эксперимента».

3.5 принятое опорное значение (accepted reference value): Значение, которое служит в качестве согласованного для сравнения и получено как:

- a) теоретическое или установленное значение, базирующееся на научных принципах;
- b) приписанное или аттестованное значение, базирующееся на экспериментальных работах какой-либо национальной или международной организации;
- c) согласованное или аттестованное значение, базирующееся на совместных экспериментальных работах под руководством научной или инженерной группы;
- d) математическое ожидание измеряемой характеристики, то есть среднее значение заданной совокупности результатов измерений — лишь в случае, когда a), b) и c) недоступны (ИСО 3534-1 [1]).

В отечественной метрологии погрешность (the error) результатов измерений, как правило, определяется

сравнением результата измерений с истинным или действительным значением измеряемой физической величины (являющимися фактически эталонными значениями измеряемых величин, выраженными в узаконенных единицах).

Согласно 3.6 РМГ 29-99 [3] истинное значение физической величины (*true value of a quantity*) — значение, которое идеальным образом характеризует в качественном и количественном отношении соответствующую физическую величину; согласно 3.7 РМГ 29 действительное значение физической величины (*conventional true value*) — значение величины, полученное экспериментальным путем и настолько близкое к истинному значению, что в поставленной измерительной задаче может быть использовано вместо него.

В условиях отсутствия необходимых эталонов, обеспечивающих воспроизведение, хранение и передачу соответствующих значений величин, необходимых для определения погрешности (точности) результатов измерений и в отечественной, и в международной практике за действительное значение зачастую принимают общее среднее значение (математическое ожидание) заданной совокупности результатов измерений, выражаемое в отдельных случаях в условных единицах. Эта ситуация и отражена в термине «принятое опорное значение» 3.5 ГОСТ Р ИСО 5725-1 и рекомендуется для использования в отечественной практике.

3.6 точность (ассигасу): Степень близости результата измерений к принятому опорному значению.

Примечание 2 — Термин «точность», когда он относится к серии результатов измерений (испытаний), включает сочетание случайных составляющих и общей систематической погрешности (ИСО 3534-1 [1]).

3.7 правильность (trueness): Степень близости среднего значения, полученного на основании большой серии результатов измерений (или результатов испытаний), к принятому опорному значению.

Примечания

3 Показателем правильности обычно является значение систематической погрешности.

4 Правильность понимают иногда как «точность среднего значения». Однако такое употребление не рекомендуется [ИСО 3534-1] [1].

Термин «правильность» в отечественных нормативных документах до настоящего времени не применялся.

В рамках обеспечения единства измерений термин «правильность (trueness)» — степень близости результата измерений к истинному (действительному) значению измеряемой величины или в случае отсутствия эталона измеряемой величины — степень близости среднего значения, полученного на основании большой серии результатов измерений (или результатов испытаний), к принятому опорному значению.

3.8 систематическая погрешность (bias): Разность между математическим ожиданием результатов измерений и истинным (или в его отсутствие — принятым опорным) значением.

Примечание 5 — Большее систематическое отклонение от принятого опорного значения находит свое отражение в большем значении систематической погрешности [ИСО 3534-1] [1].

1 Определение термина «bias», содержащееся в 3.8 ГОСТ Р ИСО 5725-1 и примечании 5, фактически соответствует понятию «систематическая погрешность (systematic error)», приведенному в 3.14 Международного словаря терминов в метрологии (VIM) [4]. Термин «bias (of a measuring instrument)» в VIM (5.25) определен как «смещение (неправильность средства измерений) — систематическая погрешность в показании средства измерений».

2 В качестве составляющих систематической погрешности измерений выделяют неисключенную систематическую погрешность (НСП) (9.7 РМГ 29 [3]), составляющую систематической погрешности измерений, обусловленную несовершенством реализации принятого принципа измерений (9.4 РМГ 29) и 3.10 ГОСТ Р ИСО 5725-1), погрешность градуировки применяемого средства измерений (9.22 РМГ 29) и др.

3 Если математическое ожидание систематической погрешности известно и постоянно, то в результат измерений вносят соответствующую поправку. Знак поправки противоположен знаку погрешности.

Когда систематическая погрешность пропорциональна значению измеряемой величины, то с целью исключения влияния систематической погрешности используют поправочный множитель (числовой коэффициент — correction factor), на который умножают неисправленный результат измерений (см. также 3.16 VIM и 9.18 РМГ 29).

3.9 Систематическая погрешность лаборатории при реализации конкретного метода измерений (конкретной МВИ) (laboratory bias): Разность между математическим ожиданием результатов измерений (или результатов испытаний) в отдельной лаборатории и истинным (или в его отсутствие — принятым опорным) значением измеряемой характеристики.

Термин в отечественных документах до настоящего времени не применялся. Вместе с тем значение

систематической погрешности лаборатории при реализации конкретной МВИ и стабильность этого значения в течение определенного периода времени в международной практике является одним из основных показателей компетентности испытательных лабораторий, которым руководствуются заказчики и органы по аккредитации при подтверждении или признании компетентности испытательной лаборатории в соответствии с требованиями ИСО/МЭК 17025—99, а также при формировании сети лабораторий высокого рейтинга.

Учитывая изложенное, этот показатель качества выполнения измерений в данной лаборатории необходимо внедрять в практику контроля точности измерений в соответствии с процедурами, регламентированными ГОСТ Р ИСО 5725-4 и в разделах 6, 7 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

3.10 систематическая погрешность метода измерений (bias of the measurement method): Разность между математическим ожиданием результатов измерений, полученных во всех лабораториях, применяющих данный метод, и истинным (или в его отсутствие принятым опорным значением) измеряемой характеристики.

Примечание 6 — Систематическую погрешность метода измерений оценивают отклонением среднего значения результатов измерений, полученных от большого числа различных лабораторий, применяющих один и тот же метод. Систематическая погрешность метода измерений может зависеть от значения измеряемой характеристики, то есть может быть различной на разных уровнях.

3.11 лабораторная составляющая систематической погрешности (laboratory component of bias): Разность между систематической погрешностью лаборатории при реализации конкретного метода измерений (конкретной МВИ) и систематической погрешностью метода измерений (МВИ).

Примечания

7 Лабораторная составляющая систематической погрешности при реализации конкретного метода измерений (МВИ) является специфической для данной лаборатории и условий выполнения измерений в пределах лаборатории, и ее значение также может зависеть от значения измеряемой величины.

8 Лабораторная составляющая систематической погрешности при реализации конкретного метода измерений (МВИ) относится к общему среднему результату измерений, но не к истинному или опорному значению измеряемой величины.

Термин до настоящего времени в отечественных документах не применялся, вместе с тем этот показатель, так же как и показатель по 3.9 ГОСТ Р ИСО 5725-1 весьма полезен при проведении метрологических исследований (аттестации) МВИ по ГОСТ Р 8.563 и оценке компетентности лабораторий по ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025.

3.12 прецизионность (precision): Степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных в конкретных регламентированных условиях.

Примечания

9 Прецизионность зависит только от случайных погрешностей и не имеет отношения к истинному или установленному значению измеряемой величины.

10 Меру прецизионности обычно выражают в терминах неточности и вычисляют как стандартное отклонение результатов измерений. Меньшая прецизионность соответствует большему стандартному отклонению.

11 «Независимые результаты измерений (или испытаний)» — результаты, полученные способом, на который не оказывает влияния никакой предшествующий результат, полученный при испытаниях того же самого или подобного объекта. Количественные значения мер прецизионности существенно зависят от регламентированных условий. Крайними случаями совокупностей таких условий являются условия повторяемости и условия воспроизводимости (ИСО 3534-1 [1]).

3.13 повторяемость (repeatability): Прецизионность в условиях повторяемости (ИСО 3534-1 [1]).

В отечественных нормативных документах наряду с термином «повторяемость» используют термин «сходимость», содержащийся также в 8.4 РМГ 29 и 3.6 VIM [4]. Далее в стандарте употребляют термин «повторяемость (сходимость)» (ГОСТ Р 51672).

3.14 условия повторяемости (сходимости) (repeatability conditions): Условия, при которых независимые результаты измерений (или испытаний) получаются одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования, в пределах короткого промежутка времени (ИСО 3534-1 [1]).

3.15 стандартное (среднеквадратическое) отклонение повторяемости (сходимости) (repeatability standard deviation): Стандартное (среднеквадратическое) отклонение результатов измерений (или испытаний), полученных в условиях повторяемости (сходимости).

П р и м е ч а н и я

12 Эта норма является мерой рассеяния результатов измерений в условиях повторяемости.

13 Подобным образом можно было бы ввести и использовать понятия «дисперсии повторяемости» и «коэффициента вариации повторяемости» в качестве характеристик рассеяния результатов измерений в условиях повторяемости (ИСО 3534-1 [1]).

3.16 предел повторяемости (сходимости) (repeatability limit): Значение, которое с доверительной вероятностью 95% не превышает абсолютной величиной разности между результатами двух измерений (или испытаний), полученными в условиях повторяемости (сходимости).

П р и м е ч а н и е 14 — Используемое условное обозначение — r (ИСО 3534-1 [1]).

3.17 воспроизводимость (reproducibility): Прецизионность в условиях воспроизводимости (ИСО 3534-1 [1]).

3.18 условия воспроизводимости (reproducibility conditions): Условия, при которых результаты измерений (или испытаний) получают одним и тем же методом, на идентичных объектах испытаний, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования (ИСО 3534-1 [1]).

Следует отметить, что в отечественных государственных стандартах и других нормативных документах на методы испытаний продукции, в том числе для целей подтверждения соответствия (обязательной сертификации), условия воспроизводимости соответствуют установленным в 3.18 ГОСТ Р ИСО 5725-1 (см. также ГОСТ Р 51672). Именно таким понятием воспроизводимости результатов измерений оперируют при возникновении спорных ситуаций между лабораториями поставщика и покупателя при контроле качества и (или) безопасности продукции.

3.19 стандартное (среднеквадратическое) отклонение воспроизводимости (reproducibility standard deviation): Стандартное (среднеквадратическое) отклонение результатов измерений (или испытаний), полученных в условиях воспроизводимости.

П р и м е ч а н и я

15 Эта норма является мерой рассеяния результатов измерений (или испытаний) в условиях воспроизводимости.

16 Подобным образом можно было бы ввести и использовать понятия «дисперсии воспроизводимости» и «коэффициента вариации воспроизводимости», в качестве характеристик рассеяния результатов измерений (или) испытаний в условиях воспроизводимости (ИСО 3534-1 [1]).

3.20 предел воспроизводимости (reproducibility limit): Значение, которое с доверительной вероятностью 95% не превышает абсолютной величиной разности между результатами двух измерений (или испытаний), полученными в условиях воспроизводимости.

П р и м е ч а н и е 17 — Используемое условное обозначение — R . (ИСО 3534-1 [1]).

3.21 выброс (outlier): Элемент совокупности значений, который несовместим с остальными элементами данной совокупности.

П р и м е ч а н и е 18 — Статистические критерии (меры и уровни значимости), используемые для идентификации выбросов в экспериментах по оценке правильности и прецизионности, описаны в ГОСТ Р ИСО 5725-2.

3.22 совместный оценочный эксперимент (collaborative assessment experiment): Межлабораторный эксперимент, в котором показатели работы каждой лаборатории оценивают в условиях применения одного и того же стандартного метода измерений на идентичном материале.

П р и м е ч а н и я

19 Определения 3.16 и 3.20 применяют к величинам и результатам, которые могут принять любое значение в диапазоне измерений. Если результат измерений является дискретным или округленным, то каждый из пределов представляет собой минимальное дискретное или округленное значение, которое с доверительной

вероятностью не менее 95% не превышает абсолютной величиной разности между двумя единичными результатами измерений.

20 Определения 3.8—3.11, 3.15, 3.16, 3.19 и 3.20 подразумевают теоретические значения, которые в действительности остаются неизвестными. Значения стандартных отклонений воспроизводимости и повторяемости, а также систематической погрешности, фактически определяемые экспериментальным путем (описанным в ГОСТ Р ИСО 5725-2 и ГОСТ Р ИСО 5725-4), представляют собой, со статистической точки зрения, оценки данных теоретических значений и, следовательно, содержат погрешности.

Вследствие этого, например, уровни вероятности, связанные с пределами r и R , не будут точно равны 95 %. Они будут приближаться к 95 %, если в эксперименте по оценке прецизионности принимает участие большое количество лабораторий, но могут существенно отличаться от 95 %, если участвует в эксперименте менее 30 лабораторий.

Это неизбежно, но в то же время не преуменьшает практическую полезность этих пределов, так как, в первую очередь, они были введены для суждения о том, могла ли разность между результатами быть приписана случайности, присущим методу измерений, или нет. Разности, превышающие предел повторяемости (сходимости) r или предел воспроизводимости R , являются подозрительными.

21 Условные обозначения r и R уже использованы для других целей: так r рекомендована в ИСО 3534-1 [1] как коэффициент корреляции и R (или W) — для диапазона рядов наблюдений. Тем не менее не должно возникать никаких недоразумений, если для предела повторяемости (сходимости) r и предела воспроизводимости R используют полные формулировки всякий раз, когда существует возможность неправильного понимания, особенно при ссылке в стандартах.

4 Практическое применение определений, используемых в стандарте при регламентации экспериментов по оценке точности

4.1 Стандартный метод измерений

4.1.1 Чтобы измерения выполнялись одинаковым образом, метод измерений должен быть стандартизован. Все измерения должны выполняться согласно данному стандартному методу. Это означает, что должен быть письменный документ, устанавливающий во всех подробностях, как должно выполняться измерение, и предпочтительно включающий в себя описание процедур получения и подготовки образцов для выполнения измерений.

В отечественных документах обычно применяется термин «стандартизованный».

4.1.2 Наличие документированного (стандартизованного) метода измерений предполагает существование организации, несущей ответственность за его разработку.

Примечание 22 — Стандартный метод измерений более подробно рассматривают в 6.2.

4.2 Эксперимент по оценке точности

4.2.1 Показатели точности (правильности и прецизионности) должны определяться на основании серии результатов измерений, представленных участвующими в эксперименте лабораториями. Эксперимент организуется специально образованным советом экспертов, который проводит его по специальным правилам.

Такого рода межлабораторный эксперимент носит название «эксперимент по оценке точности». Подобный эксперимент может также называться «экспериментом по оценке прецизионности» или «экспериментом по оценке правильности» в соответствии с его ограниченной целью. Если целью является определение правильности, то эксперимент по оценке прецизионности должен быть либо завершен ранее, либо они должны проводиться одновременно.

Оценки точности, получаемые на основании такого эксперимента, должны всегда рассматриваться как достоверные только для измерений, выполненных в соответствии со стандартизованным методом.

4.2.2 Эксперимент по оценке точности часто можно рассматривать в качестве практической проверки адекватности стандартного метода измерений. Одной из основных целей стандартизации является устранение различий между пользователями (лабораториями), насколько это возможно, и определение по данным, полученным в результате эксперимента, степени достижения этой цели. С другой стороны, явные различия во внутрилабораторных стандартных отклонениях (см. раздел 7) или в средних значениях по лабораториям могут указывать на недостаточную детализацию стандартного метода измерений и на необходимость его совершенствования. Если это так, об этом следует сообщать в орган, ответственный за стандартизацию, для принятия необходимых мер.

4.3 Идентичные объекты испытаний

В эксперименте по оценке точности пробы определенного материала или образцы определенной продукции рассылают из центрального пункта определенному числу лабораторий, расположенных в разных местах, разных странах или даже на разных континентах. Определение условий повторяемости (сходимости) (3.14), устанавливающее, что измерения в этих лабораториях должны проводиться на идентичных объектах, относится к моменту, когда эти измерения фактически осуществляются. Для достижения этого должны быть выполнены следующие условия:

- а) образцы должны быть идентичными при их рассылке в лаборатории;
- б) они должны оставаться идентичными во время транспортирования и на протяжении любых интервалов времени, которые могут предшествовать периоду фактического выполнения измерений.

При организации экспериментов по оценке точности оба условия должны тщательно соблюдаться.

Примечание 23 — Отбор материала более полно рассматривается в 6.4.

4.4 Короткие интервалы времени

4.4.1 Согласно определению условий повторяемости (сходимости) (3.14) измерения для определения повторяемости должны быть выполнены при неизменных рабочих условиях, т.е. в течение периода выполнения измерений, факторы, перечисленные в 0.3, должны оставаться постоянными. В частности, оборудование не должно подвергаться перекалибровке в промежутке времени между измерениями, если только это не является обязательной частью каждого измерения. На практике измерения в условиях повторяемости должны проводиться в течение как можно менее продолжительного периода времени, чтобы свести к минимуму изменения данных факторов, таких как условия окружающей среды, которым не может быть всегда гарантировано постоянство.

4.4.2 Существует, однако, обстоятельство, которое может увеличить интервал времени между измерениями, и оно заключается в том, что результаты измерений предположительно должны быть независимыми. Если имеется опасение, что предшествующие результаты могут повлиять на последующие результаты измерений (и тем самым снизить оценку дисперсии повторяемости), может оказаться необходимым предоставление отдельных образцов, зашифрованных таким образом, чтобы оператор не знал, какие из них предположительно идентичны. Должны быть даны инструкции относительно порядка, в котором данные образцы должны подвергаться измерениям, и, предварительно в данный порядок должен быть внесен элемент случайности таким образом, чтобы все «идентичные» образцы не подвергались измерениям вместе. Могут иметь место случаи, когда в паузе между повторяющимися измерениями короткоживущий объект может быть подвержен изменениям, тогда вся серия измерений должна быть полностью завершена в течение короткого интервала времени. В поисках компромисса предпочтение должно отдаваться здравому смыслу.

4.5 Участвующие лаборатории

4.5.1 Основное исходное предположение, лежащее в основе настоящего стандарта заключается в том, что для стандартного метода измерений повторяемость (сходимость), по крайней мере приблизительно, одинакова для всех лабораторий, применяющих этот метод, так что допустимо установить одно общее среднее стандартное отклонение повторяемости (сходимости), которое будет применимо для любой лаборатории. Тем не менее, любая лаборатория, выполняющая серию измерений в условиях повторяемости (сходимости), может получить оценку своего собственного стандартного отклонения повторяемости для метода измерений и сопоставить ее с общепринятой стандартной величиной. Такая процедура рассматривается в ГОСТ Р ИСО 5725-6.

4.5.2 Величины, определенные в 3.8 — 3.20, теоретически применимы ко всем лабораториям, которые могут выполнить измерения данным методом. На практике лаборатории определяются на основании выборки из этой совокупности лабораторий. Подробности выполнения такой выборки представлены в 6.3. Соблюдение данных там инструкций относительно количества лабораторий, которые должны входить в выборку, и количества измерений, которые они выполняют, должно привести к удовлетворительным результирующим оценкам правильности и прецизионности. Если, однако, в какой-то момент станет очевидно, что участвующие лаборатории не были или больше не являются действительно представительными по отношению ко всем лабораториям, использующим данный стандартный метод измерений, тогда измерения необходимо повторить.

4.6 Условия наблюдений

4.6.1 Внутрилабораторные факторы, влияющие на изменчивость получаемых результатов, перечислены в 0.3. Они могут быть представлены как «время», «оператор» и «оборудование», когда наблюдения в различные моменты времени учитывают влияние изменения условий окружающей среды и перекалибровки оборудования между наблюдениями. В условиях повторяемости наблюде-

ния осуществляются при неизменности всех внутрилабораторных факторов. В условиях воспроизводимости эти факторы наоборот изменчивы, и, кроме того, поскольку наблюдения выполняются в различных лабораториях, проявляются дополнительные эффекты, являющиеся следствием различия между лабораториями (в административном управлении), материально-техническом обеспечении, проверке стабильности наблюдений и т. д.

4.6.2 При определенных обстоятельствах может оказаться полезным рассмотрение промежуточных условий прецизионности, при которых наблюдения осуществляются в одной и той же лаборатории, но при этом один или больше факторов — «время», «оператор» или «оборудование» — могут меняться. При установлении прецизионности метода измерений очень важно точно определить соответствующие условия наблюдения, т.е. должны ли быть три вышеупомянутых фактора неизменными или нет.

Кроме того, масштаб изменчивости, вызванной тем или иным фактором, будет зависеть от метода измерений. Например, в случае количественного химического анализа преобладающее влияние могут иметь факторы «оператор» и «время»; таким же образом в случае микроанализа могут доминировать факторы «оборудование» и «условия окружающей среды», а при измерениях физических свойств — «оборудование» и «калибровка».

5 Статистическая модель

5.1 Исходная модель

С целью оценки точности (правильности и прецизионности) метода измерений целесообразно предположить, что каждый результат измерений, y , представляет собой сумму трех составляющих

$$y = m + B + e, \quad (1)$$

где (для конкретного исследуемого материала):

m — общее среднее значение (математическое ожидание);

B — лабораторная составляющая систематической погрешности в условиях повторяемости;

e — случайная составляющая погрешности каждого результата измерений в условиях повторяемости.

5.1.1 Общее среднее значение m

5.1.1.1 Общее среднее значение m представляет собой уровень испытаний, например, образцы химической продукции различной чистоты либо разных других материалов (например, сталь различных марок) будут соответствовать различным уровням. В технике очень часто уровень испытаний определяется исключительно методом измерений, и такое понятие, как независимое истинное значение не применяют. Тем не менее, в некоторых случаях понятие истинного значения μ испытываемой характеристики может оказаться подходящим, как например, истинная концентрация титруемого раствора. Уровень m обязательно равняется истинному значению μ .

5.1.1.2 Когда исследуют расхождения между результатами измерений, полученными одним и тем же методом, систематическая погрешность метода не будет оказывать никакого влияния, и ею можно пренебречь. Однако при сопоставлении результатов измерений со значением, установленным в контракте или стандарте со ссылкой на истинное значение (μ), а не на «уровень испытаний» (m), либо при сопоставлении результатов, полученных с использованием различных методов измерений, систематическую погрешность метода, естественно, необходимо учитывать. Если истинное значение существует, и имеется в наличии пригодный стандартный образец, систематическая погрешность метода измерений должна определяться согласно указаниям ГОСТ Р ИСО 5725-4.

5.1.2 Составляющая B

5.1.2.1 Данная составляющая считается постоянной в течение выполнения любых серий измерений в условиях повторяемости, но она будет различной по величине для измерений, выполняемых в других условиях. Если результаты измерений в одних и тех же двух лабораториях постоянно сопоставляются, то для них необходимо определить их относительную систематическую погрешность (смещение): либо исходя из их индивидуальных значений систематической погрешности, определенных в ходе эксперимента по оценке точности, либо посредством выполнения специальных исследований собственно между лабораториями. Однако чтобы сделать общее утверждение относительно различия между двумя произвольными лабораториями, либо при сопоставлении двух лабораторий, в которых не были определены их собственные систематические погрешности, то должно рассматриваться общее распределение лабораторных составляющих систематической погрешности.

Это стало аргументом в пользу введения понятия воспроизводимости. Процедуры, представленные в ГОСТ Р ИСО 5725-2, разрабатывались в предположении, что распределение лабораторных составляющих систематической погрешности является приблизительно нормальным, но на практике их применяют для большинства распределений, при условии, что последние являются унимодальными.

5.1.2.2 Дисперсия B называется межлабораторной и выражается следующим образом:

$$\text{var}(B) = \sigma_L^2, \quad (2)$$

где σ_L^2 включает в себя изменчивость результатов, полученных разными операторами и на разном оборудовании.

В основном эксперименте по оценке прецизионности, описанном в ГОСТ Р ИСО 5725-2, данные составляющие не разделяют. В ГОСТ Р ИСО 5725-3 представлены методы оценки значений некоторых случайных составляющих B .

5.1.2.3 Вообще говоря, B может рассматриваться в качестве суммы как случайных, так и систематических составляющих. Здесь не ставится задача дать исчерпывающий перечень факторов, вносящих свой вклад в B , но можно отметить, что в их состав входят различные климатические условия, различия в аппаратуре в пределах допусков, назначенных изготовителем, и даже различия в процедурах обучения операторов в разных местах.

5.1.3 Составляющая e

5.1.3.1 Данная составляющая представляет собой случайную погрешность, имеющую место в каждом результате измерений, а процедуры, представленные в настоящем стандарте, были разработаны в предположении, что распределение этой составляющей погрешности является приблизительно нормальным. Однако на практике эти процедуры применимы для большинства распределений при условии, что распределения являются унимодальными.

5.1.3.2 В пределах одной лаборатории дисперсия в условиях повторяемости носит название внутрилабораторной дисперсии и выражается следующим образом:

$$\text{var}(e) = \sigma_W^2, \quad (3)$$

5.1.3.3 Можно ожидать, что σ_W^2 будет иметь различные значения в разных лабораториях вследствие различий, например в квалификации операторов, однако в настоящем стандарте подразумевается, что для стандартизованного соответствующим образом метода измерений такие различия между лабораториями будут невелики и что оправдано установление общего значения внутрилабораторной дисперсии для всех лабораторий, использующих данный метод. Это общее значение, которое оценивают средним арифметическим внутрилабораторных дисперсий, носит название дисперсии повторяемости и его обозначают следующим образом:

$$\sigma_r^2 = \overline{\text{var}(e)} = \overline{\sigma_W^2}. \quad (4)$$

Данное среднее арифметическое берут по всем лабораториям, принимающим участие в эксперименте по оценке точности, которые остаются после исключения выбросов из числа всех дисперсий.

5.2 Соотношение между исходной моделью и прецизионностью

5.2.1 Для модели по 5.1 дисперсию повторяемости определяют непосредственно как дисперсию составляющей погрешности e , а дисперсия воспроизводимости зависит от суммы дисперсии повторяемости (сходимости) и межлабораторной дисперсии, упомянутой в 5.1.2.2.

5.2.2 В качестве мер прецизионности используют две величины:

- стандартное отклонение повторяемости

$$\sigma_r = \sqrt{\overline{\text{var}(e)}} \quad (5)$$

- стандартное отклонение воспроизводимости

$$\sigma_R = \sqrt{\sigma_L^2 + \sigma_r^2}. \quad (6)$$

5.3 Альтернативные модели

В случаях, когда это уместно, используют дополнения к исходной модели, описанные в соответствующих частях ГОСТ Р ИСО 5725.

6 Постановка эксперимента по оценке точности

6.1 Планирование эксперимента по оценке точности

6.1.1 Эксперимент по оценке прецизионности и/или правильности стандартного метода измерений должен планировать совет экспертов, хорошо знакомых с методом измерений и его применением. По крайней мере один член совета экспертов должен иметь опыт в области статистических методов подготовки и анализа экспериментов.

6.1.2 При планировании эксперимента должны рассматриваться следующие вопросы.

- a) Существует ли для данного метода измерений удовлетворяющий соответствующим требованиям эталон?
- b) Сколько лабораторий должно быть вовлечено в совместный эксперимент?
- c) Каким образом должны отбираться лаборатории и каким требованиям они должны удовлетворять?
- d) Каков диапазон уровней, с которыми придется столкнуться на практике?
- e) Сколько уровней должно быть использовано в эксперименте?
- f) Какие материалы являются подходящими для представления данных уровней и каким образом они должны быть подготовлены?
- g) Какое число параллельных определений должно быть назначено?
- h) Какие временные рамки должны быть установлены для завершения всех измерений?
- i) Является ли исходная модель (5.1) подходящей, или должен быть рассмотрен видоизмененный вариант?
- j) Нужны ли особые меры предосторожности для обеспечения уверенности в том, что во всех лабораториях измерениям подвергаются идентичные материалы, находящиеся в одном и том же состоянии?

Эти вопросы рассматриваются в 6.2 — 6.4.

6.2 Стандартный метод измерений

Как указано в 4.1, исследуемый метод измерений должен быть стандартизован. Он также должен быть устойчивым (робастным), другими словами, небольшие отклонения в процедуре не должны быть причиной непредвиденно больших изменений результатов. Если такое может произойти, то должны быть приняты адекватные меры предосторожности или предупреждения. Желательно также, чтобы в процессе разработки стандартного метода измерений были приложены все усилия для устранения или уменьшения систематической погрешности.

Для определения правильности и прецизионности как устоявшихся, так и стандартизованных в последнее время методов измерений могут использоваться схожие экспериментальные процедуры. В последнем случае полученные результаты должны восприниматься в качестве предварительных оценок, так как правильность и прецизионность могут меняться по мере приобретения лабораториями опыта.

Документ, в котором излагается метод измерений, должен быть изложен ясно, подробно и полно. Все существенные операции, имеющие отношение к окружающим условиям выполнения процедур, реактивам и аппаратуре, предварительной проверке оборудования, а также к подготовке образцов для испытаний, должны быть включены в этот документ, возможно, посредством ссылок на другие письменно оформленные процедуры, доступные для операторов. Способ вычисления и представления результата испытаний должен быть точно определен, включая число значащих цифр, которое должно заноситься в протокол.

6.3 Отбор лабораторий для эксперимента по оценке точности

6.3.1 Выбор лабораторий

Со статистической точки зрения лаборатории, участвующие в любом эксперименте, по оценке точности, должны быть выбраны наугад из числа всех лабораторий, применяющих данный метод измерений. Добровольно вызвавшиеся лаборатории могут не быть представительной выборкой из всей совокупности лабораторий. Однако на формирование представительства лабораторий могут влиять другие практические соображения, такие например, чтобы участвующие в эксперименте лаборатории находились на разных континентах или в разных климатических зонах.

Участвующие в эксперименте лаборатории не должны быть из числа тех, которые уже приобрели особый опыт применения метода в ходе его стандартизации. Также они не должны включать специализированные «опорные» лаборатории, чтобы продемонстрировать ту точность, которую можно достичь при реализации метода высококвалифицированным персоналом.

Количество лабораторий, принимающих участие в совместном межлабораторном эксперименте

те, и количество результатов измерений, требуемых от каждой лаборатории на каждом уровне, являются взаимозависимыми характеристиками. Указания по этим вопросам представлены в 6.3.2—6.3.4.

6.3.2 Количество лабораторий, необходимое для оценки прецизионности

6.3.2.1 Величины, представленные символом σ в формулах (2) — (6) раздела 5, являются истинными стандартными отклонениями, значение которых неизвестно; конечная цель эксперимента по оценке прецизионности — оценить эти значения. Когда необходимо дать оценку (s) истинного стандартного отклонения (σ), можно поставить задачу определения диапазона вокруг σ , в пределах которого ожидается нахождение оценки (s). Это хорошо известная статистическая проблема, решаемая путем использования χ^2 — распределения и количества результатов, на которых основывалась оценка s . Анализ обычно основывается на соотношении

$$P \left[-A < \frac{s - \sigma}{\sigma} < +A \right] = P, \quad (7)$$

означающем, что оценки стандартных отклонений (s) могут ожидать в пределах $\pm A\sigma$ от истинного стандартного отклонения (σ) с определенной вероятностью P . A часто выражают в процентах.

6.3.2.2 Для единичного уровня неопределенность в стандартном отклонении повторяемости будет зависеть от количества лабораторий (p) и количества результатов измерений в каждой лаборатории (n). В отношении стандартного отклонения воспроизводимости, определяемого по двум стандартным отклонениям [см. равенство (6)], зависимость является более сложной. Нужен дополнительный показатель γ , представляющий отношение стандартных отклонений воспроизводимости и повторяемости

$$\gamma = \sigma_R / \sigma_r. \quad (8)$$

6.3.2.3 Для вероятности P , равной 95 %, были получены приближенные выражения для коэффициента A , представленные ниже. Эти выражения дают ориентиры для планирования необходимого количества лабораторий и результатов испытаний, требующихся от каждой лаборатории на каждом уровне, и выглядят следующим образом.

- для повторяемости

$$A = A_r = 1,96 \sqrt{\frac{1}{2p(n-1)}}; \quad (9)$$

- для воспроизводимости

$$A = A_R = 1,96 \sqrt{\frac{p[1+n(\gamma^2-1)]^2 + (n-1)(p-1)}{2\gamma^4 n^2 (p-1)p}}. \quad (10)$$

Примечание 24 — Можно предположить, что дисперсия выборки, характеризующейся v степенями свободы и математическим ожиданием σ^2 , имеет приближенно нормальное распределение с дисперсией $2\sigma^4/v$. Выражения (9) и (10) были получены путем применения данного предположения к дисперсиям оценок σ_r и σ_R . Адекватность аппроксимации была проверена точным вычислением.

6.3.2.4 Значение γ неизвестно, однако в наличии часто имеются предварительные оценки внутрилабораторных стандартных отклонений и стандартных межлабораторных отклонений, полученные в процессе стандартизации метода измерений. Точные значения неопределенности оценок стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости при разном количестве лабораторий (p) и разном числе результатов из расчета на каждую лабораторию (n) представлены в таблице 1, а также построены в форме графиков в приложении В.

6.3.3 Количество лабораторий, необходимое для оценки систематической погрешности

6.3.3.1 Систематическая погрешность метода измерений δ может быть оценена как разность

$$\hat{\delta} = \bar{y} - \mu, \quad (11)$$

где \bar{y} — общее среднее значение всех результатов измерений, полученных всеми лабораториями на одном из уровней эксперимента;

μ — принятое опорное значение измеряемой характеристики.

Неопределенность этой оценки может быть выражена уравнением

$$P[\delta - A\sigma_R < \hat{\delta} < \delta + A\sigma_R] = 0,95, \tag{12}$$

которое означает, что оценка будет находиться в пределах $A\sigma_R$ от истинного значения систематической погрешности метода измерений с вероятностью 0,95. При этом, используя величину γ (см. уравнение (8)), получим

$$A = 1,96\sqrt{\frac{n(\gamma^2 - 1) + 1}{\gamma^2 pn}}. \tag{13}$$

Значения A представлены в таблице 2.

6.3.3.2 Систематическая погрешность лаборатории Δ во время проведения эксперимента может быть оценена по формуле

$$\hat{\Delta} = \bar{y} - \mu, \tag{14}$$

где \bar{y} — среднее арифметическое значение всех результатов, полученных лабораторией на отдельном уровне эксперимента;

μ — принятое опорное значение измеряемой характеристики.

Неопределенность этой оценки может быть выражена соотношением

$$P[\Delta - A_W\sigma_r < \hat{\Delta} < \Delta + A_W\sigma_r] = 0,95, \tag{15}$$

которое означает, что оценка будет находиться в пределах $A_W\sigma_r$ от истинного значения систематической погрешности лаборатории с вероятностью 0,95. При этом внутрилабораторная неопределенность равна

$$A_W = \frac{1,96}{\sqrt{n}}. \tag{16}$$

Значения A_W представлены в таблице 3.

Т а б л и ц а 1 — Значения неопределенности оценок стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости

Количество лабораторий p	A_r			A_R								
	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$	$\gamma = 1$			$\gamma = 2$			$\gamma = 5$		
				$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$
5	0,62	0,44	0,36	0,46	0,37	0,32	0,61	0,58	0,57	0,68	0,67	0,67
10	0,44	0,31	0,25	0,32	0,26	0,22	0,41	0,39	0,38	0,45	0,45	0,45
15	0,36	0,25	0,21	0,26	0,21	0,18	0,33	0,31	0,30	0,36	0,36	0,36
20	0,31	0,22	0,18	0,22	0,18	0,16	0,28	0,27	0,26	0,31	0,31	0,31
25	0,28	0,20	0,16	0,20	0,16	0,14	0,25	0,24	0,23	0,28	0,28	0,27
30	0,25	0,18	0,15	0,18	0,15	0,13	0,23	0,22	0,21	0,25	0,25	0,25
35	0,23	0,17	0,14	0,17	0,14	0,12	0,21	0,20	0,19	0,23	0,23	0,23
40	0,22	0,16	0,13	0,16	0,13	0,11	0,20	0,19	0,18	0,22	0,22	0,22

Таблица 2 — Значения A — неопределенности оценки систематической погрешности метода измерений (3.10)

Количество лабораторий	Значение A								
	$\gamma = 1$			$\gamma = 2$			$\gamma = 5$		
	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$
5	0,62	0,51	0,44	0,82	0,80	0,79	0,87	0,86	0,86
10	0,44	0,36	0,31	0,58	0,57	0,56	0,61	0,61	0,61
15	0,36	0,29	0,25	0,47	0,46	0,46	0,50	0,50	0,50
20	0,31	0,25	0,22	0,41	0,40	0,40	0,43	0,43	0,43
25	0,28	0,23	0,20	0,37	0,36	0,35	0,39	0,39	0,39
30	0,25	0,21	0,18	0,33	0,33	0,32	0,35	0,35	0,35
35	0,23	0,19	0,17	0,31	0,30	0,30	0,33	0,33	0,33
40	0,22	0,18	0,15	0,29	0,28	0,28	0,31	0,31	0,31

Таблица 3 — Значения A_w — неопределенности оценки систематической погрешности лаборатории при реализации данного метода измерений (3.9)

Количество результатов испытаний n	Значение A_w
5	0,88
10	0,62
15	0,51
20	0,44
25	0,39
30	0,36
35	0,33
40	0,31

6.3.4 О выборе лабораторий

Выбор количества лабораторий должен быть компромиссом между наличием ресурсов и желанием уменьшить неопределенность оценок до достаточного уровня. Из рисунков В.1 и В.2 приложения В видно, что оценки стандартных отклонений повторяемости (сходимости) и воспроизводимости могут существенно отличаться от своих истинных значений в том случае, если в эксперименте по оценке прецизионности принимает участие только небольшое количество ($p \approx 5$) лабораторий, и при $p > 20$ увеличение количества лабораторий на две или три приводит лишь к небольшому снижению неопределенностей оценок. Обычно значение p выбирают между 8 и 15 ($8 \leq p \leq 15$). Когда σ_L больше σ_r (то есть γ больше 2), как в наиболее часто встречающемся случае, за счет получения более чем двух ($n = 2$) результатов измерений в каждой лаборатории и на каждом уровне, снижение неопределенности очень мало.

6.4 Отбор материалов, предназначенных для эксперимента по оценке точности

6.4.1 Материалы, предназначенные для использования в эксперименте по определению точности метода измерений, должны в полной мере представлять те из них, к которым этот метод применяют на практике. Как правило, достаточно широкий диапазон уровней для адекватного установления значения точности обычно обеспечивают пять различных материалов. Меньшее количество могло бы быть использовано при первом изучении недавно разработанного метода измерений, когда еще нет уверенности, что не потребуется его модифицировать по результатам дальнейших экспериментов.

6.4.2 Если измерения должны выполняться на дискретных объектах, не меняющихся в результате измерений, они могли бы, в принципе, проводиться с использованием одного и того же набора образцов объектов в различных лабораториях. Это, однако, может потребовать циркулирования одного и того же набора объектов по многим лабораториям, часто расположенным далеко друг от друга, в разных странах или на разных континентах, со значительным риском потери или повреждений объектов во время транспортирования. Если в разных лабораториях предусматривается использовать различные объекты, они должны быть выбраны таким образом, чтобы предполагались идентичными для практических целей.

6.4.3 При выборе материала для представления различных уровней необходимо принимать во

внимание, должен ли материал быть специально гомогенизирован перед подготовкой проб к отправке или же влияние гетерогенности материала должно быть учтено в значениях точности.

6.4.4 В случаях, когда измерения должны выполняться на твердых материалах, которые не могут быть гомогенизированы (таких как металлы, резина или текстильные изделия), а также когда измерения не могут быть повторены на том же самом испытуемом образце, неоднородность исследуемого материала будет источником существенной составляющей прецизионности измерений, и понятие идентичного материала в этом случае вряд ли применимо. Эксперименты по оценке прецизионности по-прежнему могут проводиться, однако значения прецизионности могут быть действительны только для конкретного используемого образца материала и должны быть приписаны именно как таковые. Более универсальное использование определяемой прецизионности возможно лишь в случае, если есть возможность продемонстрировать, что нет существенных различий между образцами материалов, выпущенных в разное время или разными производителями. Это может потребовать проведения более сложного эксперимента по сравнению с рассмотренным в настоящем стандарте.

6.4.5 Обычно в случаях, когда измерения связаны с разрушением объекта, составляющая изменчивости результатов измерений, являющаяся следствием различий между образцами, на которых выполнялись измерения, должна быть пренебрежимо мала в сравнении с изменчивостью собственно метода измерений или же должна составлять ее неотъемлемую часть и, таким образом, представлять собой составляющую прецизионности.

6.4.6 В случаях, когда материалы, подвергаемые измерениям, могут изменяться во времени, полный цикл выполнения эксперимента должен устанавливаться с учетом этого обстоятельства. В некоторых случаях было бы уместно устанавливать периоды времени, в течение которых должны быть выполнены измерения на тех или иных образцах.

6.4.7 Изложенный подход к организации эксперимента не следует понимать в узком смысле. В частности, это относится к термину «различные лаборатории», подразумевающему соответствующее транспортирование испытуемых образцов в лабораторию. Однако некоторые образцы для испытаний не транспортабельны, например резервуар для хранения нефти. В таких случаях измерения в разных лабораториях означают, что операторы из этих лабораторий вместе со своим оборудованием командированы на место испытаний. В других случаях измеряемая величина может быть преходящей или переменной, например скорость течения воды в реке, когда необходимо максимально позаботиться о том, чтобы различные измерения выполнялись, по возможности, в одинаковых условиях. Главным принципом всегда должна быть объективность подтверждения возможности повторения того же самого измерения.

6.4.8 Установление значений прецизионности для метода измерений предполагает, что прецизионность либо не зависит от испытуемого материала, либо зависит от материала определенным образом. Некоторые методы измерений позволяют оценить прецизионность лишь для испытуемого материала одного или более классов (марок). Такого рода данные будут лишь очень грубым приближением к значению прецизионности для материала других марок. Гораздо чаще прецизионность тесно связана с уровнем испытаний, и ее определение в таком случае включает установление соотношения между прецизионностью и уровнем. Поэтому при опубликовании значений прецизионности стандартного метода измерений рекомендуется указывать четкую спецификацию материала, используемого в эксперименте по оценке прецизионности, и всю номенклатуру материалов, к которым могут быть применимы эти значения прецизионности.

6.4.9 Для оценки правильности по меньшей мере один из используемых материалов должен иметь принятое опорное значение измеряемой характеристики. Если есть зависимость правильности от уровня, материалы с известными опорными значениями измеряемой характеристики понадобятся на нескольких уровнях.

7 Использование данных о точности

7.1 Представление значений правильности и прецизионности

7.1.1 Когда целью эксперимента по оценке прецизионности является получение оценок стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости в условиях, определенных в 3.14 и 3.18, должна применяться исходная модель, описанная в 5.1. Соответствующий метод оценки описан в ГОСТ Р ИСО 5725-2, либо ему можно найти альтернативу в ГОСТ Р ИСО 5725-5. Когда же целью

является получение оценок промежуточных показателей прецизионности, должны применяться альтернативные модели и методы, представленные в ГОСТ Р ИСО 5725-3.

7.1.2 Когда определяется систематическая погрешность метода измерений, ее значение всегда должно представляться вместе с описанием опорного значения, относительно которого она определялась. В случаях, когда систематическая погрешность меняется в зависимости от уровня, информацию следует представить в виде таблицы, в которой указывают уровень, установленную систематическую погрешность и опорное значение, использованное при этих испытаниях.

7.1.3 Когда для оценки правильности или прецизионности метода измерений осуществляют межлабораторный эксперимент, каждая принимавшая в нем участие лаборатория должна быть проинформирована о ее лабораторной составляющей систематической погрешности по отношению к общему среднему значению, которое было определено по результатам эксперимента. Данная информация может иметь ценность в будущем при проведении аналогичных экспериментов, однако она не должна использоваться в калибровочных целях.

7.1.4 Значения стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости для любого стандартного метода измерений должны определяться согласно положениям, изложенным в ГОСТ Р ИСО 5725-2—ГОСТ Р ИСО 5725-4, и должны публиковаться в качестве части стандартного метода измерений в разделе, озаглавленном «Прецизионность». В данном разделе могут быть также представлены пределы повторяемости и воспроизводимости (r и R). Если прецизионность не зависит от уровня, в каждом случае могут быть приведены единственные средние значения. Если прецизионность зависит от уровня, информация должна быть оформлена в виде таблицы (подобной таблице 4), а также может быть выражена математической зависимостью. Значения промежуточных показателей прецизионности представляют в аналогичной форме.

Т а б л и ц а 4 — Пример способа представления стандартных отклонений показателей прецизионности

Диапазон изменения измеряемой величины или уровень	Стандартное отклонение повторяемости s_r	Стандартное отклонение воспроизводимости s_R
От до		
От до		
От до		

7.1.5 В разделе «Прецизионность» должны быть также приведены определения условий повторяемости и воспроизводимости (3.14 и 3.18). Когда приводят значения промежуточных показателей прецизионности, необходимо указать, какой (или какие два) из факторов (время, операторы, оборудование) являлись изменяющимися. Когда приводят пределы повторяемости и воспроизводимости, должно быть добавлено некое утверждение, связывающее их с расхождением между результатами двух измерений и 95 %-ным уровнем вероятности. Предлагаемые формулировки выглядят следующим образом.

Расхождение между результатами двух измерений, полученными на идентичном испытуемом материале одним оператором с использованием одного и того же оборудования в пределах кратчайшего из возможных интервалов времени, будет превышать предел повторяемости (r) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании метода.

Результаты измерений на идентичном испытуемом материале, полученные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости (R) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании метода.

Необходимо обеспечить, чтобы определение результата измерений не вызывало сомнений: либо посредством упоминания пунктов стандарта на метод измерений, в соответствии с которыми выполнялись измерения, чтобы получить этот результат измерений, либо другим способом.

7.1.6 Обычно в конце раздела «Прецизионность» добавляют краткое упоминание об эксперименте по оценке точности. Предлагаемая формулировка выглядит следующим образом.

Данные по оценке точности были получены из эксперимента, организованного и проанализированного в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725 . . . (указывают часть и год утверждения стандарта) и проведенного с участием (p) лабораторий и (q) уровней. Данные из (...) лабораторий содержат выбросы. Выбросы не были включены в расчет стандартных отклонений и воспроизводимости.

Необходимо также добавить описание материалов, использованных в эксперименте по оценке

точности, особенно в случаях, когда правильность или прецизионность зависит от природы материалов (их однородности, стабильности свойств и т.д.).

7.2 Практические применения значений правильности и прецизионности

Практические применения значений правильности и прецизионности подробно рассмотрены в ГОСТ Р ИСО 5725-6. Некоторые примеры приведены в 7.2.1—7.2.3.

7.2.1 Проверка приемлемости результатов измерений

В технических условиях на продукцию может содержаться требование повторения измерений в условиях повторяемости. В этих обстоятельствах для проверки приемлемости результатов измерений и для того, чтобы решить, какое действие необходимо предпринять в том случае, если они неприемлемы, может быть использовано стандартное отклонение повторяемости. В случае, когда один и тот же материал подвергают измерениям и поставщик, и покупатель и их результаты различаются между собой, стандартные отклонения повторяемости (сходимости) и воспроизводимости могут быть использованы для принятия решения о том, что эти расхождения находятся в пределах ожидаемого значения для данного метода измерений.

7.2.2 Стабильность результатов измерений в пределах лаборатории

Выполняя регулярные измерения на стандартных образцах, лаборатория может проверить стабильность своих результатов и получить таким образом доказательство для подтверждения своей компетентности в отношении как систематической погрешности, так и повторяемости результатов своих измерений.

7.2.3 Оценка деятельности лаборатории

Практику аккредитации лабораторий применяют все чаще. Знание правильности и прецизионности метода измерений позволяет оценить систематическую погрешность и повторяемость результатов лаборатории, претендующей быть признанной компетентной (лаборатории-кандидата), либо посредством использования стандартных образцов, либо на основании межлабораторного эксперимента.

7.2.4 Сопоставление альтернативных методов измерений

Два метода измерений могут быть пригодными для определения одной и той же измеряемой характеристики, один из которых проще и дешевле другого, но реже применяемый. С целью оправдания использования более дешевого метода для некоторой ограниченной номенклатуры испытываемых материалов могут быть использованы значения правильности и прецизионности.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Условные обозначения и сокращения, используемые в ГОСТ Р ИСО 5725

a	Отсекаемый на оси ординат отрезок в соотношении $s = a + bm$
A	Показатель, используемый для расчета неопределенности оценки
b	Угловой коэффициент прямой в соотношении $s = a + bm$
B	Лабораторная составляющая систематической погрешности измерений при реализации конкретного метода — разность между систематической погрешностью лаборатории при реализации конкретного метода измерений (конкретной МВИ) и систематической погрешностью метода измерений
B_0	Составляющая величины B , представляющая все факторы, которые не изменяются в условиях промежуточной прецизионности
$B_{(1)}, B_{(2)}$ и т.д.	Составляющие величины B , представляющие факторы, которые изменяются в условиях промежуточной прецизионности
c	Отсекаемый на оси ординат отрезок в соотношении $\lg s = c + d \lg m$
C, C', C''	Тестовые статистики
$C_{crit}, C'_{crit}, C''_{crit}$	Критические значения для статистик
CD_p	Критическая разность для вероятности P
CR_p	Критический диапазон для вероятности P
d	Угловой коэффициент прямой в соотношении $\lg s = c + d \lg m$
e	Составляющая результата измерений, представляющая случайную погрешность каждого результата измерений
f	Коэффициент критического диапазона
$F_p(v_1, v_2)$	p -квантиль F -распределения с v_1 и v_2 степенями свободы
G	Статистика Граббса
h	Статистика Мандела для межлабораторной совместимости
k	Статистика Мандела для внутрилабораторной совместимости
LCL	Нижний предел контроля (действия либо предупреждения)
m	Общее среднее значение измеряемой характеристики; уровень
M	Количество факторов, рассматриваемых в условиях промежуточной прецизионности
N	Количество повторений (итераций)
n	Количество результатов измерений, полученных в одной лаборатории на одном уровне (т.е. в пределах ячейки — базового элемента)
p	Количество лабораторий, участвующих в межлабораторном эксперименте
P	Вероятность
q	Количество уровней измеряемой характеристики в межлабораторном эксперименте
r	Предел повторяемости (сходимости)
R	Предел воспроизводимости
RM	Стандартный образец
s	Оценка стандартного (среднеквадратического) отклонения
\hat{s}	Прогнозируемое стандартное (среднеквадратическое) отклонение
T	Итог или сумма какого-либо выражения
t	Количество объектов испытаний или групп объектов
UCL	Верхний предел контроля (действия либо предупреждения)
W	Весовой коэффициент, используемый при расчете взвешенной регрессии
w	Диапазон изменения выборки результатов измерений
x	Заданная величина, используемая для критерия Граббса
y	Результат измерений (или результат испытаний)
\bar{y}	Среднее арифметическое значение результатов измерений (или результатов испытаний)
\bar{y}	Общее среднее значение результатов измерений (или результатов испытаний)
α	Уровень значимости
β	Вероятность ошибки второго рода

γ	Отношение стандартного отклонения воспроизводимости к стандартному отклонению повторяемости (сходимости) (σ_R/σ_r)
Δ	Систематическая погрешность лаборатории при реализации конкретного стандартного метода измерений (конкретной МВИ)
$\widehat{\Delta}$	Оценка Δ
δ	Систематическая погрешность метода измерений
$\widehat{\delta}$	Оценка δ
λ	Поддающаяся обнаружению разность между систематическими погрешностями двух лабораторий при реализации одного и того же метода измерений или систематическими погрешностями двух методов измерений (МВИ) одного и того же назначения на идентичных образцах
μ	Истинное или принятое опорное значение измеряемой величины (характеристики)
ν	Число степеней свободы
ρ	Поддающееся обнаружению соотношение между стандартными отклонениями повторяемости (сходимости) для методов В и А
σ	Истинное значение стандартного отклонения
τ	Составляющая результата измерений, представляющая изменение, обусловленное временем, прошедшим с момента последней калибровки
ϕ	Поддающееся обнаружению соотношение между квадратными корнями из межлабораторных средних квадратов для методов В и А
$\chi_p^{2\nu}$	p -квантиль χ^2 -распределения с ν степенями свободы

Символы, используемые в качестве подстрочных индексов

C	Различие, определяемое калибровкой
E	Различие, определяемое оборудованием
i	Идентификатор для конкретной лаборатории
$I()$	Идентификатор для промежуточных мер прецизионности; в скобках — идентификация типа промежуточной ситуации
j	Идентификатор для уровня (ГОСТ Р ИСО 5725-2)
	Идентификатор для группы испытаний или для фактора (ГОСТ Р ИСО 5725-3)
k	Идентификатор для конкретного результата испытаний в лаборатории i на уровне j
L	Межлабораторный
m	Идентификатор для поддающейся обнаружению систематической погрешности
M	Различие, обусловленное неидентичностью проб (образцов)
O	Различие, определяемое сменой оператора
P	Вероятность
r	Повторяемость
R	Воспроизводимость
T	Различие, обусловленное периодом (временем), в течение которого проводятся измерения или оценочный эксперимент
W	Внутрилабораторный
1, 2, 3 ...	Для результатов измерений, нумеруемых в порядке их получения
(1), (2), (3) ...	Для результатов измерений (или результатов испытаний), нумеруемых в порядке возрастания измеряемой величины

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(справочное)

Диаграммы неопределенностей для показателей прецизионности

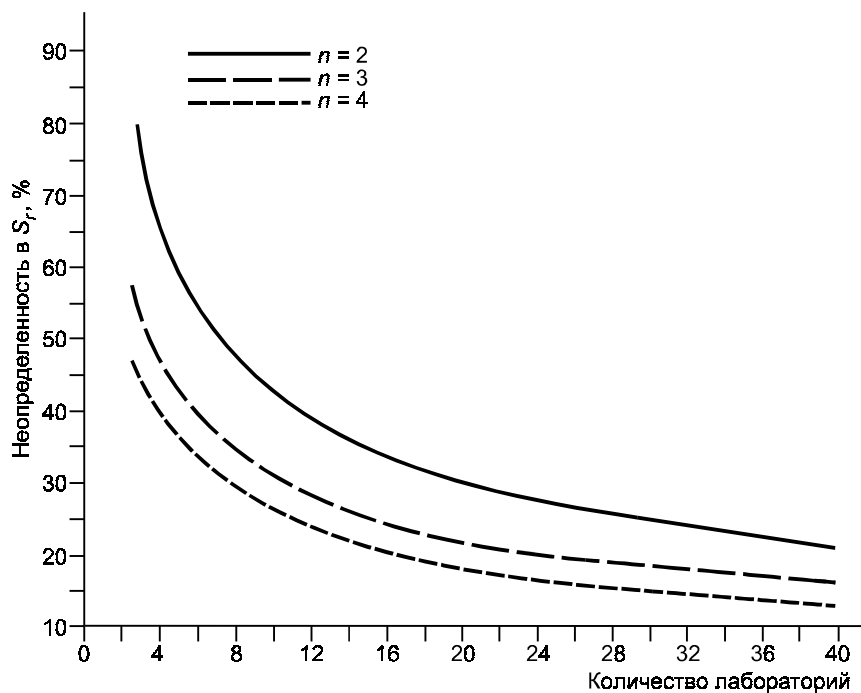


Рисунок В.1 — Ожидаемая величина, на которую s_r может отличаться от истинного значения на уровне вероятности 95 %

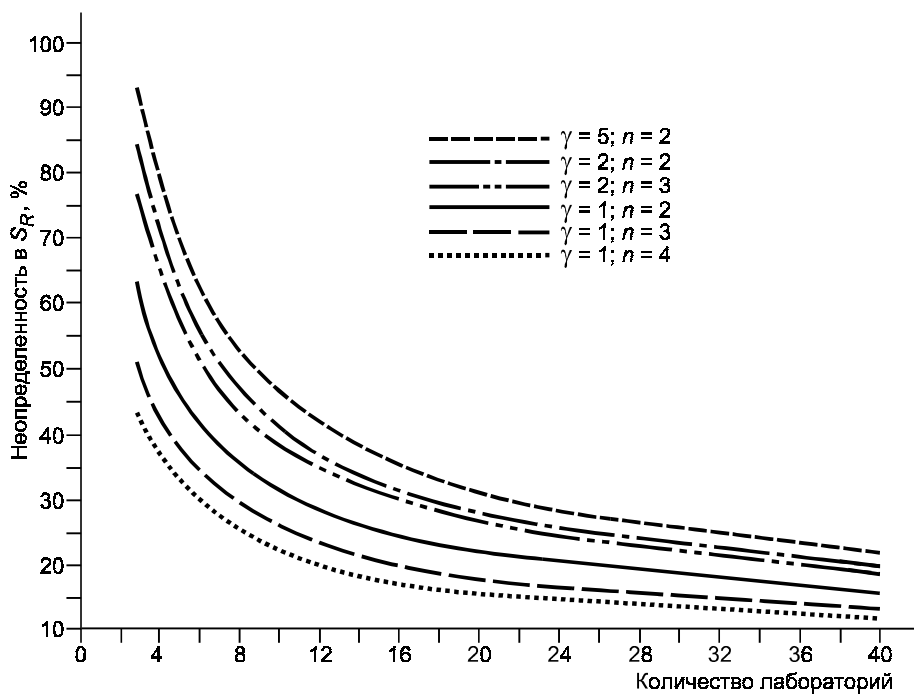


Рисунок В.2 — Ожидаемая величина, на которую s_R может отличаться от истинного значения на уровне вероятности 95 %

ПРИЛОЖЕНИЕ С
(справочное)

Библиография

- [1] ISO 3534-1:1993 Statistics-Vocabulary and symbols — Part 1: Statistical methods. Terms and definitions
- [2] МИ 1317-86 Методические указания. Государственная система обеспечения единства измерений. Результаты и характеристики погрешности измерений. Формы представления: Способы использования при испытаниях образцов продукции и контроле их параметров
- [3] РМГ 29-99 Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения
- [4] Международный словарь терминов в метрологии VIM (Русско-англо-французско-немецко-испанский Словарь основных и общих терминов в метрологии, ИПК Издательство стандартов, 1998 г.)
- [5] ISO 3534-2:1993 Statistics-Vocabulary and symbols — Part 2: Statistical quality control
- [6] ISO 3534-3:1985 Statistics-Vocabulary and symbols — Part 3: Design of experiments
- [7] ISO Guide 33: 1989. Use of certified reference materials
- [8] ISO Guide 35: 1989. Certification of reference materials — General and statistical principles
- [9] МИ 2552-99 Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Применение Руководства по выражению неопределенности измерений

**Рекомендации по применению основных положений государственных стандартов
Российской Федерации ГОСТ Р ИСО 5725 в деятельности по метрологии,
стандартизации, испытаниям, оценке компетентности испытательных лабораторий**

Цель работы, практические применения положений ГОСТ Р ИСО 5725	Стандарт, раздел, пункт ГОСТ Р ИСО 5725	Обозначение стандартов*, номера разделов, пунктов, содержащих требования к выполнению работ
<p>1 Разработка и аттестация методик выполнения измерений (методик испытаний продукции, в том числе для целей подтверждения соответствия)</p> <p>1.1 Организация планирования и проведения эксперимента по оценке различных показателей точности МВИ (метрологических исследований разработанной МВИ с целью установления приписанных характеристик погрешности измерений, повторяемости, воспроизводимости)</p> <p>1.2 Способы экспериментальной оценки различных показателей точности (характеристик погрешности) МВИ</p> <p>1.2.1 Основной метод определения стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости результатов измерений характеристик однородных (идентичных) материалов (объектов)</p> <p>1.2.2 Альтернативные методы определения стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости результатов измерений характеристик гетерогенных материалов (неидентичных объектов)</p> <p>1.2.3 Способы внутрилабораторного и межлабораторного исследования и анализа промежуточных показателей прецизионности, обусловленных изменениями условий эксперимента (факторов — время, калибровка, оператор и оборудование) в пределах лаборатории</p> <p>1.2.4 Основные способы определения систематической погрешности метода измерений (МВИ)</p> <p>1.2.5 Способы определения систематической погрешности лаборатории при реализации конкретного метода измерений (конкретной МВИ)</p> <p>1.3 Процедуры внутрилабораторного контроля показателей точности результатов выполняемых измерений:</p> <ul style="list-style-type: none"> - с применением контрольных карт Шухарта - методом кумулятивных сумм 	<p>ГОСТ Р ИСО 5725-1 разделы 6, 7;</p> <p>ГОСТ Р ИСО 5725-2, разделы 5 и 6</p> <p>ГОСТ Р ИСО 5725-1, раздел 5;</p> <p>ГОСТ Р ИСО 5725-2, пункты 1.4, 1.5, разделы 4, 5, 7;</p> <p>ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 4</p> <p>ГОСТ Р ИСО 5725-5, разделы 1, 4, 5, 6</p> <p>ГОСТ Р ИСО 5725-3, разделы 5—9</p> <p>ГОСТ Р ИСО 5725-4, разделы 4, 6</p> <p>ГОСТ Р ИСО 5725-4, раздел 5</p> <p>ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 6</p> <p>пункт 6.1 (таблица 3)</p> <p>пункт 6.2</p>	<p>ГОСТ Р 8.563, пункты 5.1, 5.2;</p> <p>ГОСТ Р 51672, пункты 5.7, 5.9</p> <p>ГОСТ Р 8.563, пункт 5.2</p> <p>ГОСТ Р 1.5, пункт 7.3.8</p> <p>То же</p> <p>ГОСТ Р 8.563, пункт 5.2;</p> <p>ГОСТ Р 1.5, пункт 7.3.8</p> <p>ГОСТ Р 8.563, раз- дел 5, пункт 5.2</p>

Продолжение таблицы

Цель работы, практические применения положений ГОСТ Р ИСО 5725	Стандарт, раздел, пункт ГОСТ Р ИСО 5725	Обозначение стандартов*, номера разделов, пунктов, содержащих требования к выполнению работ
<p>2 Стандартизация МВИ (метода контроля, измерений, испытаний, анализа)</p> <p>2.1 Общие требования к документу, регламентирующему стандартный метод измерений, испытаний, анализа (МВИ)</p> <p>2.2 Обоснование предложений о возможности стандартизации в качестве альтернативного метода измерений (испытаний, анализа), широко используемого на практике.</p> <p>Требования к квазимежлабораторной программе апробации альтернативного метода измерений (испытаний, анализа), альтернативной МВИ</p> <p>2.3 Процедура межлабораторного оценивания и подтверждения показателей точности предлагаемого к стандартизации альтернативного метода измерений (испытаний, анализа), предназначенного для определения одного и того же показателя качества или безопасности продукции (процесса или услуги), для которого уже стандартизован иной (на сегодня основной или арбитражный) метод измерений (испытаний, анализа)</p> <p>2.4 Стандартизация требований к установлению окончательного результата испытаний и разрешения спорных ситуаций — процедур выполнения арбитражных измерений (испытаний) с учетом методов проверки приемлемости результатов измерений (испытаний), полученных в условиях как повторяемости, так и воспроизводимости</p>	<p>ГОСТ Р ИСО 5725-1 пункты 4.1, 6.2;</p> <p>ГОСТ Р ИСО 5725-6, пункт 8.1</p> <p>ГОСТ Р ИСО 5725-6, пункты 8.1—8.3</p> <p>ГОСТ Р ИСО 5725-6, пункт 8.5</p> <p>ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 8, пункты 8.2, 8.3</p> <p>ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 5</p>	<p>ГОСТ Р 1.5, пункт 7.3; ГОСТ Р 8.563, раздел 7; ГОСТ Р 51672, пункт 5.11 ГОСТ Р 1.5, пункт 7.3; ГОСТ Р 51672, пункт 5.11 ГОСТ Р 1.5, пункт 7.3.2</p> <p>ГОСТ Р 1.5, пункт 7.3.2</p> <p>ГОСТ Р 1.5, пункт 7.3</p>
<p>3 Оценка компетентности испытательных лабораторий</p> <p>3.1 Оценка качества применения лабораторией методов измерений, их документирования и соблюдения стандартизованных процедур выполнения измерений (испытаний) — для лабораторий — заявителей на получение признания своей компетентности</p> <p>3.2 Оценка соответствия применения в лаборатории процедур контроля показателей точности результатов выполняемых измерений (испытаний) требованиям ГОСТ Р ИСО 5725 (для всех лабораторий)</p> <p>3.3 Оценка деятельности лабораторий посредством межлабораторных сравнительных испытаний</p>	<p>ГОСТ Р ИСО 5725-1, раздел 7;</p> <p>ГОСТ Р ИСО 5725-4, раздел 5;</p> <p>ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 7, пункты 7.1, 7.2</p> <p>ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 6; раздел 7, пункт 7.3</p> <p>ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 7, пункты 7.1, 7.2.4, 7.3.4</p>	<p>ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025</p> <p>ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025</p>

Окончание таблицы

Цель работы, практические применения положений ГОСТ Р ИСО 5725	Стандарт, раздел, пункт ГОСТ Р ИСО 5725	Обозначение стандартов*, номера разделов, пунктов, содержащих требования к выполнению работ
3.4 Инспекционный контроль за деятельностью аккредитованных лабораторий	ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 7, пункт 7.3	

* Нормативные ссылки:

ГОСТ Р 1.5—92 Государственная система стандартизации Российской Федерации. Общие требования к построению, изложению, оформлению и содержанию стандартов.

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2000 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий, а также см. раздел 2 настоящего стандарта.

Ключевые слова: измерение, испытания, метод измерений, стандартизация метода измерений, результаты измерений, результаты испытаний, точность, правильность, прецизионность, систематическая погрешность, повторяемость, воспроизводимость, случайная погрешность, эксперимент по оценке точности, альтернативный метод измерений, статистический анализ

Редактор *В.П. Огурцов*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 31.05.2002. Подписано в печать 20.06.2002. Усл. печ. л. 3,72.
Уч.-изд. л. 3,30. Тираж 800 экз. С 6230. Зак. 544.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

**ТОЧНОСТЬ (ПРАВИЛЬНОСТЬ
И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ) МЕТОДОВ
И РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ**

Часть 2

**Основной метод определения
повторяемости и воспроизводимости стандартного
метода измерений**

Издание официальное

Предисловие

1 Разработан Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» Госстандарта России (ВНИИМС), Всероссийским научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИСтандарт), Всероссийским научно-исследовательским институтом классификации, терминологии и информации по стандартизации и качеству (ВНИИКИ) Госстандарта России

ВНЕСЕН Управлением метрологии и Научно-техническим управлением Госстандарта России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 23 апреля 2002 г. № 161-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 5725-2:1994 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

Предисловие к государственным стандартам Российской Федерации ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002—ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 под общим заголовком «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений»	IV
Предисловие к международному стандарту ИСО 5725	VII
Введение к международному стандарту ИСО 5725	VIII
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	2
3 Определения	2
4 Исходная модель и оцениваемые показатели	2
5 Требования к эксперименту по оценке прецизионности	3
5.1 Программа эксперимента	3
5.2 Привлечение лабораторий	4
5.3 Подготовка материалов	5
6 Персонал, привлекаемый к участию в эксперименте по оценке прецизионности	5
6.1 Совет экспертов	5
6.2 Статистические функции	6
6.3 Исполнительные функции	6
6.4 Инспекторы	6
6.5 Операторы	7
7 Статистический анализ данных эксперимента по оценке прецизионности	7
7.1 Предварительные соображения	7
7.2 Представление результатов и используемые обозначения	8
7.3 Анализ данных на совместимость и наличие выбросов	10
7.4 Расчет общего среднего значения и дисперсий	15
7.5 Установление функциональной зависимости между значениями прецизионности и средним значением m для уровня	16
7.6 Статистический анализ как поэтапная процедура	20
7.7 Доклад совету экспертов и принимаемые им решения	23
8 Статистические таблицы	23
Приложение А Условные обозначения и сокращения, используемые в ГОСТ Р ИСО 5725	27
Приложение В Примеры статистического анализа экспериментов по оценке прецизионности	29
В.1 Пример 1. Определение содержания серы в угле (несколько уровней без недостающих данных и без выбросов)	29
В.2 Пример 2. Точка размягчения смолы (несколько уровней с недостающими данными)	33
В.3 Пример 3. Термометрическое титрование креозотового масла (несколько уровней с выбросами)	38
Приложение С Библиография	42

**ПРЕДИСЛОВИЕ К ГОСУДАРСТВЕННЫМ СТАНДАРТАМ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 — ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002
ПОД ОБЩИМ ЗАГОЛОВКОМ «ТОЧНОСТЬ (ПРАВИЛЬНОСТЬ И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ)
МЕТОДОВ И РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ»**

Целью разработки государственных стандартов Российской Федерации ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-5—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002, далее — ГОСТ Р ИСО 5725, является прямое применение в Российской Федерации шести частей основополагающего Международного стандарта ИСО 5725 под общим заголовком «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений» в практической деятельности по метрологии (разработке, аттестации и применению методик выполнения измерений), стандартизации методов контроля (испытаний, измерений, анализа), испытаниям продукции, в том числе для целей подтверждения соответствия, оценке компетентности испытательных лабораторий согласно требованиям ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2000.

ГОСТ Р ИСО 5725 представляет собой полный аутентичный текст шести частей международного стандарта ИСО 5725, в том числе:

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».

Каждая часть содержит аутентичный перевод предисловия и введения к международному стандарту ИСО 5725, а также предисловие к государственным стандартам Российской Федерации ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 — ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 и издается самостоятельно.

Пользование частями 2—6 ГОСТ Р ИСО 5725 в отдельности возможно только совместно с частью 1 (ГОСТ Р ИСО 5725-1), в которой установлены основные положения и определения, касающиеся всех частей ГОСТ Р ИСО 5725.

В соответствии с основными положениями ИСО 5725-1 (пункт 1.2) настоящий стандарт распространяется на методы измерений непрерывных (в смысле принимаемых значений в измеряемом диапазоне) величин, дающие в качестве результата измерений единственное значение. При этом это единственное значение может быть и результатом расчета, основанного на ряде измерений одной и той же величины.

Стандарты ИСО 5725 могут применяться для оценки точности выполнения измерений различных физических величин, характеризующих измеряемые свойства того или иного объекта, в соответствии со стандартизованной процедурой. При этом в пункте 1.2 ИСО 5725-1 особо отмечено, что стандарт может применяться для оценки точности выполнения измерений состава и свойств очень широкой номенклатуры материалов, включая жидкости, порошкообразные и твердые материалы — продукты материального производства или существующие в природе, при условии, что учитывают любую неоднородность материала.

Применяемый в международных стандартах термин «стандартный метод измерений» адекватен отечественному термину «стандартизованный метод измерений».

В ИСО 5725: 1994—1998 и ИСО/МЭК 17025—99 понятие «метод измерений» («measurement method») включает совокупность операций и правил, выполнение которых обеспечивает получение результатов с известной точностью. Таким образом, понятие «метод измерений» по ИСО 5725 и ИСО/МЭК 17025 адекватно понятию «методика выполнения измерений (МВИ)» по ГОСТ Р 8.563—96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений» (пункт 3.1) и соответственно значительно шире по смыслу, чем определение термина «метод

измерений» в Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 29—99 «Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения» (пункт 7.2).

Более того, в оригинале ИСО 5725 очень часто употребляется в качестве понятия «метод измерений» и английский термин «test method», перевод которого на русский язык — «метод испытаний» (см. примечание 1 к пункту 3.2 ИСО 5725-1) и который по смыслу совпадает с термином 6.2 ИСО 5725-1 «standard measurement method» (стандартизованный метод измерений). Соответственно в качестве термина «результат измерений» в оригинале стандарта чаще используется английский термин «test result» (см. пункт 3.2 ИСО 5725-1), причем в контексте как с термином «test method» (см. пункт 3.2), так и с термином «measurement method» (см. в оригинале, например, пункты 1.2 или 7.2.1 ИСО 5725-1).

При этом следует иметь в виду, что область применения ИСО 5725 — точность стандартизованных методов измерений, в том числе предназначенных для целей испытаний продукции, позволяющих количественно оценить характеристики свойств (показателей качества и безопасности) объекта испытаний (продукции). Именно поэтому во всех частях стандарта результаты измерений характеристик образцов, взятых в качестве выборки из партии изделий (или проб, отобранных из партии материала), являются основой для получения результатов испытаний всей партии (объекта испытаний). Когда объектом испытаний является конкретный образец (test specimen, sample), результаты измерений и испытаний могут совпадать. Такой подход имеет место в примерах по определению показателей точности стандартного (стандартизованного) метода измерений, содержащихся в ИСО 5725.

Следует отметить, что в отечественной метрологии точность (accuracy) и погрешность (error) результатов измерений, как правило, определяются сравнением результата измерений с истинным или действительным (условно истинным) значением измеряемой физической величины (являющимися фактически эталонными значениями измеряемых величин, выраженными в законных единицах).

В условиях отсутствия необходимых эталонов, обеспечивающих воспроизведение, хранение и передачу соответствующих значений единиц величин, необходимых для оценки погрешности (точности) результатов измерений, и в отечественной, и в международной практике за действительное значение зачастую принимают общее среднее значение (математическое ожидание) установленной (заданной) совокупности результатов измерений. В ИСО 5725 эта ситуация отражена в термине «принятое опорное значение» (см. пункты 3.5 и 3.6 ГОСТ Р ИСО 5725-1) и рекомендуется ГОСТ Р ИСО 5725-1 для использования в этих случаях и в отечественной практике.

Термины «правильность» (trueness) и «прецизионность» (precision) в отечественных нормативных документах по метрологии до настоящего времени не использовались. При этом «правильность» — степень близости результата измерений к истинному или условно истинному (действительному) значению измеряемой величины или в случае отсутствия эталона измеряемой величины — степень близости среднего значения, полученного на основании большой серии результатов измерений (или результатов испытаний) к принятому опорному значению. Показателем правильности обычно является значение систематической погрешности (см. пункт 3.7 ГОСТ Р ИСО 5725-1).

В свою очередь «прецизионность» — степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных в конкретных установленных условиях. Эта характеристика зависит только от случайных факторов и не связана с истинным или условно истинным значением измеряемой величины (см. пункт 3.12 ГОСТ Р ИСО 5725-1). Мера прецизионности обычно вычисляется как стандартное (среднеквадратическое) отклонение результатов измерений, выполненных в определенных условиях. Количественные значения мер прецизионности существенно зависят от заданных условий. Экстремальные показатели прецизионности — повторяемость, сходимость (repeatability) и воспроизводимость (reproducibility) регламентируют и в отечественных нормативных документах, в том числе в большинстве государственных стандартов на методы контроля (испытаний, измерений, анализа) (см. пункты 3.12—3.20 ГОСТ Р ИСО 5725-1).

В соответствии с ИСО 5725 цель государственных стандартов ГОСТ Р ИСО 5725 состоит в том, чтобы:

- а) изложить основные положения, которые следует иметь в виду при оценке точности (правильности и прецизионности) методов и результатов измерений при их применении, а также при планировании экспериментов по оценке различных показателей точности (ГОСТ Р ИСО 5725-1);
- б) регламентировать основной способ экспериментальной оценки повторяемости (сходимости) и воспроизводимости методов и результатов измерений (ГОСТ Р ИСО 5725-2);

в) регламентировать процедуру получения промежуточных показателей прецизионности методов и результатов измерений, изложив условия их применения и методы оценки (ГОСТ Р ИСО 5725-3);

г) регламентировать основные способы определения правильности методов и результатов измерений (ГОСТ Р ИСО 5725-4);

д) регламентировать для применения в определенных обстоятельствах несколько альтернатив основным способам (ГОСТ Р ИСО 5725-2 и ГОСТ Р ИСО 5725-4) определения прецизионности и правильности методов и результатов измерений, приведенных в ГОСТ Р ИСО 5725-5;

е) изложить некоторые практические применения показателей правильности и прецизионности (ГОСТ Р ИСО 5725-6).

Представленные в виде таблицы рекомендации по применению основных положений ГОСТ Р ИСО 5725 в деятельности по метрологии, стандартизации, испытаниям, оценке компетентности испытательных лабораторий со ссылками на нормы государственных стандартов Российской Федерации, содержащих требования к выполнению соответствующих работ, приведены в приложении к предисловию в ГОСТ Р ИСО 5725-1.

Алгоритмы проведения экспериментов по оценке повторяемости, воспроизводимости, промежуточных показателей прецизионности, показателей правильности (характеристик систематической погрешности) методов и результатов измерений рекомендуется внедрять через программы экспериментальных метрологических исследований показателей точности (характеристик погрешности) результатов измерений, выполняемых по разрабатываемой МВИ, и (или) через программы контроля показателей точности применяемых МВИ.

Использование приведенных в приложениях А к каждому стандарту условных обозначений в качестве обязательных рекомендуется только для тех показателей точности, которые до настоящего времени в отечественной метрологической практике не использовались (например, для показателей по пунктам 3.9—3.12 ГОСТ Р ИСО 5725-1). Для остальных показателей и критериев используемые в ГОСТ Р ИСО 5725 условные обозначения, как правило, могут применяться наряду с условными обозначениями этих показателей и критериев, принятых в действующих отечественных документах (например, предел повторяемости (сходимости) с условным обозначением r по пункту 3.16 ГОСТ Р ИСО 5725-1 наряду с условным обозначением d , принятым для этого показателя в ряде рекомендаций по метрологии, а также в государственных стандартах на методы испытаний продукции).

ПРЕДИСЛОВИЕ К МЕЖДУНАРОДНОМУ СТАНДАРТУ ИСО 5725

Международная организация по стандартизации (ИСО) является Всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов — членов ИСО). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ИСО. Каждый член ИСО, заинтересованный в деятельности соответствующего технического комитета, имеет право быть представленным в этом комитете. Правительственные и неправительственные международные организации, сотрудничающие с ИСО, также принимают участие в этой работе. ИСО тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (МЭК) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, направляются техническим комитетам — членам ИСО на голосование перед их утверждением Советом ИСО в качестве международных стандартов. Стандарты утверждаются в качестве международных в соответствии с установленными в ИСО требованиями: в случае их одобрения по меньшей мере 75% комитетов — членов ИСО, принимавших участие в голосовании.

Международный стандарт ИСО 5725-2 был подготовлен Техническим комитетом ИСО/ТК 69 «Применение статистических методов», Подкомитетом ПК 6 «Методы и результаты измерений».

ИСО 5725 состоит из следующих частей под общим заголовком «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений»:

Часть 1. Основные положения и определения

Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений

Часть 6. Использование значений точности на практике

ИСО 5725 (части 1—6) в совокупности аннулирует и заменяет ИСО 5725:1986, область распространения которого была расширена включением правильности (в дополнение к прецизионности) и условий промежуточной прецизионности (в дополнение к условиям повторяемости и воспроизводимости).

Приложение А является обязательным для настоящей части ИСО 5725. Приложения В и С — справочные.

ВВЕДЕНИЕ К МЕЖДУНАРОДНОМУ СТАНДАРТУ ИСО 5725

0.1 В ИСО 5725 для описания точности метода измерений используются два термина: «правильность» и «прецизионность». Термин «правильность» характеризует степень близости среднего арифметического значения большого числа результатов измерений к истинному или принятому опорному значению, термин «прецизионность» — степень близости результатов измерений друг к другу.

0.2 Общие соображения об этих понятиях представлены в ИСО 5725-1 и поэтому здесь не повторяются. Эта часть ИСО 5725 должна применяться в сочетании с ИСО 5725-1, поскольку в ней даны определения и общие положения.

0.3 Настоящая часть ИСО 5725 касается исключительно оценок, выполняемых с помощью стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости. Несмотря на то, что для оценки прецизионности при определенных обстоятельствах применяют эксперименты и других типов (например, эксперимент с разделенными уровнями), их не рассматривают в настоящей части ИСО 5725, так как они скорее являются предметом ИСО 5725-5. В настоящей части ИСО 5725-2 также не представлены какие-либо другие показатели прецизионности, являющиеся промежуточными между двумя главными показателями: стандартными отклонениями повторяемости и воспроизводимости; промежуточные показатели описаны в ИСО 5725-3.

0.4 При определенных условиях данные, полученные из эксперимента, выполняемого с целью оценки прецизионности, используют также для оценки правильности. Оценку правильности не рассматривают в настоящей части ИСО 5725-2; все аспекты оценки правильности являются предметом ИСО 5725-4.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОЧНОСТЬ (ПРАВИЛЬНОСТЬ И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ) МЕТОДОВ
И РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Часть 2

Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2.
Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method.

Дата введения 2002—11—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт:

- описывает общие принципы планирования совместных межлабораторных экспериментов, предназначенных для количественной оценки прецизионности методов измерений;
- детально описывает основной алгоритм количественной оценки прецизионности методов измерений в повседневной практике;
- является руководством для персонала, имеющего отношение к планированию эксперимента, осуществлению и анализу результатов измерений по оценке прецизионности.

Примечание 1 — Модификации данного основного метода, предусмотренные для конкретных целей, представлены в других частях ГОСТ Р ИСО 5725.

В приложении В приведены практические примеры экспериментальной оценки прецизионности методов измерений.

1.2 Настоящий стандарт распространяется на методы измерений непрерывных (в смысле принимаемых значений в измеряемом диапазоне) величин, дающие в качестве результата измерений единственное значение. При этом единственное значение может быть и результатом расчета, основанного на ряде измерений одной и той же величины.

1.3 Предполагают, что при планировании и осуществлении эксперимента по оценке прецизионности соблюдены все принципы, установленные ГОСТ Р ИСО 5725-1. Основным методом предусматривается получение и использование одного и того же количества результатов измерений в каждой лаборатории при анализе проб (образцов), соответствующих одним и тем же уровням измеряемой характеристики (испытуемого параметра); т.е. имеется в виду сбалансированный эксперимент с однородными уровнями. Основным методом применяют к процедурам, которые были стандартизованы и регулярно используются во многих лабораториях.

Примечание 2 — Приводятся рабочие примеры для демонстрации сбалансированных однородных серий результатов измерений, даже несмотря на то, что в одном примере было обработано разное количество параллельных определений из расчета на базовый элемент (несбалансированность), а в другом некоторые данные были упущены. Это имеет место в случае, если эксперимент, запланированный как сбалансированный, может оказаться на самом деле несбалансированным, в частности, поскольку при анализе данных выявляются также квазивыбросы и выбросы.

1.4 В качестве подходящего основания для интерпретации и анализа результатов измерений, распределение которых считают приблизительно нормальным, принимают статистическую модель, приведенную в разделе 5 ГОСТ Р ИСО 5725-1.

1.5 Основным методом, описываемый в настоящем стандарте, предназначен для оценки прецизионности метода измерений:

- а) когда требуется найти стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости, определение которых дано в ГОСТ Р ИСО 5725-1;
- б) когда предполагаемые к использованию материалы являются однородными либо когда влияние неоднородности может быть учтено в значениях прецизионности;
- с) когда приемлемо использование схемы проведения эксперимента, основанной на сбалансированных однородных уровнях.

1.6 Такой же подход может быть использован для предварительной оценки прецизионности методов измерений, которые не стандартизованы или не используются повседневно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

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

3 Определения

В настоящем стандарте применяют определения, регламентированные ИСО 3534-1 [1] и ГОСТ Р ИСО 5725-1.

Условные обозначения, используемые в ГОСТ Р ИСО 5725, приведены в приложении А.

4 Исходная модель и оцениваемые показатели

4.1 Процедуры, представленные в настоящем стандарте, основываются на статистической модели, приведенной в разделе 5 ГОСТ Р ИСО 5725-1 и, в частности, в равенствах (2)—(6).

Модель описывается следующим выражением

$$y = m + B + e,$$

где (для конкретного испытуемого материала, изделия, продукта и т.п.):

m — общее среднее значение (математическое ожидание);

B — лабораторная составляющая систематической погрешности результатов измерений, выполненных в соответствии со стандартным методом в условиях повторяемости;

e — случайная погрешность, имеющая место при каждом измерении в условиях повторяемости.

4.2 Равенства (2) — (6) раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-1 относятся к истинным стандартным отклонениям рассматриваемых совокупностей. На практике точные значения стандартных отклонений неизвестны, и оценки значений прецизионности должны быть сделаны на основании относительно небольшой выборки из всех возможных лабораторий, а в пределах данных лабораторий — на основании небольшой выборки из всех возможных результатов измерений.

4.3 В статистической практике, когда истинное значение стандартного отклонения σ неизвестно и заменяется оценкой, основанной на выборке, символ σ заменяется на s , чтобы подчеркнуть, что это — оценка. Это должно быть сделано в каждом из равенств (2)—(6) ГОСТ Р ИСО 5725-1, где: s_L^2 — оценка межлабораторной дисперсии;

s_W^2 — оценка внутрилабораторной дисперсии;

s_r^2 — среднее арифметическое значение случайной величины S_W^2 , являющееся также оценкой

дисперсии повторяемости (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 воспроизводимости

$$s_R^2 = s_L^2 + s_r^2. \quad (1)$$

5 Требования к эксперименту по оценке прецизионности

5.1 Программа эксперимента

5.1.1 Согласно программе, используемой в основном методе, пробы (образцы) из q партий материалов, представляющих q различных уровней измеряемой характеристики, посылаются в p лабораторий, каждая из которых в условиях повторяемости на каждом из q уровней получает точно n параллельных определений. Эксперимент данного типа носит название сбалансированного эксперимента с однородными уровнями.

5.1.2 Выполнение измерений должно быть организовано с соблюдением следующих требований.

a) Любая предварительная проверка оборудования должна соответствовать требованиям стандарта на метод измерений.

b) Каждая группа из n измерений, относящихся к одному уровню, должна осуществляться при соблюдении условий повторяемости, т.е. в пределах короткого интервала времени и одним и тем же оператором, а также без какой бы то ни было промежуточной перекалибровки аппаратуры, если только это не является неотъемлемой частью выполнения измерений.

c) Необходимо, чтобы группа из n измерений в условиях повторяемости выполнялась независимым образом так, как если бы это были n измерений на различных материалах. Тем не менее, как правило, оператор знает, что он исследует идентичный материал, и поэтому в инструкциях необходимо подчеркнуть, что главной целью эксперимента является определение именно различий (расхождений) в результатах, которые могут появиться при реальных испытаниях. Если же есть основания опасаться, что, несмотря на данное предостережение, предварительные результаты могут повлиять на последующие результаты измерений и, следовательно, на дисперсию повторяемости, то следует принять решение, включать ли в число n на каждом из q уровней некоторое количество проб (образцов) из других уровней, так чтобы оператор не знал, какие из них являются повторами для данного уровня (модифицировав таким перемешиванием основной метод). Такая методика, однако, могла бы создать трудности в обеспечении условий повторяемости в период между измерениями, т.к. в этом случае необходимо, чтобы все q групп из n измерений были осуществлены в пределах короткого интервала времени.

d) Однако при использовании основного метода «в чистом виде» не обязательно стремиться к тому, чтобы все q групп из n измерений были проведены в пределах короткого интервала времени; различные группы измерений могут проводиться в разные дни.

e) Измерения для всех q уровней должны выполняться одним и тем же оператором, и, кроме того, n измерений на данном уровне должны выполняться с использованием одного и того же оборудования.

f) Если в процессе измерений оператор не сможет их выполнить полностью, измерения может завершить другой оператор при условии, что замена оператора не произойдет в пределах группы из n измерений на одном уровне, т.е. замены операторов могут происходить лишь при переходе от одного уровня к другому. Любое такого рода изменение должно регистрироваться вместе с результатами.

g) Должен быть задан временной интервал проведения измерений, т.е. время между датой получения проб и датой завершения всех измерений.

h) Все пробы должны быть отчетливо промаркированы с указанием названия эксперимента и шифра пробы.

5.1.3 В 5.1.2 и других пунктах настоящего стандарта упоминается оператор. В действительности некоторые измерения может проводить группа операторов, каждый из которых выполняет какую-то специфическую часть процедуры. В этом случае группа должна рассматриваться как «оператор», и любое изменение в группе должно восприниматься как смена «оператора».

5.1.4 В коммерческой практике (торговле) результаты измерений (испытаний) могут округлять-

ся довольно грубо, однако в эксперименте по оценке прецизионности результаты должны регистрироваться (вычисляться) с точностью, по меньшей мере на один знак большей, чем количество значащих цифр, установленное для регистрации результатов измерений (испытаний) стандартным методом. Если метод не устанавливает количество значащих цифр, округление не должно быть грубее половины оценки стандартного отклонения повторяемости. Когда прецизионность зависит от уровня m , для различных уровней могут потребоваться различные степени округления.

5.2 Привлечение лабораторий

5.2.1 Основные принципы, касающиеся привлечения лабораторий к участию в межлабораторном эксперименте, изложены в 6.3 ГОСТ Р ИСО 5725-1. При привлечении к совместной работе необходимого числа лабораторий должны быть четко сформулированы сферы их ответственности. Пример опросного листа представлен на рисунке 1.

5.2.2 В настоящем стандарте под «лабораторией» подразумевают сочетание таких факторов, как оператор, оборудование и место выполнения измерений (испытаний). Одно место выполнения измерений (испытаний) (или лаборатория в общепринятом значении этого слова) может, таким образом, представлять собой несколько «лабораторий» в том случае, если оно может предусматривать наличие нескольких операторов, каждый из которых располагает своим рабочим местом с комплектом оборудования и условиями, в которых должна выполняться работа.

Опросный лист для межлабораторного исследования	
Название метода измерений _____	
1 Лаборатория _____ изъявляет желание принять участие в эксперименте по наименование лабораторий оценке прецизионности данного стандартного метода измерений.	
ДА <input type="checkbox"/>	НЕТ <input type="checkbox"/>
(поставьте отметку в соответствующем квадрате)	
2 Как участники мы осведомлены о том, что:	
а) наша лаборатория на дату начала осуществления программы должна иметь всю необходимую аппаратуру, химические реактивы и удовлетворять другим требованиям, регламентированным в документе на метод;	
б) установленные временные требования, такие как даты начала, заказа образцов для испытаний и окончания программы, должны быть соблюдены неукоснительно;	
в) необходимо строго придерживаться процедуры выполнения метода;	
г) обращаться с образцами необходимо в соответствии с инструкциями;	
д) измерения должен выполнять квалифицированный оператор.	
Изучив метод и справедливо оценив наши возможности и средства, мы полагаем, что могли бы соответствующим образом подготовиться к совместным испытаниям данного метода.	
3 Комментарии	

подпись	

наименование компании или лаборатории	

Рисунок 1 — Опросный лист для межлабораторного исследования

5.3 Подготовка материалов

5.3.1 Вопросы, которые следует принять во внимание при отборе материалов, предназначенных для использования в эксперименте по оценке прецизионности, рассмотрены в 6.4 ГОСТ Р ИСО 5725-1.

5.3.2 При решении вопроса по обеспечению материалом для проведения эксперимента необходимо иметь в виду возможность его случайных потерь или ошибок при получении некоторых результатов измерений, что может потребовать использование дополнительного количества материала. Материала должно быть достаточно, чтобы обеспечить эксперимент и предусмотреть соответствующий резерв.

5.3.3 Необходимо рассмотреть, желательны ли для некоторых лабораторий получение каких-либо предварительных результатов измерений с целью ознакомления с методом измерений перед получением официального результата измерений и если да, то должен ли быть предусмотрен для данной цели дополнительный материал (не из числа проб для эксперимента по оценке прецизионности).

5.3.4 При необходимости гомогенизация материала должна быть проведена наиболее подходящим для него способом. Если материал, предназначенный для испытаний, не является однородным, важно подготовить пробы тем способом, который установлен для метода, предпочтительно начав с одной партии реального материала для каждого уровня. Для нестабильных материалов должны быть даны специальные указания по их хранению и обращению с ними.

5.3.5 Для проб на каждом уровне в каждой лаборатории должны использоваться *n* отдельных контейнеров в случае, если существует хотя бы малейшая опасность ухудшения качества материалов после того, как контейнер один раз уже был открыт (например, за счет окисления, потери летучих компонентов или в случае гигроскопического материала). Для нестабильных материалов должны быть даны специальные указания по их хранению и обращению с ними. Могут также понадобиться меры предосторожности для обеспечения идентичности проб вплоть до момента проведения измерений. Если материал, предназначенный для измерений, состоит из смеси порошков с различной относительной плотностью или зернистостью, может потребоваться определенная осторожность, так как вследствие сотрясения может произойти расслоение, например во время транспортирования. В случаях возможной реакции при контакте с атмосферой пробы нужно плотно упаковать в ампулы — либо вакуумированные, либо заполненные инертным газом. Для скоропортящихся материалов, таких как пробы пищи или крови, при необходимости может потребоваться направлять их в лаборатории, участвующие в эксперименте, в глубокомороженном состоянии, с подробными инструкциями относительно процедуры оттаивания.

6 Персонал, привлекаемый к участию в эксперименте по оценке прецизионности

Примечание 3 — Нельзя ожидать, что методы работы различных лабораторий будут идентичными. Следовательно, содержание настоящего раздела является лишь руководством, которое нужно модифицировать применительно к каждой конкретной ситуации.

6.1 Совет экспертов

6.1.1 Совет должен состоять из экспертов, хорошо знакомых с методом измерений и его применением.

6.1.2 Задачами совета экспертов являются:

- a) планирование и координация эксперимента;
- b) принятие решения по вопросам количества лабораторий, уровней и измерений, предполагаемых к проведению, а также количества требуемых значащих цифр;
- c) назначение лица, ответственного за статистическую обработку данных эксперимента (см. 6.2);
- d) назначение лица, ответственного за проведение эксперимента (см. 6.3);
- e) рассмотрение и обсуждение инструкций, которые должны быть представлены инспекторам лабораторий в дополнение к стандартному методу измерений;
- f) принятие решения по вопросу, могут ли некоторые операторы быть допущены к проведению небольшого количества неофициальных измерений для того, чтобы восстановить навыки владения методом после долгого перерыва (такие измерения ни в коем случае не должны осуществляться на официальных совместных пробах);

g) обсуждение доклада о результатах статистического анализа, полученных по завершении эксперимента;

h) установление окончательных значений для стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости;

i) принятие решений в случаях, когда требуются дальнейшие действия с целью совершенствования стандарта на метод измерений, либо в отношении тех лабораторий, чьи результаты измерений были исключены как выбросы.

6.2 Статистические функции

По крайней мере один член совета экспертов должен иметь опыт статистического планирования и анализа экспериментов. Задачами этого эксперта являются:

a) использование своих специализированных знаний при планировании эксперимента;

b) анализ данных;

c) подготовка доклада для представления совету экспертов с соблюдением указаний, содержащихся в 7.7.

6.3 Исполнительные функции

6.3.1 Обязанности по организации эксперимента как такового должны быть возложены на отдельную лабораторию. Сотрудник данной лаборатории, называемый ответственным исполнителем и назначаемый советом экспертов, должен взять на себя организацию эксперимента.

6.3.2 Задачи ответственного исполнителя:

a) привлечь к сотрудничеству необходимое количество лабораторий и обеспечить назначение инспекторов;

b) организовать и проверить подготовку материалов и отправку проб; для каждого уровня необходимое количество материала должно быть выделено и храниться в качестве резерва;

c) подготовить инструкции, распространяющиеся на требования пункта 5.1.2, и заблаговременно разослать их инспекторам с тем, чтобы у них была возможность представить какие-либо комментарии или вопросы и обеспечить правильный отбор операторов (см. 6.4.2a);

d) разработать удобные формы: для оператора с целью их заполнения в качестве рабочих документов, для инспектора — в виде протокола результатов испытаний в необходимом формате по количеству значащих цифр (такие формы должны включать в себя фамилию оператора, даты получения и измерения проб, используемое оборудование и другую имеющую отношение к делу информацию);

e) рассматривать любые вопросы, поступившие от лабораторий и имеющие отношение к выполнению измерений;

f) следить за соблюдением общего временного графика выполнения работ;

g) обеспечить сбор форм с данными и передачу их эксперту по статистике.

6.4 Инспекторы

6.4.1 Один из сотрудников каждой из участвующих в эксперименте лабораторий должен быть назначен ответственным за организацию фактического выполнения измерений в соответствии с инструкциями, полученными от ответственного исполнителя, а также за подготовку отчетности о результатах измерений (испытаний).

6.4.2 Задачи инспектора:

a) обеспечить правильный отбор операторов (ими должны быть лица, которые могли бы нормально выполнять такого рода измерения в повседневной работе);

b) выдавать пробы операторам в соответствии с указаниями ответственного исполнителя (а также, в случае необходимости, обеспечивать материалом для ознакомительных экспериментов);

c) инспектировать выполнение измерений (инспектор не должен принимать участия в осуществлении процедуры выполнения измерений);

d) обеспечить выполнение требуемого количества измерений;

e) обеспечить соблюдение установленного расписания выполнения измерений;

f) обеспечить сбор результатов измерений, регистрируемых в согласованном формате по количеству десятичных знаков, с описанием любых аномалий и трудностей, с которыми пришлось столкнуться, а также комментариев операторов.

6.4.3 Инспектор каждой лаборатории должен составить полный отчет, содержащий:

a) результаты измерений, разборчиво заносимые операторами в предусмотренные формы, без переписывания от руки или печатания (в качестве альтернативы допускается распечатка с компьютера или испытательного оборудования);

b) исходные данные наблюдений или показания (если таковые имеются), на основании которых были получены результаты измерений, разборчиво заносимые оператором в предусмотренные формы, без переписывания от руки или печатания;

c) комментарии (замечания) операторов по стандарту на метод измерений;

d) сведения о нарушениях или помехах, если таковые были во время измерений, включая любую смену оператора, которая могла быть вместе с данными о том, какие измерения каким оператором были выполнены, и причины, приведшие к любым пропускам в получении результатов;

e) дата(ы) получения пробы;

f) дата(ы), когда каждая из проб была подвергнута измерениям;

g) информация об используемом оборудовании;

h) иные сведения, имеющие отношение к делу.

6.5 Операторы

6.5.1 В каждой лаборатории измерения должны осуществляться одним оператором, отобранным в качестве ответственного за выполнение измерений в процессе нормальной работы.

6.5.2 Поскольку предметом эксперимента является определение прецизионности, достигаемое совместно всеми операторами, реализующими стандартный метод измерений, операторы вообще не должны получать каких-либо указаний по расширению (модификации) стандарта на метод измерений (далее — стандарт). Однако внимание операторов должно быть обращено на то, что целью эксперимента является нахождение пределов, в которых результаты могут варьироваться на практике, чтобы у них было меньше соблазнов для исключения или доработки тех результатов, которые им кажутся несостоятельными.

6.5.3 Хотя, как правило, операторы не должны получать никаких дополнительных разъяснений к стандартному методу измерений, они должны привлекаться к обсуждению стандарта и, в особенности, к подтверждению достаточности, недвусмысленности и ясности содержащихся в нем указаний.

6.5.4 Задачи операторов:

a) выполнять измерения в соответствии со стандартным методом измерений;

b) сообщать о любых аномалиях или трудностях, с которыми пришлось столкнуться; лучше сообщить об ошибке, чем подгонять результаты измерений, так как один или два недостающих результата не испортят эксперимента, а большое их количество выявит недостаток стандарта;

c) комментировать адекватность указаний, содержащихся в стандарте; операторы должны сообщать о любых случаях, когда они не в состоянии следовать указаниям, так как это также может выявить недостаток, присущий стандарту.

7 Статистический анализ данных эксперимента по оценке прецизионности

7.1 Предварительные соображения

7.1.1 Анализ данных как статистическая задача, решаемая экспертом по статистике, предусматривает три следующих один за другим этапа:

a) критическое изучение данных с целью обнаружения и обработки выбросов и других нерегулярностей, а также проверки пригодности модели;

b) расчет предварительных оценок прецизионности и средних значений для каждого уровня раздельно;

c) установление окончательных значений прецизионности и средних значений, в том числе аналитическое представление зависимости между прецизионностью и средним значением m для уровня — в случаях, когда анализ показывает, что такая зависимость существует.

7.1.2 При анализе в первую очередь рассчитывают для каждого уровня раздельно оценки:

- дисперсии повторяемости s_r^2 ;

- межлабораторной дисперсии s_L^2 ;

- дисперсии воспроизводимости $s_R^2 = s_r^2 + s_L^2$;

- среднего значения m .

7.1.3 Что касается выбросов, анализ включает в себя систематическое использование статистических приемов (тестов), большое многообразие которых представлено в технической литературе, и которые могли бы быть применены в настоящем стандарте. Из практических соображений в стандарт было включено лишь ограниченное количество таких приемов, описанных в 7.3.

7.2 Представление результатов и используемые обозначения

7.2.1 Базовые элементы

Каждое сочетание лаборатории и уровня (определенного образца материала) носит название базового элемента (ячейки) эксперимента по оценке прецизионности. В идеальном случае результаты эксперимента с p лабораториями и q уровнями представляют собой таблицу с pq базовыми элементами, каждый из которых содержит n результатов измерений, которые в совокупности могут быть использованы для расчета стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости. Данная идеальная ситуация, однако, не всегда достигается на практике. Отклонения происходят вследствие избыточных данных, недостающих данных и выбросов.

7.2.2 Избыточные данные

Иногда лаборатория может осуществить и запротоколировать более чем n официально заданных результатов измерений. В таком случае инспектор должен сообщить, почему это было сделано и какие результаты измерений являются корректными. Если объяснение заключается в том, что все результаты равнозначны, то должен быть произведен случайный отбор из имеющихся в наличии результатов измерений с целью выбора запланированного количества результатов для анализа.

7.2.3 Недостающие данные

В других случаях некоторые из результатов измерений могут отсутствовать, например вследствие потери образца или ошибки при выполнении измерения. По результатам анализа, рекомендованного в 7.1, совершенно незаполненными базовыми элементами можно просто пренебречь, в то время как частично незанятые базовые элементы могут быть учтены в стандартной процедуре расчета.

7.2.4 Выбросы

Это данные среди исходных результатов измерений (или данные, занесенные в таблицу и полученные из результатов измерений), которые настолько отклоняются от сопоставимых данных, внесенных в ту же самую таблицу, что признаются несовместимыми. Опыт показал, что невозможно во всех случаях избежать выбросов, и с ними нужно поступать таким же образом, как с недостающими данными.

7.2.5 Выпадающие лаборатории

Когда на различных уровнях в пределах одной и той же лаборатории имеет место несколько необъяснимых аномальных результатов измерений, данная лаборатория может рассматриваться как выброс, имеющий слишком высокую внутрилабораторную дисперсию и/или слишком большую внутрилабораторную систематическую погрешность. В таком случае может оказаться целесообразным исключить некоторые или все данные такой выпадающей лаборатории.

Настоящий стандарт не содержит статистических тестов, при помощи которых может быть сделан вывод относительно сомнительных лабораторий. Ответственность за первоначальное решение должна возлагаться на эксперта по статистике, однако обо всех отбракованных лабораториях необходимо сообщать совету экспертов для принятия решения о дальнейших действиях.

7.2.6 Ошибочные данные

Явно ошибочные данные должны быть изучены и исправлены или исключены.

7.2.7 Результаты измерений, сбалансированных по однородным уровням

Идеальный случай представляет собой p лабораторий с номерами i ($i = 1, 2, \dots, p$), каждая из которых проводит измерения на q уровнях с номерами j ($j = 1, 2, \dots, q$), осуществляя n параллельных определений на каждом уровне (каждая ij комбинация). В итоге представляются pqn результатов измерений. Вследствие появления недостающих (7.2.3) или отклоняющихся (7.2.4) результатов измерений, или же выпадающих лабораторий (7.2.5), или ошибочных данных (7.2.6) эта идеальная ситуация не всегда достижима. Поэтому формы записи, приведенные в 7.2.8 — 7.2.10, а также процедуры, представленные в 7.4, приемлемы для различного количества результатов измерений. Рекомендуемые формы для статистического анализа представлены на рисунке 2. Для удобства они будут упоминаться просто как формы А, В и С.

Форма А — Рекомендуемая форма для сопоставления исходных данных									
Лаборатория	Уровень								
	1	2	j	$q-1$	q
1									
2									
..									
..					..				
i					y_{ijk}				
..					..				
p									

Форма В — Рекомендуемая форма для сопоставления средних значений в базовых элементах									
Лаборатория	Уровень								
	1	2	j	$q-1$	q
1									
2									
..									
i					\bar{y}_{ij}				
..									
p									

Форма С — Рекомендуемая форма для сопоставления показателей разброса (расхождений) в базовых элементах									
Лаборатория	Уровень								
	1	2	j	$q-1$	q
1									
2									
..									
i					s_{ij}				
..									
p									

Рисунок 2 — Рекомендуемые формы для сопоставления результатов с целью их анализа

7.2.8 Исходные результаты измерений

См. форму А на рисунке 2,

где n_{ij} — количество результатов измерений в базовом элементе (ячейке) для лаборатории i на уровне j ;

y_{ijk} — любой из этих результатов измерений ($k = 1, 2, \dots, n_{ij}$);

p_j — количество лабораторий, отчитавшихся по крайней мере одним результатом измерений для уровня j (после исключения результатов, признанных выбросами или ошибочными).

7.2.9 Средние значения в базовых элементах (форма В на рисунке 2)

Рассчитывают по данным формы А следующим образом

$$\bar{y}_{ij} = \frac{1}{n_{ij}} \sum_{k=1}^{n_{ij}} y_{ijk} \quad (2)$$

Средние значения для базовых элементов необходимо фиксировать с точностью, на одну значащую цифру большей, чем результаты испытаний в форме А.

7.2.10 Показатели разброса (расхождения) в базовых элементах (форма С на рисунке 2).

Рассчитывают по данным форм А (см. 7.2.8) и В (см. 7.2.9) следующим образом. В общем случае в качестве таких показателей используют значения внутриэлементных стандартных отклонений, рассчитываемые на основе данных форм А и В по формуле

$$s_{ij} = \sqrt{\frac{1}{n_{ij}-1} \sum_{k=1}^{n_{ij}} (y_{ijk} - \bar{y}_{ij})^2} \quad (3)$$

или по эквивалентной формуле

$$s_{ij} = \sqrt{\frac{1}{n_{ij}-1} \left[\sum_{k=1}^{n_{ij}} (y_{ijk})^2 - \frac{1}{n_{ij}} \left(\sum_{k=1}^{n_{ij}} y_{ijk} \right)^2 \right]} \quad (4)$$

При использовании формул (3) и (4) необходимо сохранять достаточное количество значащих цифр при расчетах, а именно каждое промежуточное значение должно рассчитываться с количеством значащих цифр, по крайней мере вдвое большим по сравнению с количеством цифр в исходных данных.

Примечание 4 — Если базовый элемент ij содержит лишь два результата измерений, то внутриэлементное расхождение (аналог стандартного отклонения) равно

$$s_{ij} = |y_{ij1} - y_{ij2}| / \sqrt{2} \quad (5)$$

Таким образом, если во всех базовых элементах содержится по два результата измерений, для простоты вместо стандартных отклонений могут быть использованы абсолютные расхождения.

Стандартное отклонение должно выражаться значением, на одну значащую цифру большим, чем в результатах по форме А.

Для значений n_{ij} , меньших 2, в форме С должен быть проставлен прочерк.

7.2.11 Исправленные или исключенные данные

Поскольку некоторые из данных могут быть исправлены или исключены на основании тестов, описанных в 7.1.3, 7.3.3 и 7.3.4, значения y_{ijk} , n_{ij} и p_j , используемые для окончательного определения прецизионности и общего среднего, могут отличаться от значений, соответствующих исходным результатам измерений, зафиксированным в формах А, В и С (рисунок 2). Следовательно, при представлении в отчете (докладе) окончательных значений прецизионности и правильности необходимо всегда точно определять, какие данные, если таковые имеются, были исправлены или исключены.

7.3 Анализ данных на совместимость и наличие выбросов

См. стандарт ASTM E 691-87 [2].

Исходя из данных, собранных на различных уровнях, нужно оценить стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости. Наличие отдельных лабораторий или значений, которые

представляются несовместимыми со всеми остальными лабораториями или значениями, может изменить оценки, так что решения об исключении данных нужно принимать только после тщательного анализа. Вводят два подхода к принятию таких решений:

- a) графический анализ совместимости;
- b) статистическое тестирование выбросов.

7.3.1 Графический анализ совместимости

Используют две меры, носящие названия статистик Мандела h и k . Можно отметить, что помимо отображения вариабельности (непостоянства результатов) метода измерений, они помогают оценить лаборатории.

7.3.1.1 Сначала для каждой лаборатории рассчитывают статистики межлабораторной совместимости h посредством деления средних различий в базовых элементах (среднее значение для базового элемента минус общее среднее значение для данного уровня) на стандартные отклонения средних значений в базовых элементах (для данного уровня)

$$h_{ij} = \frac{\bar{y}_{ij} - \bar{\bar{y}}_j}{\sqrt{\frac{1}{(p_j - 1)} \sum_{i=1}^{p_j} (\bar{y}_{ij} - \bar{\bar{y}}_j)^2}}, \quad (6)$$

где \bar{y}_{ij} определены в 7.2.9, а $\bar{\bar{y}}_j$ — в 7.4.4.

Затем значения h_{ij} для каждого базового элемента наносят на диаграмму в последовательности увеличения индекса i , так чтобы каждому номеру лаборатории соответствовала группа значений h_{ij} , относящихся к разным уровням (см. рисунок В.7).

7.3.1.2 Далее рассчитывают статистики внутрилабораторной совместимости k путем вычисления внутриэлементного стандартного отклонения

$$\sqrt{\frac{\sum s_{ij}^2}{p_j}}$$

для каждого уровня и последующего вычисления значений

$$k_{ij} = \frac{s_{ij} \sqrt{p_j}}{\sqrt{\sum s_{ij}^2}} \quad (7)$$

для каждой лаборатории в пределах каждого уровня.

Наконец значения k_{ij} для каждого базового элемента наносят на диаграмму в последовательности увеличения индекса i , так чтобы каждому номеру лаборатории соответствовала группа значений k_{ij} , относящихся к разным уровням (см. рисунок В.8).

7.3.1.3 Изучая диаграммы для h и k , можно отметить, что наглядные представления результатов для отдельных лабораторий заметно отличаются от других. Это выражается в последовательно высокой или низкой внутриэлементной вариации и/или в последовательно высоких или низких средних значениях для базовых элементов по многим уровням. С такими лабораториями нужно установить контакт, чтобы постараться выяснить причину расхождений.

На основании полученных сведений эксперт по статистике может:

- a) сохранить на данный момент результаты лаборатории;
- b) попросить лабораторию выполнить измерение заново (если это возможно);
- c) исключить данные лаборатории из анализа.

7.3.1.4 В диаграммах для h можно увидеть различные проявления. В одном случае все лаборатории могут иметь как положительные, так и отрицательные значения h на различных уровнях эксперимента. В другом случае отдельные лаборатории могут иметь тенденцию к представлению либо только положительных, либо только отрицательных значений h , и количество лабораторий, дающих отрицательные значения, приблизительно равно количеству лабораторий, дающих положительные значения. Ни одно из этих проявлений не является необычным или требующим изучения, хотя во втором случае может возникнуть мысль о существовании в лаборатории некоего общего источника систематической погрешности. Однако если все значения h для одной лаборатории имеют один знак, а для прочих лабораторий — другой, то в этом случае необходимо попытаться найти причину. Также нужно искать причины расхождений, если значения h для лаборатории, во-первых,

являются сравнительно большими и, во-вторых, неким систематическим образом зависят от уровня эксперимента. На диаграммах для h проводят линии, соответствующие индикаторам, представленным в 8.3 (таблицы 6 и 7). Эти индикаторные линии служат ориентирами при анализе диаграмм.

7.3.1.5 Если одна из лабораторий выделяется по статистике k , имея при этом много больших значений, то должна быть установлена причина этого, указывающая на худшую повторяемость по сравнению с другими лабораториями. Например, лаборатория могла бы иметь последовательно меньшие значения k , если бы не влияли такие факторы, как завышение при округлении своих данных или недостаточная чувствительность в диапазоне измерений. На диаграммах для k также проводятся линии в соответствии с индикаторами, представленными в 8.3 (таблицы 6 и 7), служащие ориентирами при анализе диаграмм.

7.3.1.6 Когда из части диаграммы для h или k , относящейся к некоей лаборатории, видно, что некоторые значения близки к критическим, т.е. соответствующим индикаторным линиям, нужно рассмотреть всю диаграмму для уровня. Нередко значение, представляющееся большим в части диаграммы, относящейся к лаборатории, оказывается в разумных пределах совместимым со значениями для других лабораторий на том же уровне. Однако если обнаруживается, что оно сильно отличается от значений для других лабораторий, то необходимо попытаться выяснить причину.

7.3.1.7 В дополнение к диаграммам h и k гистограммы средних значений и расхождений для базовых элементов могут показать наличие, например, двух несовпадающих подмножеств результатов измерений. Такой случай потребовал бы специального подхода, поскольку общий основной принцип, лежащий в основе методов, описываемых здесь, предполагает единственное множество с унимодальным распределением.

7.3.2 Статистическое тестирование выбросов

7.3.2.1 Для анализа данных на наличие выбросов рекомендуется следующая методика.

а) Для идентификации выбросов применяют критерии, приведенные в 7.3.3 и 7.3.4:

- если значение меры, определяемой статистическим критерием (значением тестовой статистики), меньше (или равно) 5%-ного критического значения тестовой статистики (критического значения при 5%-ном уровне значимости), то тестируемую позицию признают корректной;

- если значение тестовой статистики больше 5%-ного критического значения и меньше (или равно) 1%-ного критического значения, то тестируемую позицию называют квазивыбросом и отмечают одной звездочкой;

- если значение тестовой статистики больше 1%-ного критического значения, то тестируемую позицию называют статистическим выбросом и отмечают двумя звездочками.

б) Далее проводят исследование с целью выяснения, могут ли квазивыбросы и/или статистические выбросы быть объяснены какой-либо технической ошибкой, например:

- ошибкой при выполнении измерения;
- ошибкой в расчетах;
- элементарной опиской при переписывании результата измерений;
- анализом не той пробы (образца).

В случае, когда ошибка появилась при расчетах или переписывании, сомнительный результат должен быть заменен правильным значением; когда ошибка являлась следствием анализа не той пробы, результат должен быть помещен в соответствующий ему базовый элемент. После того, как такого рода коррекция будет произведена, исследование на предмет квазивыбросов или выбросов должно быть повторено. В случае, если объяснение технической ошибки таково, что оно свидетельствует о невозможности замены сомнительного результата измерений, он должен быть исключен как «подлинный» выброс, не имеющий отношения к правильно проводимому эксперименту.

с) Когда какие-либо квазивыбросы и/или статистические выбросы остаются необъясненными или исключенными в качестве принадлежащих к выпадающей лаборатории, квазивыбросы сохраняют в качестве корректных позиций, а статистические выбросы исключают, если только эксперт по статистике не решит оставить их, имея на это соответствующие основания.

д) В случае, когда после вышеописанной процедуры данные для базового элемента были исключены для формы В на рисунке 2, то тогда должны быть также исключены соответствующие данные для формы С на рисунке 2 и наоборот.

7.3.2.2 В 7.3.3 и 7.3.4 представлены два типа критериев. Критерий Кохрена предназначен для обработки внутрилабораторных расхождений результатов измерений и должен применяться в первую очередь, после чего должны быть приняты корректирующие меры, в случае необходимости, с повторением измерений (испытаний). Другой критерий (Грabbса) главным образом предназначен для обработки межлабораторных расхождений, а также может использоваться (если $n > 2$) в случаях,

когда проверка с применением критерия Кохрена вызвала подозрение в том, что высокая внутрилабораторная вариация обусловлена только одним из результатов измерений в базовом элементе.

7.3.3 Критерий Кохрена

7.3.3.1 В настоящем стандарте предполагается, что между лабораториями существуют лишь небольшие различия во внутрилабораторных расхождениях. Опыт, однако, показывает, что дело обстоит не всегда так, поэтому для проверки справедливости этого предположения нужна количественная оценка. Для данной цели могли бы быть использованы несколько критериев, но был выбран критерий Кохрена.

7.3.3.2 Для совокупности из p стандартных отклонений s_i , рассчитанных исходя из одного и того же количества (n) результатов испытаний в базовых элементах, тестовая статистика Кохрена имеет вид

$$C = \frac{s_{\max}^2}{\sum_{i=1}^p s_i^2}, \quad (8)$$

где s_{\max} — наивысшее значение стандартного отклонения в совокупности.

а) В случае, если значение тестовой статистики меньше (или равно) 5%-ного критического значения, тестируемую позицию признают корректной.

б) В случае, если значение тестовой статистики больше 5%-ного критического значения и меньше (или равно) 1%-ного значения, тестируемую позицию называют квазивыбросом и отмечают одной звездочкой.

в) В случае, если значение тестовой статистики больше 1%-ного критического значения, тестируемую позицию называют статистическим выбросом и отмечают двумя звездочками.

Критические значения для критерия Кохрена представлены в 8.1 (таблица 4).

Критерий Кохрена должен применяться для формы С (рисунок 2) на каждом уровне отдельно.

7.3.3.3 Строго говоря, критерий Кохрена применяют лишь в случаях, когда все стандартные отклонения исходят из одного и того же количества (n) результатов измерений, полученных в условиях повторяемости. В фактических случаях это количество может меняться за счет недостающих или исключенных данных. В настоящем стандарте тем не менее предполагается, что в должным образом организованном эксперименте такие изменения в количестве результатов измерений из расчета на базовый элемент будут ограничены и ими можно пренебречь, то есть критерий Кохрена можно использовать применительно к количеству результатов измерений n , имеющих место в большинстве базовых элементов.

7.3.3.4 При помощи критерия Кохрена проверяют только наивысшее значение в совокупности стандартных отклонений, и поэтому такая проверка является односторонней. Разброс в дисперсиях может также, разумеется, проявляться в наименьших значениях стандартных отклонений. Однако на малые значения стандартного отклонения может оказывать очень сильное влияние степень округления исходных данных, и поэтому они не очень надежны. Кроме того, представляется нецелесообразным отвергать данные лаборатории из-за того, что ею достигнута более высокая прецизионность в результатах измерений по сравнению с другими лабораториями. Поэтому критерий Кохрена считают адекватным.

7.3.3.5 При критическом рассмотрении формы С (рисунок 2) иногда может обнаружиться, что значения стандартных отклонений для определенной лаборатории на всех или на большинстве уровней ниже значений стандартных отклонений для других лабораторий. Это может указывать на то, что лаборатория работает с более низким значением стандартного отклонения повторяемости по сравнению с другими лабораториями, которое, в свою очередь, может быть обусловлено либо лучшей техникой выполнения анализов и лучшим оборудованием, либо модифицированным или неправильным применением стандартного метода измерений. В случае, если это имеет место, об этом необходимо сообщить совету экспертов, который должен решить, заслуживает ли данный вопрос более детального изучения. (Примером этого является лаборатория № 2 в эксперименте, подробно описанном в В.1 приложения В).

7.3.3.6 Если наивысшее значение стандартного отклонения классифицировано как выброс, то оно должно быть исключено, а проверка с использованием критерия Кохрена может быть повторена на оставшихся значениях. Следует заметить, что процедура повторения может привести к излишним исключениям данных в случаях, когда нормальное распределение, принятое за основу, не является достаточно хорошей аппроксимацией. Повторное применение критерия Кохрена предлагается здесь

лишь в качестве полезного средства ввиду отсутствия статистического критерия, разработанного для проверки нескольких выбросов вместе. Критерий Кохрена не разрабатывался для данной цели, и выводы при его повторном применении необходимо делать с большой осторожностью. Так же осторожно нужно использовать критерий Кохрена в случаях, когда результаты, характеризующиеся высокими значениями стандартных отклонений (в особенности если они имеют место в пределах лишь одного из уровней), представлены двумя или тремя лабораториями. С другой стороны, если на различных уровнях в пределах одной лаборатории обнаруживается несколько квазивыбросов и/или статистических выбросов, то это может быть веским указанием на то, что внутрилабораторная дисперсия слишком высока, и данные этой лаборатории должны быть полностью исключены.

7.3.4 К р и т е р и й Г р а б б с а

7.3.4.1 Проверка на один выброс

Для проверки, не является ли выбросом наибольшая величина из x расположенных в порядке возрастания совокупности данных $x_i (i = 1, 2, \dots, p)$, вычисляют статистику Граббса G_p по формуле

$$G_p = (x_p - \bar{x})/s, \quad (9)$$

где

$$\bar{x} = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p x_i; \quad (10)$$

$$s = \sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2}. \quad (11)$$

Для проверки значимости наименьшего результата наблюдения вычисляют тестовую статистику

$$G_1 = (\bar{x} - x_1)/s.$$

а) В случае, если значение тестовой статистики меньше (или равно) 5%-ного критического значения, тестируемую позицию признают корректной.

б) В случае, если значение тестовой статистики больше 5%-ного критического значения и меньше (или равно) 1%-ного критического значения, тестируемую позицию называют квазивыбросом и отмечают одной звездочкой.

с) В случае, если значение тестовой статистики больше 1%-ного критического значения, тестируемую позицию называют статистическим выбросом и отмечают двумя звездочками.

7.3.4.2 Проверка на два выброса

Чтобы проверить, могут ли два наибольших результата наблюдений быть выбросами, вычисляют статистику Граббса

$$G = s_{p-1, p}^2 / s_0^2, \quad (12)$$

$$s_0^2 = \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2; \quad (13)$$

$$s_{p-1, p}^2 = \sum_{i=1}^{p-2} (x_i - \bar{x}_{p-1, p})^2, \quad (14)$$

$$\bar{x}_{p-1, p} = \frac{1}{p-2} \sum_{i=1}^{p-2} x_i. \quad (15)$$

Соответственно, чтобы проверить два наименьших результата наблюдений, вычисляют статистику Граббса

$$G = s_{1,2}^2 / s_0^2, \quad (16)$$

где

$$s_{1,2}^2 = \sum_{i=3}^p (x_i - \bar{x}_{1,2})^2 ; \quad (17)$$

$$\bar{x}_{1,2} = \frac{1}{p-2} \sum_{i=3}^p x_i . \quad (18)$$

Критические значения для критерия Граббса представлены в 8.2 (таблица 5).

7.3.4.3 Применение критерия Граббса

При анализе эксперимента по оценке прецизионности критерий Граббса может быть применен к следующим случаям.

а) Анализ средних значений базовых элементов (форма В на рисунке 2) для заданного уровня j , при этом

$$x_i = \bar{y}_{ij}$$

и

$$p = p_j.$$

Сначала к средним значениям базовых элементов уровня j применяют критерий Граббса для одного выброса, как описано в 7.3.4.1. Если обнаруживается, что среднее значение базового элемента является выбросом, необходимо исключить его и повторить проверку для другого экстремального среднего значения базового элемента (например, если наивысшее значение является выбросом, то тогда следует проверить наименьшее значение, а наивысшее значение при этом исключить), однако при этом не следует применять критерий Граббса для двух выбросов, описанный в 7.3.4.2. Этот последний критерий нужно применить в случае, если при проверке с использованием критерия Граббса для одного выброса обнаруживается, что средние значения базовых элементов не имеют выбросов.

б) Анализ исходных данных в пределах базового элемента, для которого в результате проверки с использованием критерия Кохрена обнаруживается сомнительность значения стандартного отклонения.

7.4 Расчет общего среднего значения и дисперсий

7.4.1 Метод анализа

Метод анализа, принятый в настоящем стандарте, включает в себя нахождение оценки общего среднего m и прецизионности для каждого уровня отдельно. Результаты расчета представляют в виде таблицы для каждого значения j .

7.4.2 Исходные данные

Исходные данные, необходимые для расчетов, должны быть представлены в трех таблицах (рисунок 2), соответствующих формам:

- таблице А, содержащей результаты измерений;
- таблице В, содержащей средние значения в базовых элементах;
- таблице С, содержащей показатели разброса (расхождений) в базовых элементах.

7.4.3 Непустые базовые элементы

Следствием правила, сформулированного в 7.3.2.1d, является то, что количество непустых базовых элементов для каждого уровня, используемых при расчете, в таблицах В и С всегда будет одинаковым. Исключение мог бы составить случай, когда, вследствие недостающих данных, базовый элемент в таблице А содержит лишь один результат измерений, что повлечет за собой появление незаполненного базового элемента в таблице С, но не в таблице В. В данном случае можно:

а) отбросить единичный результат измерений, после чего появятся незаполненные базовые элементы в таблицах В и С, или

б) если потерю информации рассматривают как нежелательную, вносят прочерк в форму С.

Количество непустых базовых элементов может быть разным для различных уровней, поэтому и введен индекс j в p_j .

7.4.4 Расчет общего среднего значения \hat{m}

Для уровня j общее среднее значение равно

$$\hat{m}_j = \bar{\bar{y}}_j = \frac{\sum_{i=1}^p n_{ij} \bar{y}_{ij}}{\sum_{i=1}^p n_{ij}} . \quad (19)$$

7.4.5 Расчет дисперсий

Для каждого уровня рассчитывают три дисперсии: повторяемости, межлабораторную и воспроизводимости.

7.4.5.1 Дисперсия повторяемости равна

$$s_{rj}^2 = \frac{\sum_{i=1}^p (n_{ij} - 1) s_{ij}^2}{\sum_{i=1}^p (n_{ij} - 1)}. \quad (20)$$

7.4.5.2 Межлабораторная дисперсия равна

$$s_{Lj}^2 = \frac{s_{dj}^2 - s_{rj}^2}{\bar{n}_j}, \quad (21)$$

где

$$\begin{aligned} s_{dj}^2 &= \frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p n_{ij} (\bar{y}_{ij} - \bar{\bar{y}}_j)^2 = \\ &= \frac{1}{p-1} \left[\sum_{i=1}^p n_{ij} (\bar{y}_{ij})^2 - (\bar{\bar{y}}_j)^2 \sum_{i=1}^p n_{ij} \right]; \end{aligned} \quad (22)$$

$$\bar{\bar{n}}_j = \frac{1}{p-1} \left[\sum_{i=1}^p n_{ij} - \frac{\sum_{i=1}^p n_{ij}^2}{\sum_{i=1}^p n_{ij}} \right]. \quad (23)$$

Соответствующие расчеты проиллюстрированы примерами в В.1 и В.3 приложения В.

7.4.5.3 Для частного случая, когда все $n_{ij} = n = 2$, приведенные формулы упрощаются и имеют вид

$$\begin{aligned} s_{rj}^2 &= \frac{1}{2p} \sum_{i=1}^p (y_{ij1} - y_{ij2})^2, \\ s_{Lj}^2 &= \frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (\bar{y}_{ij} - \bar{\bar{y}}_j)^2 - \frac{s_{rj}^2}{2}. \end{aligned}$$

Они проиллюстрированы примером, представленным в В.2 приложения В.

7.4.5.4 Когда вследствие случайных эффектов (вызванных ограниченностью выборки) из данных расчетов для s_{Lj}^2 получается отрицательное значение, его следует принять равным нулю.

7.4.5.5 Дисперсия воспроизводимости составит

$$S_{Rj}^2 = S_{rj}^2 + S_{Lj}^2. \quad (24)$$

7.4.6 Зависимость дисперсий от m

Далее необходимо определить, зависит ли прецизионность от общего среднего значения m для уровня, и если зависит, то найти соответствующее функциональное соотношение.

7.5 Установление функциональной зависимости между значениями прецизионности и средним значением m для уровня

7.5.1 Регулярная функциональная связь между прецизионностью и m существует не во всех случаях. В частности, если неотъемлемой частью расхождений между результатами измерений является неоднородность материала, функциональная связь будет иметь место лишь в случае, если данная неоднородность является регулярной функцией среднего значения для уровня m . Для твердых материалов различного состава, получаемых по различным технологиям, эта функциональная связь никоим образом не является несомненной. Этот вопрос нужно решить до применения описанной

ниже процедуры. В качестве альтернативы для каждого рассматриваемого материала могли бы быть установлены отдельные значения прецизионности.

7.5.2 Обоснования и процедуры вычислений, изложенные в 7.5.3—7.5.9, относятся к стандартным отклонениям как повторяемости, так и воспроизводимости, однако для краткости здесь они представлены только для повторяемости. Будут рассмотрены только три типа соотношений:

I: $s_r = bm$ (прямая линия, проходящая через начало координат);

II: $s_r = a + bm$ (прямая линия, проходящая выше начала координат);

III: $\lg s_r = c + d \lg m$ (или $s_r = Cm^d$); $d \leq 1$ (экспоненциальная зависимость).

Можно ожидать, что в большинстве случаев существования зависимости по крайней мере одно из данных равенств даст ее удовлетворительное описание. Если же нет, то эксперт по статистике, осуществляющий анализ, должен будет найти альтернативное решение. Чтобы избежать путаницы, постоянные величины a , b , c , C и d , присутствующие в данных равенствах, могут различаться при помощи подстрочных индексов a_r , b_r для повторяемости и a_R , b_R — для воспроизводимости, однако они были опущены в записи в данном разделе опять же для упрощения системы обозначений. Кроме того, s_r было сокращено просто до s для удобства простановки подстрочного индекса уровня j .

7.5.3 Обычно $d > 0$, таким образом, зависимости I и III будут сводиться к $s = 0$ для $m = 0$, что может показаться неприемлемым. Однако при упоминании в отчетах данных по прецизионности необходимо разъяснять, что они применимы только в пределах уровней, охватываемых межлабораторным экспериментом по ее оценке.

7.5.4 Для $a = 0$ и $d = 1$ все три зависимости являются тождественными, поэтому в случае, когда a располагается вблизи нуля и/или d располагается вблизи единицы, две или все три данные зависимости будут обеспечивать практически равноценное соответствие; предпочтение должно быть отдано зависимости I, поскольку она допускает нижеследующее простое утверждение: «Два результата измерений считаются сомнительными, если они различаются более чем на (100 b) %».

С точки зрения статистической терминологии данная формулировка означает, что коэффициент вариации (100 s/m) постоянен для всех уровней.

7.5.5 Если на графике функции s_j в зависимости от аргумента \hat{m}_j или на графике функции $\lg s_j$ в зависимости от аргумента $\lg \hat{m}_j$ обнаруживается, что совокупность точек лежит достаточно близко к прямой линии, то может оказаться достаточной графическая аппроксимация; однако если из каких-то соображений предпочтение отдается аналитическому методу аппроксимации, то для зависимостей I и II рекомендуется методика, изложенная в 7.5.6, а для зависимости III — методика, представленная в 7.5.8.

7.5.6 С точки зрения статистики аппроксимация прямой линией осложняется за счет того, что как \hat{m}_j , так и s_j являются оценками и, следовательно, подвержены ошибкам. Однако поскольку угловой коэффициент b обычно невелик (порядка 0,1 или менее), то ошибки в оценке \hat{m} имеют небольшое влияние, и превалируют ошибки в оценке s .

7.5.6.1 Хорошая оценка параметров линии регрессии требует взвешенной регрессии, так как стандартное отклонение величины s пропорционально прогнозируемому значению s_j (\hat{s}_j).

Весовые коэффициенты должны быть пропорциональны $1/(\hat{s}_j)^2$, где \hat{s}_j представляет собой прогнозируемое стандартное отклонение повторяемости для уровня j . Однако \hat{s}_j зависит и от параметров, которые еще только должны быть рассчитаны.

Математически правильная методика нахождения оценок, соответствующих наименьшим взвешенным средним квадратичным отклонениям, довольно сложна. Рекомендуется нижеследующая методика, которая оказалась удовлетворительной на практике.

7.5.6.2 При весовых коэффициентах W_j , равных $1/(\hat{s}_{Nj})^2$, где $N = 0, 1, 2 \dots$ для последовательных итераций, расчетные формулы выглядят следующим образом:

$$T_1 = \sum_j W_j,$$

$$T_2 = \sum_j W_j \hat{m}_j,$$

$$T_3 = \sum_j W_j \hat{m}_j^2,$$

$$T_4 = \sum_j W_j s_j,$$

$$T_5 = \sum_j W_j \hat{m}_j s_j.$$

Тогда для зависимости I ($s = bm$) значение b равно T_5/T_3 .
Для зависимости II ($s = a + bm$):

$$a = \left[\frac{T_3 T_4 - T_2 T_5}{T_1 T_3 - T_2^2} \right], \quad (25)$$

$$b = \left[\frac{T_1 T_5 - T_2 T_4}{T_1 T_3 - T_2^2} \right]. \quad (26)$$

7.5.6.3 В случае зависимости I алгебраическая подстановка весовых коэффициентов $W_j = 1/(\hat{s}_j)^2$, причем $\hat{s}_j = b \hat{m}_j$, приводит к упрощенному выражению:

$$b = \frac{\sum_j (s_j / \hat{m}_j)}{q}, \quad (27)$$

и нет необходимости в каких бы то ни было итерациях.

7.5.6.4 В случае зависимости II начальные значения \hat{s}_{0j} представляют собой исходные значения s , полученные в соответствии с 7.4. Они используются для расчета $W_{0j} = 1/(\hat{s}_{0j})^2$ ($j = 1, 2, \dots, q$) и вычисления a_1 и b_1 по формулам из 7.5.6.2.

Это приводит к $\hat{s}_{1j} = a_1 + b_1 \hat{m}_j$.

Затем расчеты повторяют для $W_{1j} = 1/(\hat{s}_{1j})^2$ с целью получения $\hat{s}_{2j} = a_2 + b_2 \hat{m}_j$.

Та же самая методика могла бы быть теперь повторена еще раз для весовых коэффициентов $W_{2j} = 1/(\hat{s}_{2j})^2$, вытекающих из данных равенств, однако это повлечет за собой лишь незначительные изменения. Стадия от W_{0j} до W_{1j} является эффективной с точки зрения исключения грубых ошибок в весах, и равенство для \hat{s}_{2j} должно рассматриваться в качестве окончательного результата.

7.5.7 Стандартное отклонение для $\lg s$ не зависит от s , и поэтому в данном случае подходящей является невзвешенная регрессия $\lg s$ по $\lg \hat{m}$.

7.5.8 Для зависимости III расчетные формулы выглядят следующим образом:

$$T_1 = \sum_j \lg m_j,$$

$$T_2 = \sum_j (\lg \hat{m}_j)^2,$$

$$T_3 = \sum_j \lg s_j,$$

$$T_4 = \sum_j (\lg \hat{m}_j) (\lg s_j),$$

и значит

$$c = \frac{T_2 T_3 - T_1 T_4}{q T_2 - T_1^2}, \quad (28)$$

$$d = \frac{q T_4 - T_1 T_3}{q T_2 - T_1^2}. \quad (29)$$

7.5.9 В 7.5.9.1—7.5.9.3 для одной и той же совокупности данных приводятся примеры аппроксимирующих зависимостей I—III, представленных в 7.5.2. Числовые данные взяты из В.3 приложения В и используются здесь лишь для того, чтобы проиллюстрировать числовую процедуру. Они рассмотрены подробнее в приложении В.

7.5.9.1 Пример аппроксимирующей зависимости I представлен в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Зависимость I: $s = bm$

\hat{m}_j	3,94	8,28	14,18	15,59	20,41
s_j	0,092	0,179	0,127	0,337	0,393
s_j/\hat{m}_j	0,023 4	0,021 6	0,008 9	0,021 6	0,019 3
$b = \frac{\sum_j (s_j/\hat{m}_j)}{q}$	$\frac{0,0948}{5} = 0,019$				
$s = bm$	0,075	0,157	0,269	0,296	0,388

7.5.9.2 Пример аппроксимирующей зависимости II представлен в таблице 2, где \hat{m}_j , s_j — такие же, как в 7.5.9.1.

Т а б л и ц а 2 — Зависимость II: $s = a + bm$

W_{0j}	118	31	62	8,8	6,5
$s_1 = 0,058 + 0,009 0 m$					
\hat{s}_{1j}	0,093	0,132	0,185	0,197	0,240
W_{1j}	116	57	29	26	17
$s_2 = 0,030 + 0,015 6 m$					
\hat{s}_{2j}	0,092	0,159	0,251	0,273	0,348
W_{2j}	118	40	16	13	8
$s_3 = 0,032 + 0,015 4 m$					
$\hat{s}_{3j}^{1)}$	0,093	0,160	0,251	0,273	0,348
1) Отличие от s_2 пренебрежимо мало.					
Пр и м е ч а н и е — Значения весовых коэффициентов не являются критичными; достаточно двух значащих цифр.					

7.5.9.3 Пример аппроксимирующей зависимости III представлен в таблице 3.

Т а б л и ц а 3 — Зависимость III: $\lg s = c + d \lg m$

$\lg \hat{m}_j$	+ 0,595	+ 0,918	+ 1,152	+ 1,193	+ 1,310
$\lg s_{0j}$	— 1,036	— 0,747	— 0,896	— 0,472	— 0,406
$\lg s = - 1,506 5 + 0,772 \lg m$ или $s = 0,031 m^{0,77}$					
s	0,089	0,158	0,239	0,257	0,316

7.6 Статистический анализ как поэтапная процедура

Примечание 5 — На рисунке 3 представлена излагаемая в настоящем подразделе процедура статистического анализа.

7.6.1 Все имеющиеся результаты измерений сводят в одну форму *A*, представленную на рисунке 2 (см. 7.2). Рекомендуется составить данную форму таким образом, чтобы она имела *p* строк с индексами $i = 1, 2, \dots, p$ (представляющих *p* лабораторий, которые сообщили данные) и *q* столбцов с индексами $j = 1, 2, \dots, q$ (представляющих *q* уровней в возрастающей последовательности).

В эксперименте с однородными уровнями нет необходимости различать результаты измерений в пределах базового элемента формы *A*, и они могут заноситься в любом порядке.

7.6.2 Проверяют форму *A* на предмет каких-либо очевидных нарушений, изучают их и, в случае необходимости, исключают явно ошибочные данные (например, выходящие за пределы диапазона средства измерений или невозможные по техническим соображениям) и докладывают о результатах проверки совету экспертов. Иногда сразу же видно, что результаты измерений в отдельной лаборатории либо в отдельном базовом элементе располагаются на уровне, не совместимом с другими данными. Такого рода явно не согласующиеся результаты должны быть незамедлительно исключены, однако об этом необходимо сообщить совету экспертов с целью дальнейшего рассмотрения (см. 7.7.1).

7.6.3 На основании формы *A*, скорректированной в необходимых случаях согласно 7.6.2, рассчитывают средние значения для базовых элементов и показатели разброса данных в базовых элементах и заполняют соответственно формы *B* и *C*.

Если базовый элемент в форме *A* содержит только один результат измерений, необходимо принять одно из решений по 7.4.3.

7.6.4 Готовят диаграммы для статистик Манделя *h* и *k*, описанные в 7.3.1, и изучают их на предмет совместимости данных. Эти диаграммы могут отображать пригодность данных для дальнейшего анализа, наличие каких-либо возможных выбросов значений или выпадающих лабораторий. Тем не менее никакие определенные решения на данной стадии не принимают до завершения работ по 7.6.5—7.6.9.

7.6.5 Проверяют формы *B* и *C* (см. рисунок 2) уровень за уровнем на предмет возможных квазивыбросов и/или статистических выбросов (см. 7.3.2.1a). При этом следует применить статистические критерии, приведенные в 7.3, ко всем сомнительным позициям, отмечая квазивыбросы одной звездочкой, а статистические выбросы — двумя. Если же никаких квазивыбросов или статистических выбросов нет, пропускают этапы 7.6.6—7.6.10 и приступают прямо к этапу 7.6.11.

7.6.6 Анализируют вопрос, имеется ли или может ли существовать какое-то техническое объяснение квазивыбросов и/или статистических выбросов и, по возможности, проверяют такое объяснение. В зависимости от результатов корректируют или исключают те квазивыбросы и/или статистические выбросы, которые были удовлетворительно объяснены, и вносят в формы соответствующие исправления. Если после этого никаких квазивыбросов или статистических выбросов не останется, пропускают этапы 7.6.7—7.6.10 и приступают прямо к этапу 7.6.11.

Примечание 6 — Большое количество квазивыбросов и/или статистических выбросов может свидетельствовать о резко выраженных расхождениях дисперсий в базовых элементах или резко выраженных различиях между лабораториями, и в связи с этим может возникнуть сомнение в пригодности метода измерений. Об этом необходимо доложить совету экспертов.

7.6.7 Если распределение необъясненных квазивыбросов или статистических выбросов в формах *B* или *C* не наводит на мысль о каких-либо выпадающих лабораториях (см. 7.2.5), то пропускают этап 7.6.8 и приступают прямо к этапу 7.6.9.

7.6.8 При наличии убедительных оснований против сомнительных лабораторий, достаточных для исключения некоторых либо всех их данных, исключают соответствующие данные и докладывают об этом совету экспертов.

Решение об исключении некоторых либо всех данных, полученных от отдельной лаборатории, принимает эксперт по статистике, осуществляющий анализ, однако об этом следует сообщить совету экспертов с целью дальнейшего рассмотрения (см. 7.7.1).

7.6.9 Если какие-либо квазивыбросы и/или статистические выбросы остаются необъясненными либо не относятся к выпадающей лаборатории, исключают статистические выбросы, но сохраняют квазивыбросы.

7.6.10 Если на предыдущих стадиях какая-либо запись в форме *B* была исключена, то тогда должна быть также исключена соответствующая запись в форме *C*, и наоборот.

7.6.11 Исходя из данных, которые были сохранены в качестве корректных в формах В и С, рассчитывают, пользуясь формулами, приведенными в 7.4, для каждого уровня отдельно среднее значение \hat{m}_j и стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости.

7.6.12 Если в эксперименте используют только один уровень или если было принято решение о том, что стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости должны быть даны отдельно для каждого уровня (см. 7.5.1) непосредственно в численном виде, а не в виде функциональной зависимости от уровня, то пропускают этапы 7.6.13—7.6.18 и приступают прямо к этапу 7.6.19.

Примечание 7 — Последующие этапы 7.6.13 — 7.6.17 применяют по отношению как к s_p , так и к s_R в отдельности, однако для краткости эти пункты написаны только для s_p .

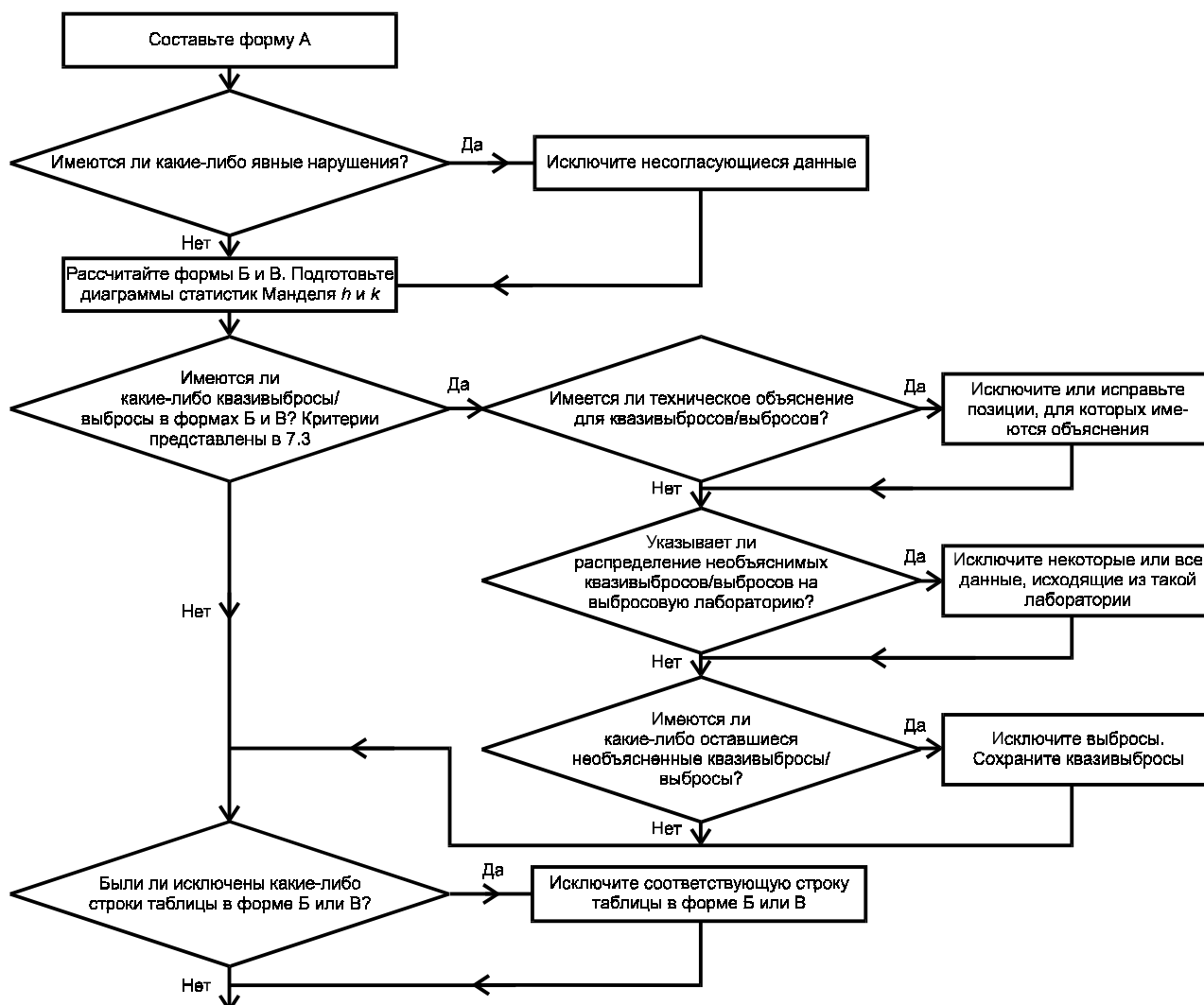


Рисунок 3 — Структурная схема принципиальных этапов статистического анализа (см. продолжение)

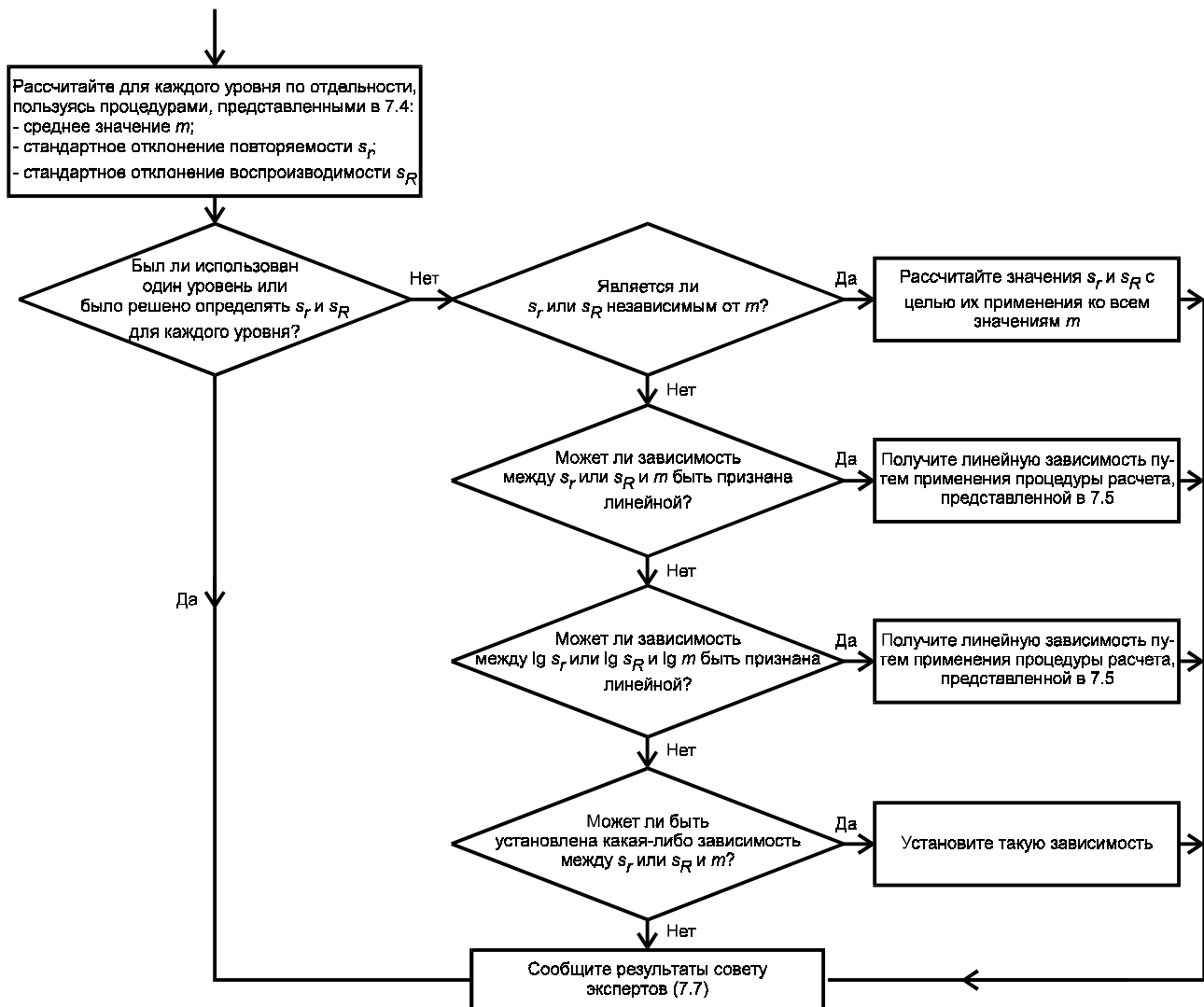


Рисунок 3 (продолжение)

7.6.13 Строят график функции s_j по аргументу \hat{m}_j и на его основе делают вывод, зависит ли s от m или нет. Если s признают зависящим от m , пренебрегают этапом 7.6.14 и приступают к этапу 7.6.15. Если s оценивают как не зависящее от m , приступают к этапу 7.6.14. Если возникают сомнения, то лучше всего проработать оба варианта и предоставить возможность принимать решение совету экспертов. Никакого подходящего статистического критерия, обеспечивающего аналитический подход к данной проблеме, не существует, однако технические эксперты, знакомые с методом измерений, должны обладать достаточным опытом для принятия решения.

7.6.14 Используют выражение $\frac{1}{q} \sum s_j = s_r$ для окончательной оценки значения стандартного отклонения повторяемости. Пренебрегая этапами 7.6.15 — 7.6.18, приступают непосредственно к этапу 7.6.19.

7.6.15 Исходя из графика, упомянутого в 7.6.13, делают вывод, может ли зависимость между s и m быть выражена прямой линией, и если да, то является ли подходящей зависимость I ($s = bm$) или II ($s = a + bm$) (см. 7.5.2). Определяют параметр b или два параметра a и b , пользуясь процедурой, изложенной в 7.5.6. Если линейную зависимость признают удовлетворительной, пропускают этап 7.6.16 и приступают непосредственно к этапу 7.6.17. Если же нет, то приступают к этапу 7.6.16.

7.6.16 Строят график функции $\lg s_j$ по аргументу $\lg \hat{m}_j$ и делают, исходя из этого графика, вывод, есть ли основания представить зависимость между $\lg s$ и $\lg m$ прямой линией или нет. В первом случае определяют параметры c и d зависимости III ($\lg s = c + d \lg m$), пользуясь процедурой, приведенной в 7.5.8.

7.6.17 Если на этапе 7.6.15 или 7.6.16 было установлено удовлетворительное соотношение, то окончательными значениями s_r (или s_R) считают сглаженные значения, полученные из данной зависимости для заданных значений m . Пренебрегая этапом 7.6.18, приступают к этапу 7.6.19.

7.6.18 Если на этапе 7.6.15 или 7.6.16 не было установлено никакого удовлетворительного соотношения, то эксперт по статистике должен решить, может ли быть установлено какое-либо другое соотношение между s и m , или, в качестве альтернативы, настолько ли нерегулярны данные, что установление функциональной зависимости представляется невозможным.

7.6.19 Готовят доклад, демонстрирующий основные данные и результаты, а также выводы из статистического анализа, и представляют его совету экспертов. Для иллюстрации совместимости или изменчивости результатов может оказаться полезным графическое представление по 7.3.1.

7.7 Доклад совету экспертов и принимаемые им решения

7.7.1 Доклад эксперта по статистике

Завершив статистический анализ, эксперт по статистике должен представить на рассмотрение совету экспертов доклад. В докладе должна быть следующая информация:

- полный перечень наблюдений, полученных от операторов и/или инспекторов, знающих стандарт на метод измерений;
- полный перечень лабораторий, которые были исключены как выпадающие на этапах 7.6.2 и 7.6.8, и основания для их исключения;
- полный перечень обнаруженных квазивыбросов и/или статистических выбросов с пояснениями, были ли они объяснены и исправлены или исключены;
- форма с окончательными результатами для \hat{m}_j , s_r , s_R и перечень выводов, сделанных на этапах 7.6.13, 7.6.15 или 7.6.16, проиллюстрированных одним из графиков, рекомендованных для этих этапов;
- формы А, В и С (рисунок 2), использованные при статистическом анализе, — возможно, в качестве приложения.

7.7.2 Решения, принимаемые советом экспертов

Совет экспертов затем должен обсудить данный доклад и принять решения по следующим вопросам.

- Являются ли несогласующиеся результаты, квазивыбросы или выбросы, если таковые имеются, следствием недостатков в тексте стандарта на метод измерений?
- Какие меры должны быть приняты по отношению к исключенным выпадающим лабораториям?
- Свидетельствуют ли результаты выпадающих лабораторий и/или комментарии, полученные от операторов и инспекторов, о необходимости совершенствования стандарта на метод измерений? Если да, то какие именно улучшения требуются?
- Могут ли результаты эксперимента по оценке прецизионности быть основой для установления значений стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости? Если да, то каковы эти значения, в какой форме они должны быть опубликованы и какова сфера применения данных о прецизионности?

7.7.3 Полный доклад

На завершающей стадии ответственным исполнителем должен быть подготовлен для одобрения советом экспертов доклад, детально излагающий основания для работы и как она была организована, включающий в себя доклад эксперта по статистике и подробное изложение согласованных выводов. Часто бывает полезным какое-либо графическое представление совместимости или изменчивости результатов. Доклад должен быть направлен лицам, отвечающим за санкционирование работ, а также другим заинтересованным организациям и компаниям.

8 Статистические таблицы

8.1 Критические значения для критерия Кохрена (см. 7.3.3) представлены в таблице 4.

8.2 Критические значения для критерия Граббса (см. 7.3.4) представлены в таблице 5.

При применении критерия Граббса к одному предельному значению выброс или квазивыброс устанавливают в случае превышения значениями статистики Граббса приведенных в этой таблице 1%-ных или 5%-ных критических значений соответственно.

При применении критерия Граббса к двум предельным значениям выброс или квазивыброс устанавливают в случае, если значения статистики Граббса меньше приведенных в этой таблице 1%-ных или 5%-ных критических значений соответственно.

Т а б л и ц а 4 — Критические значения для критерия Кохрена

<i>p</i>	<i>n</i> = 2		<i>n</i> = 3		<i>n</i> = 4		<i>n</i> = 5		<i>n</i> = 6	
	1%	5%	1%	5%	1%	5%	1%	5%	1%	5%
2	—	—	0,995	0,975	0,979	0,939	0,959	0,906	0,937	0,877
3	0,993	0,967	0,942	0,871	0,883	0,798	0,834	0,746	0,793	0,707
4	0,968	0,906	0,864	0,768	0,781	0,684	0,721	0,629	0,676	0,590
5	0,928	0,841	0,788	0,684	0,696	0,598	0,633	0,544	0,588	0,506
6	0,883	0,781	0,722	0,616	0,626	0,532	0,564	0,480	0,520	0,445
7	0,838	0,727	0,664	0,561	0,568	0,480	0,508	0,431	0,466	0,397
8	0,794	0,680	0,615	0,516	0,521	0,438	0,463	0,391	0,423	0,360
9	0,754	0,638	0,573	0,478	0,481	0,403	0,425	0,358	0,387	0,329
10	0,718	0,602	0,536	0,445	0,447	0,373	0,393	0,331	0,357	0,303
11	0,684	0,570	0,504	0,417	0,418	0,348	0,366	0,308	0,332	0,281
12	0,653	0,541	0,475	0,392	0,392	0,326	0,343	0,288	0,310	0,262
13	0,624	0,515	0,450	0,371	0,369	0,307	0,322	0,271	0,291	0,243
14	0,599	0,492	0,427	0,352	0,349	0,291	0,304	0,255	0,274	0,232
15	0,575	0,471	0,407	0,335	0,332	0,276	0,288	0,242	0,259	0,220
16	0,553	0,452	0,388	0,319	0,316	0,262	0,274	0,230	0,246	0,208
17	0,532	0,434	0,372	0,305	0,301	0,250	0,261	0,219	0,234	0,198
18	0,514	0,418	0,356	0,293	0,288	0,240	0,249	0,209	0,223	0,189
19	0,496	0,403	0,343	0,281	0,276	0,230	0,238	0,200	0,214	0,181
20	0,480	0,389	0,330	0,270	0,265	0,220	0,229	0,192	0,205	0,174
21	0,465	0,377	0,318	0,261	0,255	0,212	0,220	0,185	0,197	0,167
22	0,450	0,365	0,307	0,252	0,246	0,204	0,212	0,178	0,189	0,160
23	0,437	0,354	0,297	0,243	0,238	0,197	0,204	0,172	0,182	0,155
24	0,425	0,343	0,287	0,235	0,230	0,191	0,197	0,166	0,176	0,149
25	0,413	0,334	0,278	0,228	0,222	0,185	0,190	0,160	0,170	0,144
26	0,402	0,325	0,270	0,221	0,215	0,179	0,184	0,155	0,164	0,140
27	0,391	0,316	0,262	0,215	0,209	0,173	0,179	0,150	0,159	0,135
28	0,382	0,308	0,255	0,209	0,202	0,168	0,173	0,146	0,154	0,131
29	0,372	0,300	0,248	0,203	0,196	0,164	0,168	0,142	0,150	0,127
30	0,363	0,293	0,241	0,198	0,191	0,159	0,164	0,138	0,145	0,124
31	0,355	0,286	0,235	0,193	0,186	0,155	0,159	0,134	0,141	0,120
32	0,347	0,280	0,229	0,188	0,181	0,151	0,155	0,131	0,138	0,117
33	0,339	0,273	0,224	0,184	0,177	0,147	0,151	0,127	0,134	0,114
34	0,332	0,267	0,218	0,179	0,172	0,144	0,147	0,124	0,131	0,111
35	0,325	0,262	0,213	0,175	0,168	0,140	0,144	0,121	0,127	0,108
36	0,318	0,256	0,208	0,172	0,165	0,137	0,140	0,118	0,124	0,106
37	0,312	0,251	0,204	0,168	0,161	0,134	0,137	0,116	0,121	0,103
38	0,306	0,246	0,200	0,164	0,157	0,131	0,134	0,113	0,119	0,101
39	0,300	0,242	0,196	0,161	0,154	0,129	0,131	0,111	0,116	0,099
40	0,294	0,237	0,192	0,158	0,151	0,126	0,128	0,108	0,114	0,097

p — количество лабораторий для данного уровня;
n — количество результатов измерений в базовом элементе (см. 7.3.3.3).

Т а б л и ц а 5 — Критические значения для критерия Граббса

<i>p</i>	Одно наибольшее или одно наименьшее		Два наибольших или два наименьших	
	Свыше 1%	Свыше 5%	Ниже 1%	Ниже 5%
3	1,155	1,155	—	—
4	1,496	1,481	0,000 0	0,000 2
5	1,764	1,715	0,001 8	0,009 0

Окончание таблицы 5

p	Одно наибольшее или одно наименьшее		Два наибольших или два наименьших	
	Свыше 1%	Свыше 5%	Ниже 1%	Ниже 5%
6	1,973	1,887	0,011 6	0,034 9
7	2,139	2,020	0,030 8	0,070 8
8	2,274	2,126	0,056 3	0,110 1
9	2,387	2,215	0,085 1	0,149 2
10	2,482	2,290	0,115 0	0,186 4
11	2,564	2,355	0,144 8	0,221 3
12	2,636	2,412	0,173 8	0,253 7
13	2,699	2,462	0,201 6	0,283 6
14	2,755	2,507	0,228 0	0,311 2
15	2,806	2,549	0,253 0	0,336 7
16	2,852	2,585	0,276 7	0,360 3
17	2,894	2,620	0,299 0	0,382 2
18	2,932	2,651	0,320 0	0,402 5
19	2,968	2,681	0,339 8	0,421 4
20	3,001	2,709	0,358 5	0,439 1
21	3,031	2,733	0,376 1	0,455 6
22	3,060	2,758	0,392 7	0,471 1
23	3,087	2,781	0,408 5	0,485 7
24	3,112	2,802	0,423 4	0,499 4
25	3,135	2,822	0,437 6	0,512 3
26	3,157	2,841	0,451 0	0,524 5
27	3,178	2,859	0,463 8	0,536 0
28	3,199	2,876	0,475 9	0,547 0
29	3,218	2,893	0,487 5	0,557 4
30	3,236	2,908	0,498 5	0,567 2
31	3,253	2,924	0,509 1	0,576 6
32	3,270	2,938	0,519 2	0,585 6
33	3,286	2,952	0,528 8	0,594 1
34	3,301	2,965	0,538 1	0,602 3
35	3,316	2,979	0,546 9	0,610 1
36	3,330	2,991	0,555 4	0,617 5
37	3,343	3,003	0,563 6	0,624 7
38	3,356	3,014	0,571 4	0,631 6
39	3,369	3,025	0,578 9	0,638 2
40	3,381	3,036	0,586 2	0,644 5

p — количество лабораторий для данного уровня.

Примечание — Таблица воспроизведена с разрешения Американской статистической ассоциации [3].

8.3 Индикаторы для статистик Манделя h и k (см. 7.3.1) представлены в таблицах 6 и 7.

Т а б л и ц а 6 — Индикаторы для статистик Манделя h и k на 1%-ном уровне значимости

p	h	k								
		n								
		2	3	4	5	6	7	8	9	10
3	1,15	1,71	1,64	1,58	1,53	1,49	1,46	1,43	1,41	1,39
4	1,49	1,91	1,77	1,67	1,60	1,55	1,51	1,48	1,45	1,43
5	1,72	2,05	1,85	1,73	1,65	1,59	1,55	1,51	1,48	1,46
6	1,87	2,14	1,90	1,77	1,68	1,62	1,57	1,53	1,50	1,47
7	1,98	2,20	1,94	1,79	1,70	1,63	1,58	1,54	1,51	1,48
8	2,06	2,25	1,97	1,81	1,71	1,65	1,59	1,55	1,52	1,49

Окончание таблицы 6

<i>p</i>	<i>h</i>	<i>k</i>								
		<i>n</i>								
		2	3	4	5	6	7	8	9	10
9	2,13	2,29	1,99	1,82	1,73	1,66	1,60	1,56	1,53	1,50
10	2,18	2,32	2,00	1,84	1,74	1,66	1,61	1,57	1,53	1,50
11	2,22	2,34	2,01	1,85	1,74	1,67	1,62	1,57	1,54	1,51
12	2,25	2,36	2,02	1,85	1,75	1,68	1,62	1,58	1,54	1,51
13	2,27	2,38	2,03	1,86	1,76	1,68	1,63	1,58	1,55	1,52
14	2,30	2,39	2,04	1,87	1,76	1,69	1,63	1,58	1,55	1,52
15	2,32	2,41	2,05	1,87	1,76	1,69	1,63	1,59	1,55	1,52
16	2,33	2,42	2,05	1,88	1,77	1,69	1,63	1,59	1,55	1,52
17	2,35	2,44	2,06	1,88	1,77	1,69	1,64	1,59	1,55	1,52
18	2,36	2,44	2,06	1,88	1,77	1,70	1,64	1,59	1,56	1,52
19	2,37	2,44	2,07	1,89	1,78	1,70	1,64	1,59	1,56	1,53
20	2,39	2,45	2,07	1,89	1,78	1,70	1,64	1,60	1,56	1,53
21	2,39	2,46	2,07	1,89	1,78	1,70	1,64	1,60	1,56	1,53
22	2,40	2,46	2,08	1,90	1,78	1,70	1,65	1,60	1,56	1,53
23	2,41	2,47	2,08	1,90	1,78	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
24	2,42	2,47	2,08	1,90	1,79	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
25	2,42	2,47	2,08	1,90	1,79	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
26	2,43	2,48	2,09	1,90	1,79	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
27	2,44	2,48	2,09	1,90	1,79	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
28	2,44	2,49	2,09	1,91	1,79	1,71	1,65	1,60	1,57	1,53
29	2,45	2,49	2,09	1,91	1,79	1,71	1,65	1,60	1,57	1,53
30	2,45	2,49	2,10	1,91	1,79	1,71	1,65	1,61	1,57	1,53

p — количество лабораторий для данного уровня;
n — количество параллельных определений в пределах каждой лаборатории для данного уровня.

Примечание — Материал предоставлен доктором Дж.Манделем

Таблица 7 — Индикаторы для статистик Манделя *h* и *k* на 5%-ном уровне значимости

<i>p</i>	<i>h</i>	<i>k</i>								
		<i>n</i>								
		2	3	4	5	6	7	8	9	10
3	1,15	1,65	1,53	1,45	1,40	1,37	1,34	1,32	1,30	1,29
4	1,42	1,76	1,59	1,50	1,44	1,40	1,37	1,35	1,33	1,31
5	1,57	1,81	1,62	1,53	1,46	1,42	1,39	1,36	1,34	1,32
6	1,66	1,85	1,64	1,54	1,48	1,43	1,40	1,37	1,35	1,33
7	1,71	1,87	1,66	1,55	1,49	1,44	1,41	1,38	1,36	1,34
8	1,75	1,88	1,67	1,56	1,50	1,45	1,41	1,38	1,36	1,34
9	1,78	1,90	1,68	1,57	1,50	1,45	1,42	1,39	1,36	1,35
10	1,80	1,90	1,68	1,57	1,50	1,46	1,42	1,39	1,37	1,35
11	1,82	1,91	1,69	1,58	1,51	1,46	1,42	1,39	1,37	1,35
12	1,83	1,92	1,69	1,58	1,51	1,46	1,42	1,40	1,37	1,35
13	1,84	1,92	1,69	1,58	1,51	1,46	1,43	1,40	1,37	1,35
14	1,85	1,92	1,70	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,37	1,35
15	1,86	1,93	1,70	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,38	1,36
16	1,86	1,93	1,70	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,38	1,36
17	1,87	1,93	1,70	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,38	1,36
18	1,88	1,93	1,71	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,38	1,36
19	1,88	1,93	1,71	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,38	1,36

Окончание таблицы 7

<i>p</i>	<i>h</i>	<i>k</i>								
		<i>n</i>								
		2	3	4	5	6	7	8	9	10
20	1,89	1,94	1,71	1,59	1,52	1,47	1,43	1,40	1,38	1,36
21	1,89	1,94	1,71	1,60	1,52	1,47	1,44	1,41	1,38	1,36
22	1,89	1,94	1,71	1,60	1,52	1,47	1,44	1,41	1,38	1,36
23	1,90	1,94	1,71	1,60	1,53	1,47	1,44	1,41	1,38	1,36
24	1,90	1,94	1,71	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,38
25	1,90	1,94	1,71	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,36
26	1,90	1,94	1,71	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,36
27	1,91	1,94	1,71	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,36
28	1,91	1,94	1,71	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,36
29	1,91	1,94	1,72	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,36
30	1,91	1,94	1,72	1,60	1,53	1,48	1,44	1,41	1,38	1,36

p — количество лабораторий для данного уровня;
n — количество параллельных определений в пределах каждой лаборатории для данного уровня.

П р и м е ч а н и е — Материал предоставлен доктором Дж.Манделем.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Условные обозначения и сокращения, используемые в ГОСТ Р ИСО 5725

<i>a</i>	Отсекаемый на оси ординат отрезок в соотношении $s = a + bm$
<i>A</i>	Показатель, используемый для расчета неопределенности оценки
<i>b</i>	Угловой коэффициент прямой в соотношении $s = a + bm$
<i>B</i>	Лабораторная составляющая систематической погрешности измерений при реализации конкретного метода — разность между систематической погрешностью лаборатории при реализации конкретного метода измерений (конкретной МВИ) и систематической погрешностью метода измерений
<i>B₀</i>	Составляющая величины <i>B</i> , представляющая все факторы, которые не изменяются в условиях промежуточной прецизионности
<i>B₍₁₎, B₍₂₎</i> и т.д.	Составляющие величины <i>B</i> , представляющие факторы, которые изменяются в условиях промежуточной прецизионности
<i>c</i>	Отсекаемый на оси ординат отрезок в соотношении $\lg s = c + d \lg m$
<i>C, C', C''</i>	Тестовые статистики
<i>C_{crit}, C'_{crit}, C''_{crit}</i>	Критические значения для статистик
<i>CD_p</i>	Критическая разность для вероятности <i>P</i>
<i>CR_p</i>	Критический диапазон для вероятности <i>P</i>
<i>d</i>	Угловой коэффициент прямой в соотношении $\lg s = c + d \lg m$
<i>e</i>	Составляющая результата измерений, представляющая случайную погрешность каждого результата измерений
<i>f</i>	Коэффициент критического диапазона
<i>F_p</i> (<i>v₁, v₂</i>)	<i>p</i> -квантиль <i>F</i> -распределения с <i>v₁</i> и <i>v₂</i> степенями свободы
<i>G</i>	Статистика Граббса
<i>h</i>	Статистика Манделя для межлабораторной совместимости
<i>k</i>	Статистика Манделя для внутрилабораторной совместимости

<i>LCL</i>	Нижний предел контроля (действия либо предупреждения)
<i>m</i>	Общее среднее значение измеряемой характеристики; уровень
<i>M</i>	Количество факторов, рассматриваемых в условиях промежуточной прецизионности
<i>N</i>	Количество повторений (итераций)
<i>n</i>	Количество результатов измерений, полученных в одной лаборатории на одном уровне (т.е. в пределах ячейки — базового элемента)
<i>p</i>	Количество лабораторий, участвующих в межлабораторном эксперименте
<i>P</i>	Вероятность
<i>q</i>	Количество уровней измеряемой характеристики в межлабораторном эксперименте
<i>r</i>	Предел повторяемости (сходимости)
<i>R</i>	Предел воспроизводимости
RM	Стандартный образец
\hat{s}	Оценка стандартного отклонения
\hat{s}	Прогнозируемое стандартное отклонение
<i>T</i>	Итог или сумма какого-либо выражения
<i>t</i>	Количество объектов испытаний или групп объектов
<i>UCL</i>	Верхний предел контроля (действия либо предупреждения)
<i>W</i>	Весовой коэффициент, используемый при расчете взвешенной регрессии
<i>w</i>	Диапазон изменения выборки результатов измерений
<i>x</i>	Заданная величина, используемая для критерия Граббса
<i>y</i>	Результат измерений (испытаний)
\bar{y}	Среднее арифметическое значение результатов измерений (испытаний)
\underline{y}	Общее среднее значение результатов измерений (испытаний)
α	Уровень значимости
β	Вероятность ошибки второго рода
γ	Отношение стандартного отклонения воспроизводимости к стандартному отклонению повторяемости (сходимости) (σ_R/σ_r)
Δ	Систематическая погрешность лаборатории при реализации конкретного стандартного метода измерений (конкретной МВИ)
$\hat{\Delta}$	Оценка Δ
δ	Систематическая погрешность метода измерений
$\hat{\delta}$	Оценка δ
λ	Поддающаяся обнаружению разность между систематическими погрешностями двух лабораторий при реализации одного и того же метода измерений или систематическими погрешностями двух методов измерений (МВИ) одного и того же назначения на идентичных образцах
μ	Истинное или принятое опорное значение измеряемой величины (характеристики)
<i>v</i>	Число степеней свободы
<i>p</i>	Поддающееся обнаружению соотношение между стандартными отклонениями повторяемости (сходимости) для методов В и А
σ	Истинное (действительное) значение стандартного отклонения
τ	Составляющая результата измерений, представляющая изменение, обусловленное временем, прошедшим с момента последней калибровки
ϕ	Поддающееся обнаружению соотношение между квадратными корнями из межлабораторных средних квадратов для методов В и А
$\chi_p^2 (v)$	p -квантиль χ^2 -распределения с v степенями свободы

Символы, используемые в качестве подстрочных индексов

<i>C</i>	Различие, определяемое калибровкой
<i>E</i>	Различие, определяемое оборудованием
<i>i</i>	Идентификатор для конкретной лаборатории
<i>I()</i>	Идентификатор для промежуточных мер прецизионности; в скобках — идентификация типа промежуточной ситуации
<i>j</i>	Идентификатор для уровня (ГОСТ Р ИСО 5725-2) Идентификатор для группы испытаний или для фактора (ГОСТ Р ИСО 5725-3)

<i>k</i>	Идентификатор для конкретного результата испытаний в лаборатории <i>i</i> на уровне <i>j</i>
<i>L</i>	Межлабораторный
<i>m</i>	Идентификатор для поддающейся обнаружению систематической погрешности
<i>M</i>	Различие, обусловленное неидентичностью проб (образцов)
<i>O</i>	Различие, определяемое сменой оператора
<i>P</i>	Вероятность
<i>r</i>	Повторяемость
<i>R</i>	Воспроизводимость
<i>T</i>	Различие, обусловленное периодом (временем), в течение которого проводят измерения или оценочный эксперимент
<i>W</i>	Внутрилабораторный
1, 2, 3 . . .	Для результатов измерений, нумеруемых в порядке их получения
(1), (2), (3) . . .	Для результатов измерений (испытаний), нумеруемых в порядке возрастания измеряемой величины

ПРИЛОЖЕНИЕ В

(справочное)

Примеры статистического анализа экспериментов по оценке прецизионности

В.1 Пример 1. Определение содержания серы в угле (несколько уровней без недостающих данных и без выбросов)

В.1.1 Общие положения

а) Метод измерений

Определение содержания серы в угле (результаты измерений выражают в процентах по массе).

б) Источник

Tomkins, S.S: Industrial and Engineering Chemistry (Analytical edition), 14, 1942, pp 141-145 [4].

в) Описание

В эксперименте принимали участие восемь лабораторий, которые провели анализ в соответствии со стандартным методом измерений, описанным в приведенном выше источнике [4]. Лаборатория № 1 сообщила о четырех результатах анализа, а лаборатория № 5 — о четырех или пяти; остальные лаборатории выполнили по три измерения.

г) Графическое представление

Обычно для графического представления данных используют статистики Манделя *h* и *k*, однако из-за того, что в данном примере они недостаточно иллюстративны, статистики были заменены диаграммами других типов. Диаграммы Манделя полностью проиллюстрированы и рассмотрены в примере В.3.

В.1.2 Исходные данные

Исходные данные представлены в процентах по массе [%(*m/m*)] в таблице В.1, выполненной по форме А рисунка 2 (см. 7.2.8), и не вызывают особых замечаний.

Графические представления этих данных даны на рисунках В.1 — В.4.

Т а б л и ц а В.1 — Исходные данные. Содержание серы в угле, в процентах по массе

Номер лаборатории <i>i</i>	Уровень <i>j</i>			
	1	2	3	4
1	0,71	1,20	1,68	3,26
	0,71	1,18	1,70	3,26
	0,70	1,23	1,68	3,20
	0,71	1,21	1,69	3,24
2	0,69	1,22	1,64	3,20
	0,67	1,21	1,64	3,20
	0,68	1,22	1,65	3,20

Окончание таблицы В.1

Номер лаборатории <i>i</i>	Уровень <i>j</i>			
	1	2	3	4
3	0,66	1,28	1,61	3,37
	0,65	1,31	1,61	3,36
	0,69	1,30	1,62	3,38
4	0,67	1,23	1,68	3,16
	0,65	1,18	1,66	3,22
	0,66	1,20	1,66	3,23
5	0,70	1,31	1,64	3,20
	0,69	1,22	1,67	3,19
	0,66	1,22	1,60	3,18
	0,71	1,24	1,66	3,27
	0,69	—	1,68	3,24
6	0,73	1,39	1,70	3,27
	0,74	1,36	1,73	3,31
	0,73	1,37	1,73	3,29
7	0,71	1,20	1,69	3,27
	0,71	1,26	1,70	3,24
	0,69	1,26	1,68	3,23
8	0,70	1,24	1,67	3,25
	0,65	1,22	1,68	3,25
	0,68	1,30	1,67	3,26

Примечание 8 — В эксперименте, результаты которого представлены в таблице В.1, лаборатории не инструктировались относительно необходимого числа измерений; указывалось только минимальное число (равное трем для каждого базового элемента). Согласно рекомендованной процедуре, изложенной в настоящем стандарте, для лабораторий № 1 и № 5, представивших большее число результатов, должен быть произведен случайный отбор трех из них. Однако чтобы проиллюстрировать процедуру расчета для разного количества результатов измерений в базовых элементах, в этом примере все результаты были сохранены. Читатель сам может произвести случайный отбор с целью уменьшения количества результатов измерений до трех в каждом базовом элементе и убедиться, что в данном случае такое изменение процедуры оказывает относительно малое влияние на значения \hat{m}_j , s_r и s_R .

В.1.3 Расчет средних значений для базовых элементов (\bar{y}_{ij})

Средние значения для базовых элементов представлены в процентах по массе [% (m/m)] в таблице В.2, выполненной по форме В рисунка 2 (см. 7.2.9).

В.1.4 Расчет стандартных отклонений (s_{ij})

Стандартные отклонения представлены в процентах по массе [% (m/m)] в таблице В.3, выполненной по форме В рисунка 2 (см. 7.2.10).

В.1.5 Проверка на совместимость и наличие выбросов

При $n = 3$ и числе лабораторий $p = 8$ критические значения для критерия Кохрена равны 0,516 для 5% и 0,615 для 1%.

Для уровня 1 наибольшее значение s имеет место в лаборатории № 8; при этом $\Sigma s^2 = 0,001\ 82$; тестовая статистика = 0,347.

Для уровня 2 наибольшее значение s имеет место в лаборатории № 5; при этом $\Sigma s^2 = 0,006\ 36$; тестовая статистика = 0,287.

Для уровня 3 наибольшее значение s имеет место в лаборатории № 5; при этом $\Sigma s^2 = 0,001\ 72$; тестовая статистика = 0,598.

Для уровня 4 наибольшее значение s имеет место в лаборатории № 4; при этом $\Sigma s^2 = 0,004\ 63$; тестовая статистика = 0,310.

Т а б л и ц а В.2 — Средние значения в базовых элементах. Содержание серы в угле, в процентах по массе

Номер лаборатории i	Уровень j							
	1		2		3		4	
	\bar{y}_{ij}	n_{ij}	\bar{y}_{ij}	n_{ij}	\bar{y}_{ij}	n_{ij}	\bar{y}_{ij}	n_{ij}
1	0,708	4	1,205	4	1,688	4	3,240	4
2	0,680	3	1,217	3	1,643	3	3,200	3
3	0,667	3	1,297	3	1,613	3	3,370	3
4	0,660	3	1,203	3	1,667	3	3,203	3
5	0,690	5	1,248	4	1,650	5	3,216	5
6	0,733	3	1,373	3	1,720	3	3,290	3
7	0,703	3	1,240	3	1,690	3	3,247	3
8	0,677	3	1,253	3	1,673	3	3,257	3

Т а б л и ц а В.3 — Стандартные отклонения: Содержание серы в угле, в процентах по массе

Номер лаборатории i	Уровень j							
	1		2		3		4	
	s_{ij}	n_{ij}	s_{ij}	n_{ij}	s_{ij}	n_{ij}	s_{ij}	n_{ij}
1	0,005	4	0,021	4	0,010	4	0,028	4
2	0,010	3	0,006	3	0,006	3	0,000	3
3	0,021	3	0,015	3	0,006	3	0,010	3
4	0,010	3	0,025	3	0,012	3	0,038	3
5	0,019	5	0,043	4	0,032	5	0,038	5
6	0,006	3	0,015	3	0,017	3	0,020	3
7	0,012	3	0,035	3	0,010	3	0,021	3
8	0,025	3	0,042	3	0,006	3	0,006	3

Полученные результаты означают, что один базовый элемент на уровне 3 можно считать квазивыбросом и что выбросов нет. Квазивыброс сохраняют в последующих расчетах.

Применение критерия Граббса к средним значениям базовых элементов дало результаты, представленные в таблице В.4. В данном случае нет единичных квазивыбросов или выбросов. На уровнях 2 и 4 высокие результаты для лабораторий № 3 и № 6 согласно тестовой статистике для двух пиков представляют собой квазивыбросы; они были сохранены в анализе.

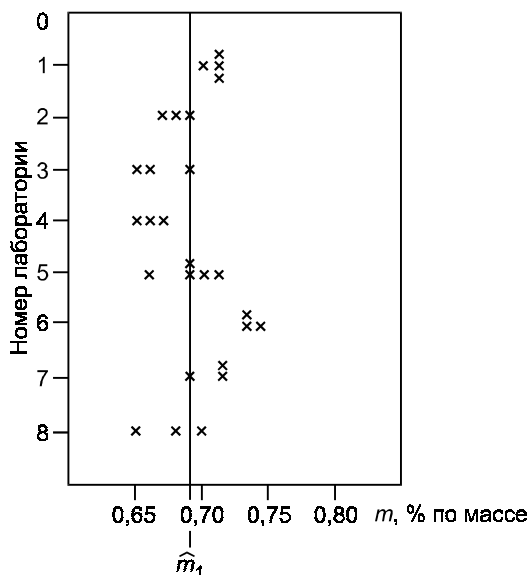


Рисунок В.1 — Содержание серы в угле, уровень (образец) 1

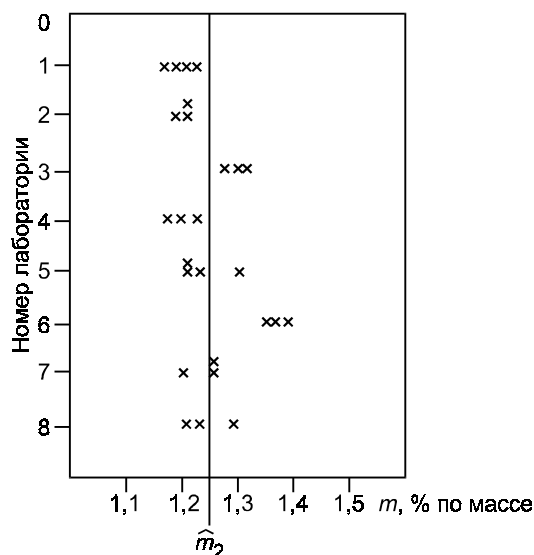


Рисунок В.2 — Содержание серы в угле, уровень (образец) 2

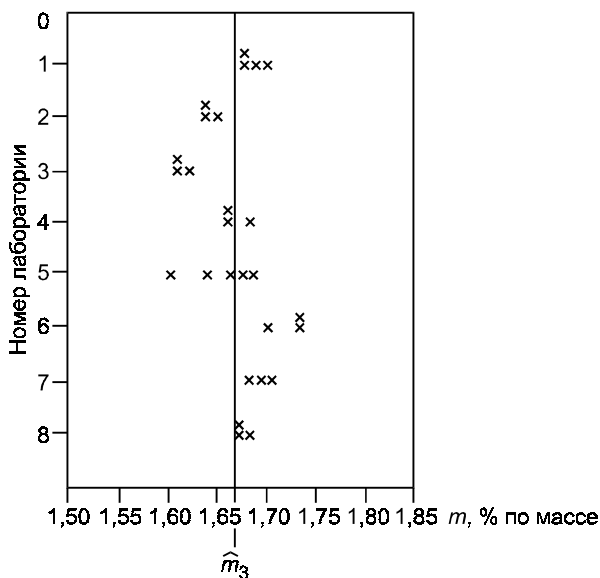


Рисунок В.3 — Содержание серы в угле, уровень (образец) 3

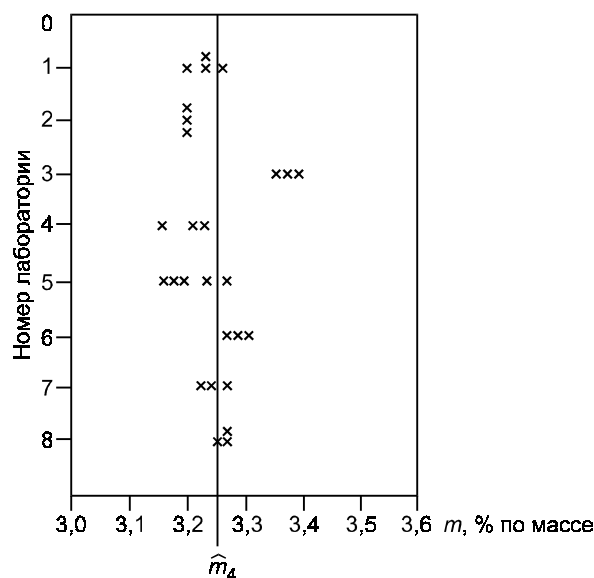


Рисунок В.4 — Содержание серы в угле, уровень (образец) 4

В.1.6 Расчет \hat{m}_j , s_{Rj} и s_{Rj}

Дисперсии, аналитическое представление которых дано в 7.4.4 и 7.4.5, рассчитывают нижеследующим образом, с использованием уровня 1 в качестве примера.

Количество лабораторий $p = 8$

$$T_1 = \sum n_i \bar{y}_i = 18,642.$$

$$T_2 = \sum n_i (\bar{y}_i)^2 = 12,883 7.$$

$$T_3 = \sum n_i = 27.$$

$$T_4 = \sum n_i^2 = 95.$$

$$T_5 = \sum (n_i - 1) s_i^2 = 0,004 411.$$

$$s_z^2 = \frac{T_5}{T_3 - p} = 0,000 232 2.$$

$$s_L^2 = \left[\frac{T_2 T_3 - T_1^2}{T_3 (p - 1)} - s_r^2 \right] \left[\frac{T_3 (p - 1)}{T_3^2 - T_4} \right] = 0,000 460 3.$$

$$s_R^2 = s_L^2 + s_r^2 = 0,000 692 5.$$

$$\hat{m} = \frac{T_1}{T_3} = 0,690 44.$$

$$s_r = 0,015 24.$$

$$s_R = 0,026 32.$$

Расчеты для уровней 2, 3 и 4 могут быть выполнены аналогичным образом, что приведет к результатам, представленным в таблице В.5.

В.1.7 Зависимость прецизионности от m

Рассмотрение данных, содержащихся в таблице В.5, не обнаруживает какой-либо зависимости, и поэтому

в качестве показателей прецизионности могут быть использованы средние значения стандартных отклонений s_{rj} и s_{Rj} .

В.1.8 Выводы

Меры прецизионности для данного метода измерений, выраженные в процентах по массе, имеют следующие значения:

- стандартное отклонение повторяемости $s_r = 0,022$;
- стандартное отклонение воспроизводимости $s_R = 0,045$.

Т а б л и ц а В.4 — Применение критерия Граббса к средним значениям в базовых элементах

Уровень	Одиночный нижний	Одиночный верхний	Двойной нижний	Двойной верхний	Значения
1	1,24	1,80	0,539	0,298	Значения статистики Граббса
2	0,91	2,09	0,699	0,108	
3	1,67	1,58	0,378	0,459	
4	0,94	2,09	0,679	0,132	
Квазивыбросы	2,126	2,126	0,110 1	0,110 1	Критические значения Граббса
Выбросы	2,274	2,274	0,056 3	0,056 3	

Т а б л и ц а В.5 — Расчетные значения \hat{m}_j , s_{rj} и s_{Rj} для содержания серы в угле, в процентах по массе

Уровень j	p_j	\hat{m}_j	s_{rj}	s_{Rj}
1	8	0,690	0,015	0,026
2	8	1,252	0,029	0,061
3	8	1,667	0,017	0,035
4	8	3,250	0,025	0,058

Данные значения стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости могут быть применены в диапазоне содержания серы 0,69—3,25 % по массе. Они были определены на основании эксперимента с однородными уровнями, в котором участвовало восемь лабораторий, представивших результаты в этом диапазоне, в которых были обнаружены и сохранены четыре квазивыброса.

В.2 Пример 2. Точка размягчения смолы (несколько уровней с недостающими данными)

В.2.1 Общие положения

а) Метод измерений

Определение точки размягчения смолы при помощи кольца и шарика.

б) Источник

Стандартные методы испытаний дегтя и аналогичных продуктов.

Раздел «Смолы». Метод серии РТЗ с использованием нейтрального глицерина [5].

в) Материал

Материал был отобран из промышленных партий смолы, собран и подготовлен согласно указаниям, приведенным в части «Пробы» раздела «Смолы» [5].

г) Описание

При определении точки размягчения смолы измерения температуры производились в градусах Цельсия. В эксперименте участвовало 16 лабораторий. С целью охватить стандартный набор технических смол, предполагалось произвести измерения на четырех образцах (уровнях), имеющих точки размягчения вблизи 87,5, 92,5, 97,5 и 102,5 °С. Однако для уровня 2 был выбран не соответствующий требованиям материал со средней температурой размягчения около 96 °С, который скорее соответствовал уровню 3. Лаборатория № 5 вначале неправильно провела анализ пробы для уровня 2 (эта проба измерялась первой), в результате чего у нее осталось недостаточно материала для выполнения еще одного измерения на этом уровне. Лаборатория № 8 обнаружила, что у нее вообще нет образца для уровня 1 (она располагала двумя образцами для уровня 4).

е) Графические изображения

Статистики Мандела h и k должны были быть представлены на диаграмме, но снова в этом примере они не использовались и были заменены другим типом графического представления данных. Диаграммы Мандела полностью проиллюстрированы и рассмотрены в примере, приведенном в В.3.

В.2.2 Исходные данные

Исходные данные представлены в градусах Цельсия в таблице В.6, выполненной по форме А рисунка 2 (см. 7.2.8).

В.2.3 Средние значения для базовых элементов

Средние значения для базовых элементов представлены в градусах Цельсия в таблице В.7, выполненной по форме В рисунка 2 (см. 7.2.9).

Графическое изображение этих данных представлено на рисунке В.5.

Таблица В.6 — Исходные данные. Точка размягчения смолы, °С

Номер лаборатории <i>i</i>	Уровень <i>j</i>			
	1	2	3	4
1	91,0 89,6	97,0 97,2	96,5 97,0	104,0 104,0
2	89,7 89,8	98,5 97,2	97,2 97,0	102,6 103,6
3	88,0 87,5	97,8 94,5	94,2 95,8	103,0 99,5
4	89,2 88,5	96,8 97,5	96,0 98,0	102,5 103,5
5	89,0 90,0	97,2 —	98,2 98,5	101,0 100,2
6	88,5 90,5	97,8 97,2	99,5 103,2	102,2 102,0
7	88,9 88,2	96,6 97,5	98,2 99,0	102,8 102,2
8	— —	96,0 97,5	98,4 97,4	102,6 103,9
9	90,1 88,4	95,5 96,8	98,2 96,7	102,8 102,0
10	86,0 85,8	95,2 95,0	94,8 93,0	99,8 100,8
11	87,6 84,4	93,2 93,4	93,6 93,9	98,2 97,8
12	88,2 87,4	95,8 95,4	95,8 95,4	101,7 101,2
13	91,0 90,4	98,2 99,5	98,0 97,0	104,5 105,6
14	87,5 87,8	97,0 95,5	97,1 96,6	105,2 101,8
15	87,5 87,6	95,0 95,2	97,8 99,2	101,5 100,9
16	88,8 85,0	95,0 93,2	97,2 97,8	99,5 99,8
Примечание — Очевидных квазивыбросов или статистических выбросов нет.				

В.2.4 Абсолютные расхождения в базовых элементах

В данном примере в каждом базовом элементе имеются два результата измерений, и для характеристики их различий могут быть использованы абсолютные расхождения, представленные в таблице В.8, выполненной по форме В рисунка 2 (см. 7.2.10).

Графическое изображение этих данных представлено на рисунке В.6.

Т а б л и ц а В.7 — Средние значения для базовых элементов. Точка размягчения смолы, °С

Номер лаборатории <i>i</i>	Уровень <i>j</i>			
	1	2	3	4
1	90,30	97,10	96,75	104,00
2	89,75	97,85	97,10	103,10
3	87,75	96,15	95,00	101,25
4	88,85	97,15	97,00	103,00
5	89,50	—	98,35	100,60
6	89,50	97,50	101,35	102,10
7	88,55	97,05	98,60	102,50
8	—	96,75	97,90	103,25
9	89,25	96,15	97,45	102,40
10	85,90	95,10	93,90	100,30
11	86,00	93,30	93,75	98,00
12	87,80	95,60	95,60	101,45
13	90,70	98,85	97,50	105,05
14	87,65	96,25	96,85	103,50
15	87,55	95,10	98,50	101,20
16	86,90	94,10	97,50	99,65

Пр и м е ч а н и е — Результат для $i = 5, j = 2$ был исключен (см. 7.4.3).

Т а б л и ц а В.8 — Абсолютные расхождения в базовых элементах. Точка размягчения смолы, °С

Номер лаборатории <i>i</i>	Уровень <i>j</i>			
	1	2	3	4
1	1,4	0,2	0,5	0,0
2	0,1	1,3	0,2	1,0
3	0,5	3,3	1,6	3,5
4	0,7	0,7	2,0	1,0
5	1,0	—	0,3	0,8
6	2,0	0,6	3,7	0,2
7	0,7	0,9	0,8	0,6
8	—	1,5	1,0	1,3
9	1,7	1,3	1,5	0,8
10	0,2	0,2	1,8	1,0
11	3,2	0,2	0,3	0,4
12	0,8	0,4	0,4	0,5
13	0,6	1,3	1,0	1,1
14	0,3	1,5	0,5	3,4
15	0,1	0,2	1,4	0,6
16	3,8	1,8	0,6	0,3

В.2.5 Проверка на совместимость и наличие выбросов

Применение критерия Кохрена дает значения статистики C , представленные в таблице В.9.

Критические значения (см. 8.1) на уровне 5%-ной значимости при $n = 2$ составляют 0,471 для $p = 15$ и 0,452 для $p = 16$. Никаких квазивыбросов не отмечено.

При применении к средним значениям в базовых элементах критериев Граббса не было обнаружено ни единичных, ни двойных квазивыбросов или выбросов (см. таблицу В.10).

В.2.6 Расчет \hat{m}_j , s_{Rj} и s_{Rj}

Эти величины рассчитаны в соответствии с 7.4.4 и 7.4.5.

Для уровня 1, используемого в качестве примера, и $n=2$ расчеты выглядят следующим образом (с целью облегчения арифметических действий из всех данных вычтено 80,00).

Количество лабораторий $p = 15$.

Количество параллельных определений $n = 2$.

$$T_1 = \sum \bar{y}_i = 125,950 0.$$

$$T_2 = \sum (\bar{y}_i)^2 = 1 087,977 5.$$

$$T_3 = \sum (y_{i1} - y_{i2})^2 = 36,910 0.$$

$$s_r^2 = \frac{T_3}{2p} = 1,2303.$$

$$s_L^2 = \left[\frac{pT_2 - T_1^2}{p(p-1)} \right] - \frac{s_r^2}{2} = 1,557 5.$$

$$s_R^2 = s_L^2 + s_r^2 = 2,787 8.$$

$$\hat{m} = \frac{T_1}{p} \text{ (плюс } 80,00) = 88,396 6.$$

$$s_r = 1,109 2.$$

$$s_R = 1,669 7.$$

Значения для всех четырех уровней (образцов) представлены в таблице В.11.

Т а б л и ц а В.9 — Значения статистики Кохрена C

Уровень j	1	2	3	4
C	0,391 (15)	0,424 (15)	0,434 (16)	0,380 (16)
Пр и м е ч а н и е — В скобках приведено количество лабораторий.				

Т а б л и ц а В.10 — Применение критерия Граббса для анализа средних значений в базовых элементах

Уровень n	Одиночный нижний	Одиночный верхний	Двойной нижний	Двойной верхний	Значения
1; 15	1,69	1,56	0,546	0,662	Значения статистики Граббса
2; 15	2,04	1,77	0,478	0,646	
3; 16	1,76	2,27	0,548	0,566	
4; 16	2,22	1,74	0,500	0,672	
Квазивыбросы					Критические значения Граббса
$n = 15$	2,549	2,549	0,336 7	0,336 7	
$n = 16$	2,585	2,585	0,360 3	0,360 3	
Выбросы					
$n = 15$	2,806	2,806	0,253 0	0,253 0	
$n = 16$	2,852	2,652	0,276 7	0,276 7	

Т а б л и ц а В.11 — Расчетные значения \hat{m}_j , s_{rj} и s_{Rj} для точки размягчения смолы

Уровень j	p_i	$\hat{m}_j, ^\circ\text{C}$	s_{rj}	s_{Rj}
1	15	88,40	1,109	1,670
2	15	96,27	0,925	1,597
3	16	97,07	0,993	2,010
4	16	101,96	1,004	1,915

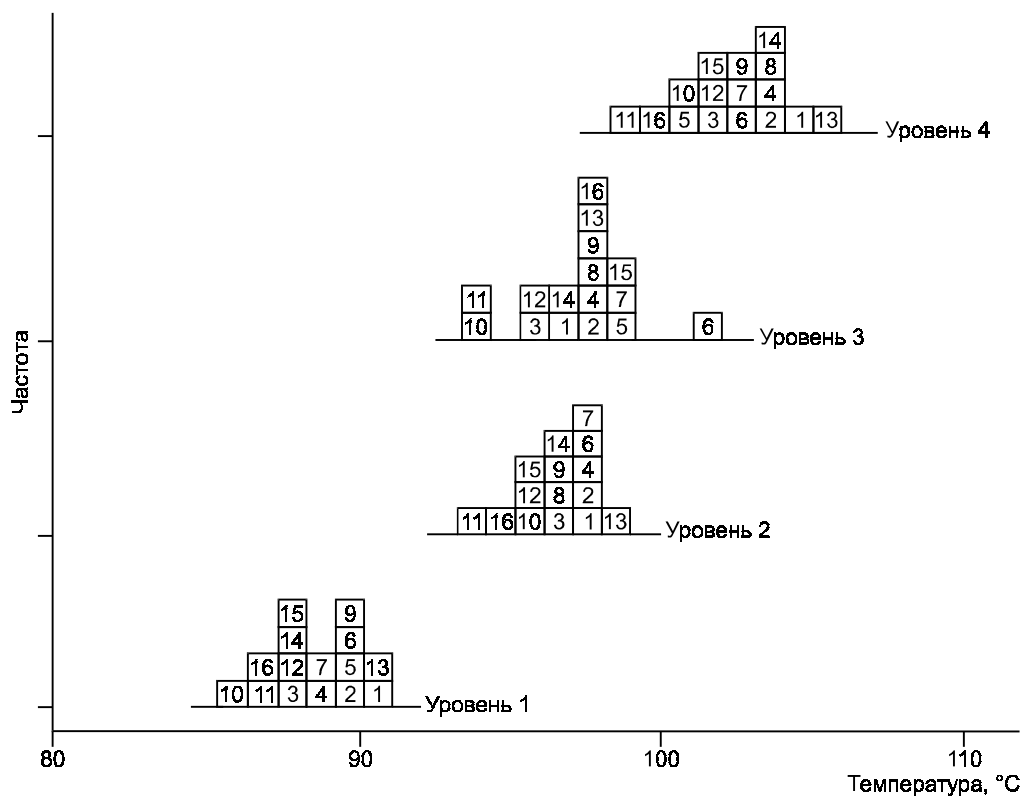


Рисунок В.5 — Точка размягчения смолы. Средние значения в базовых элементах

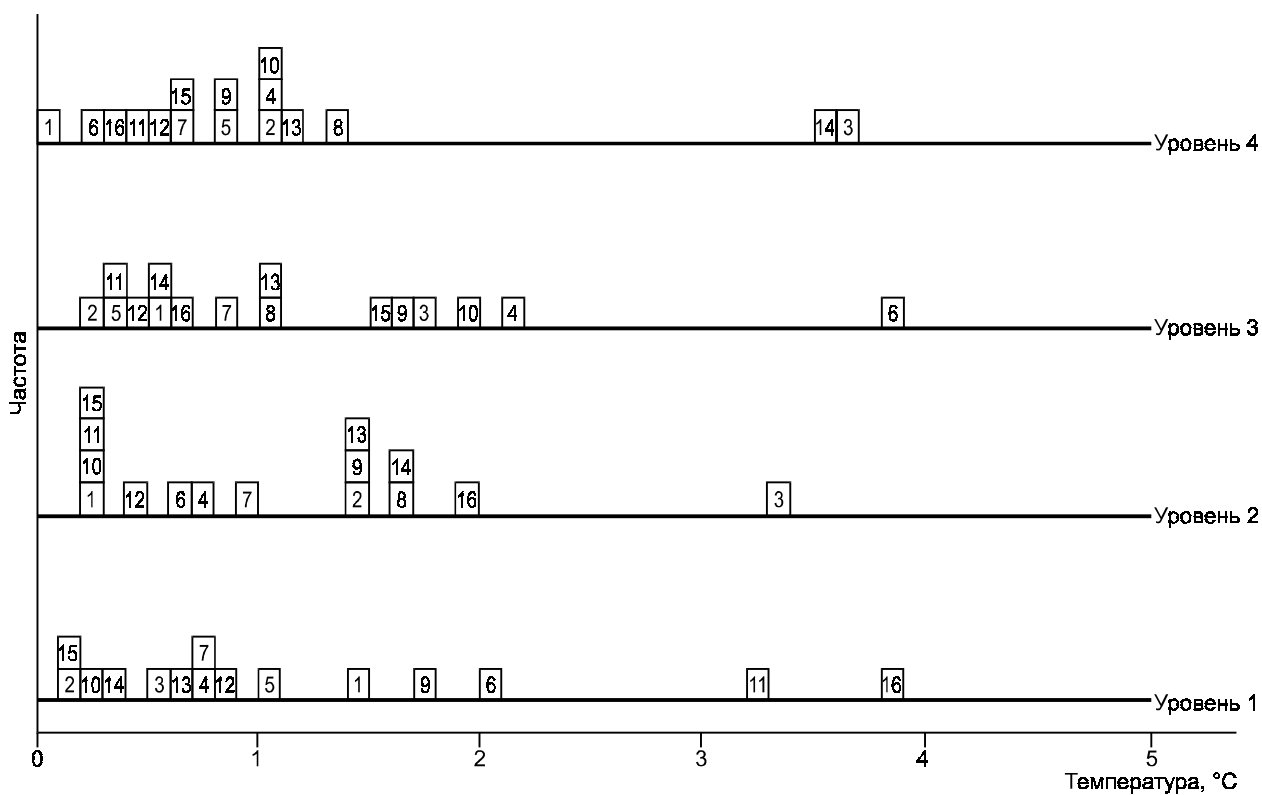


Рисунок В.6 — Точка размягчения смолы. Абсолютные расхождения в базовых элементах

В.2.7 Зависимость прецизионности от m

При рассмотрении таблицы В.11 не обнаружено какой-либо явной зависимости. Изменения по диапазону значений m , если таковые вообще имеются, слишком малы, чтобы их считать существенными. Более того, ввиду малого диапазона значений m и характера измерений, наличие зависимости от m едва ли можно ожидать. Представляется оправданным вывод, что прецизионность в данном диапазоне, который был выбран как охватывающий материал стандартного типа, не зависит от m ; поэтому в качестве окончательных значений для стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости могут приниматься средние значения по уровням.

В.2.8 Выводы

Для практического применения данного метода измерений значения прецизионности могут считаться не зависящими от уровня материала (от значения измеряемой величины) и составляют:

- стандартное отклонение повторяемости $s_r = 1,0$ °С
- стандартное отклонение воспроизводимости $s_R = 1,8$ °С.

В.3 Пример 3 — Термометрическое титрование креозотового масла (несколько уровней с выбросами)**В.3.1 Общие положения****а) Источник**

Стандартные методы испытаний гудрона и аналогичных продуктов. Раздел «Креозотовое масло» [5].

б) Материал

Материал был отобран от промышленных партий креозотового масла, собран и подготовлен в соответствии с указаниями части «Пробы» раздела «Креозотовое масло» [5].

в) Описание

Экспериментальному изучению подвергся стандартный метод количественного химического анализа, предусматривающий термометрическое титрование с выражением результатов измерений в процентах по массе. В измерениях принимали участие девять лабораторий, использовавших по пять образцов в двух экземплярах (дубликатах) каждый. Образцы отбирались таким образом, чтобы охватить стандартный диапазон, характерный для общепромышленного применения, а именно — чтобы образцы приблизительно соответствовали уровням 4, 8, 12, 16 и 20 (в процентах по массе). Общепринятая практика предусматривает регистрацию результатов измерений только до одного десятичного знака, однако в данном эксперименте операторам было дано указание регистрировать результаты измерений до двух десятичных знаков.

В.3.2 Исходные данные

Исходные данные представлены в процентах по массе в таблице В.12, выполненной по форме А рисунка 2 (см. 7.2.8).

Результаты измерений лаборатории № 1 были всегда выше, а на некоторых уровнях существенно выше по сравнению с результатами измерений других лабораторий.

Второй результат измерений лаборатории № 6 на уровне 5 сомнителен; зарегистрированное значение гораздо лучше подошло бы к уровню 4.

Эти вопросы подробнее рассматривают в В.3.5.

В.3.3 Средние значения для базовых элементов

Средние значения для базовых элементов представлены в процентах по массе в таблице В.13, выполненной по форме В рисунка 2 (см. 7.2.9).

В.3.4 Абсолютные расхождения в базовых элементах

Абсолютные расхождения w_{ij} представлены в процентах по массе в таблице В.14, выполненной по форме С рисунка 2 (см. 7.2.10).

Таблица В.12 — Исходные данные. Термометрическое титрование креозотового масла, в процентах по массе

Номер лаборатории i	Уровень j				
	1	2	3	4	5
1	4,44 4,39	9,34 9,34	17,40 16,90	19,23 19,23	24,28 24,00
2	4,03 4,23	8,42 8,33	14,42 14,50	16,06 16,22	20,40 19,91
3	3,70 3,70	7,60 7,40	13,60 13,60	14,50 15,10	19,30 19,70
4	4,10 4,10	8,93 8,80	14,60 14,20	15,60 15,50	20,30 20,30
5	3,97 4,04	7,89 8,12	13,73 13,92	15,54 15,78	20,53 20,88
6	3,75 4,03	8,76 9,24	13,90 14,06	16,42 16,58	18,56 16,58
7	3,70 3,80	8,00 8,30	14,10 14,20	14,90 16,00	19,70 20,50
8	3,91 3,90	8,04 8,07	14,84 14,84	15,41 15,22	21,10 20,78
9	4,02 4,07	8,44 8,17	14,24 14,10	15,14 15,44	20,71 21,66

Таблица В.13 — Средние значения для базовых элементов: Термометрическое титрование креозотового масла, в процентах по массе

Номер лаборатории <i>i</i>	Уровень <i>j</i>				
	1	2	3	4	5
1	4,415	9,340	17,150**	19,230**	24,140*
2	4,130	8,375	14,460	16,140	20,155
3	3,700	7,500	13,600	14,800	19,500
4	4,100	8,865	14,400	15,550	20,300
5	4,005	8,005	13,825	15,660	20,705
6	3,890	9,000	13,980	16,500	17,570
7	3,750	8,150	14,150	15,450	20,100
8	3,905	8,055	14,840	15,315	20,940
9	4,045	8,305	14,170	15,290	21,185

*Рассматривают как квазивыброс.
**Рассматривают как статистический выброс.

В.3.5 Проверка на совместимость и наличие выбросов

Расчет статистик совместимости Манделя *h* и *k* (см. 7.3.1) дал значения, представленные на рисунках В.7 и В.8. Горизонтальные линии на диаграммах соответствуют значениям индикаторов Манделя, взятым из 8.3.

Диаграмма для *h* (рисунок В.7) недвусмысленно указывает на то, что лаборатория № 1 получала гораздо большие значения по сравнению со всеми остальными лабораториями на всех уровнях. Такие результаты требуют внимания совета экспертов, руководящих этим межлабораторным экспериментом. Если для этих результатов измерений невозможно найти никаких объяснений, то специалисты должны вынести свое заключение, основанное на дополнительных или, может быть, нестатистических рассуждениях, и на этой основе решить, включать или не включать данные этой лаборатории в расчеты значений прецизионности.

Диаграмма для *k* (рисунок В.8) демонстрирует, в первую очередь, значительные расхождения между параллельными определениями в лабораториях № 6 и № 7. Тем не менее эти результаты не представляются настолько существенными, чтобы требовать принятия каких-то особых мер, помимо поиска возможных объяснений, и, в случае необходимости, — корректирующих действий в лабораториях.

Применение критерия Кохрена приводит к следующим результатам (см. таблицу В.14).

На уровне 4 абсолютное расхождение 1,10 (лаборатория № 7) приводит к значению статистики Кохрена, составляющему $1,10^2 / 1,8149 = 0,667$.

На уровне 5 абсолютное расхождение 1,98 (лаборатория № 6) приводит к значению статистики Кохрена, составляющему $1,98^2 / 6,1663 = 0,636$.

Для девяти лабораторий критические значения для критерия Кохрена составляют 0,638 для 5% и 0,754 для 1%.

Значение 1,10 на уровне 4 явно представляет собой квазивыброс, а значение 1,98 на уровне 5 настолько близко к 5%-ному уровню, что также может быть возможным квазивыбросом. Поскольку два этих значения существенно отличаются от всех остальных и их присутствие значительно увеличивает делитель в статистике Кохрена, они оба были отнесены к квазивыбросам и помечены звездочкой. Для их исключения нет достаточных оснований, несмотря на то, что диаграмма Манделя *k* (рисунок В.8) также дает повод усомниться в этих значениях.

Применение критериев Граббса к средним значениям в базовых элементах дает результаты, представленные в таблице В.15.

Поскольку использование критерия Граббса для одного предельного значения указывает на выбросы на уровнях 3 и 4, для двух предельных значений критерий Граббса на этих уровнях не применялся (см. 7.3.4).

Средние значения в базовых элементах на уровнях 3 и 4 для данных лаборатории № 1 определены как выбросы. Среднее значение в базовом элементе этой лаборатории на уровне 5 также высоко. Это явно видно и из диаграммы Манделя для *h* (рисунок В.7).

При дальнейшем исследовании оказалось, что по крайней мере одна из проб для уровня 5 в лаборатории № 6 могла быть ошибочно отнесена к уровню 5 с уровня 4. Поскольку абсолютное расхождение для данного базового элемента также было сомнительным, было принято решение, что данную пару результатов измерений тоже можно исключить. Без данной пары значений результат измерений для лаборатории № 1 на уровне 5 тем более является сомнительным.

Таблица В.14 — Абсолютные расхождения в базовых элементах. Термометрическое титрование креозотового масла

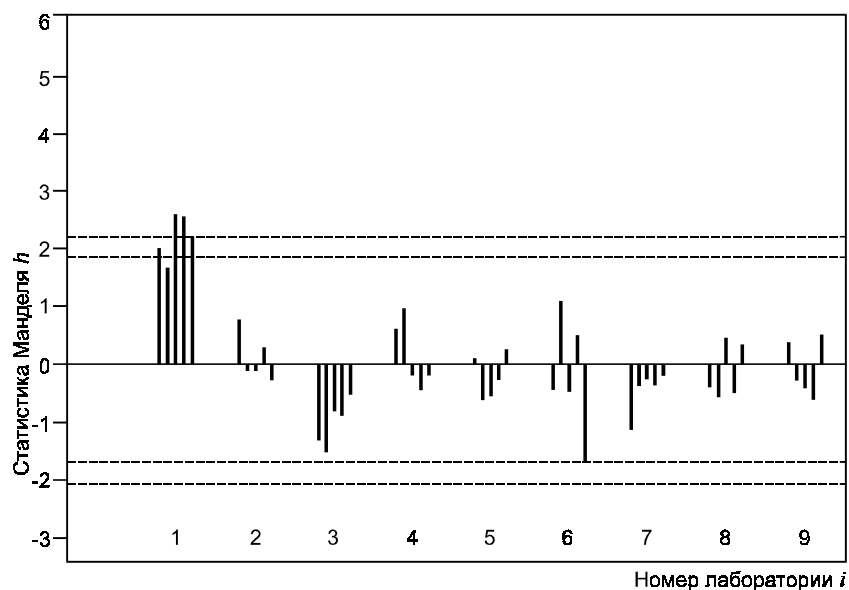
Номер лаборатории i	Уровень j				
	1	2	3	4	5
1	0,05	0,00	0,50	0,00	0,28
2	0,20	0,09	0,08	0,16	0,49
3	0,00	0,20	0,00	0,60	0,40
4	0,00	0,13	0,40	0,10	0,00
5	0,07	0,23	0,19	0,24	0,35
6	0,28	0,48	0,16	0,16	1,98*
7	0,10	0,30	0,10	1,10*	0,80
8	0,01	0,03	0,00	0,19	0,32
9	0,05	0,27	0,14	0,30	0,95

*Рассматривают как квазивыброс.

По изложенным причинам было решено исключить пару результатов измерений лаборатории № 6 для уровня 5, так как было неясно, какая проба материала анализировалась, и исключить все результаты измерений от лаборатории № 1 как исходящие от выпадающей лаборатории. Без учета исключенных результатов измерений статистика Кохрена на уровне 4 была сопоставлена с критическим значением для восьми лабораторий (0,680 при 5%), в результате чего соответствующие данные для уровня 4 уже не приводили к квазивыбросу и были сохранены.

Таблица В.15 — Применение критерия Граббса к средним значениям в базовых элементах

Уровень	Одиночный нижний	Одиночный верхний	Двойной нижний	Двойной верхний	Значения
1	1,36	1,95	0,502	0,356	Значения статистики Граббса
2	1,57	1,64	0,540	0,395	
3	0,86	2,50	—	—	
4	0,91	2,47	—	—	
5	1,70	2,10	0,501	0,318	
Квазивыбросы	2,215	2,215	0,149 2	0,149 2	Критические значения Граббса
Выбросы	2,387	2,387	0,085 1	0,085 1	

Рисунок В.7 — Титрование креозотового масла. Значения статистики межлабораторной совместимости Мандела h , сгруппированные по лабораториям

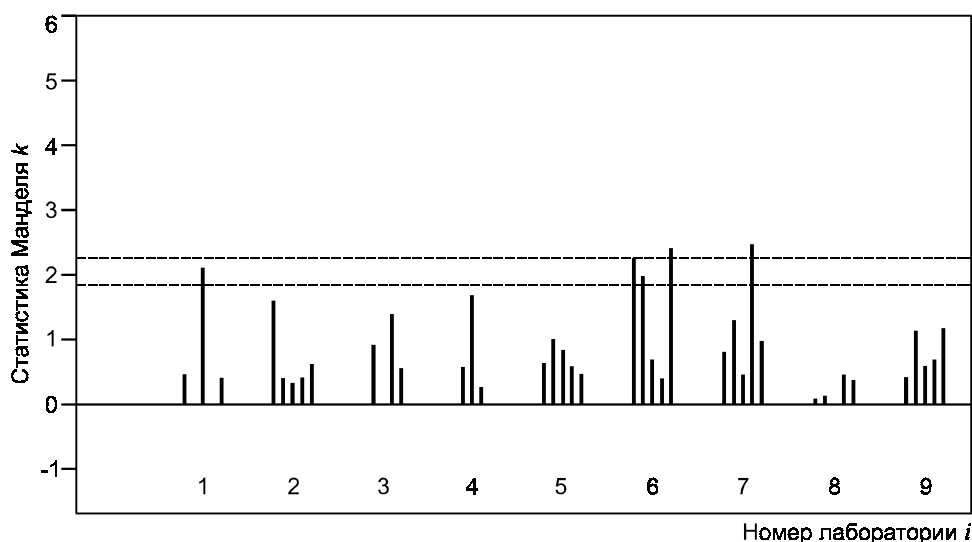


Рисунок В.8 — Титрование креозотового масла. Значения статистики внутрилабораторной совместимости Манделя k , сгруппированные по лабораториям

В.3.6 Расчет \hat{m}_j , s_{Rj} и s_{Rj} .

Значения \hat{m}_j , s_{Rj} и s_{Rj} рассчитанные без учета данных лаборатории № 1 и пары результатов измерений лаборатории № 6 на уровне 5, представлены в таблице В.16, выраженные в процентах по массе; при этом расчет производился в соответствии с 7.4.4 и 7.4.5.

В.3.7 Зависимость прецизионности от m

Из таблицы В.16 видно, что стандартные отклонения возрастают с повышением значений m , следовательно вполне вероятно, что может быть установлена некая форма функциональной зависимости.

Собственно расчеты по аппроксимации функциональной зависимости здесь не представлены, поскольку они уже были детально изложены для s_r в 7.5.9. Значения s_{Rj} и s_{Rj} приведены в виде графика функции, построенного по аргументу \hat{m}_j на рисунке В.9.

Из рисунка В.9 очевидно, что аппроксимирующие значения для уровня 3 в значительной степени отклоняются от значений, найденных из данных эксперимента, и что аппроксимация не может быть улучшена ни одной из альтернативных процедур (см. 7.5.2).

Для адекватной повторяемости представляется прямая линия, проходящая через начало координат.

Для воспроизводимости все три линии демонстрируют адекватное согласование с данными; наилучшее согласование обеспечивает зависимость III.

Любой специалист, знакомый с требованиями, предъявляемыми к стандартному методу измерений для креозотового масла, сможет выбрать наиболее подходящую зависимость.

В.3.8 Окончательные значения прецизионности

Окончательные значения прецизионности, округленные должным образом, следующие:

- стандартное отклонение повторяемости $s_r = 0,019m$;

- стандартное отклонение воспроизводимости $s_R = 0,086 + 0,030m$ или $s_R = 0,078m^{0,72}$.

В.3.9 Выводы

Нет никаких статистических оснований для того, чтобы отдать предпочтение какому-то одному из двух выражений для s_R в В.3.8. Решение, какое из них использовать, должно быть принято советом экспертов.

Необходимо найти причину выбросов результатов измерений лаборатории № 1.

Скорее всего описанный эксперимент по оценке прецизионности был неудовлетворительным. Одна из девяти лабораторий была признана выпадающей, а другая — провела измерения на неправильном образце. Проба материала для уровня 3 по-видимому была неверно отобрана, так как результаты ее анализа почти те же, что и результаты для уровня (пробы) 4, вместо того, чтобы располагаться посередине между уровнями 2 и 4. Более того, проба материала для уровня 3 в некоторой степени отличалась от других проб по структуре, будучи более однородной. Было бы полезно повторить данный эксперимент, уделив больше внимания отбору материалов для различных уровней (проб с различными значениями измеряемых характеристик).

Таблица В.16 — Расчетные значения \hat{m}_j , s_{rj} и s_{Rj} для термометрического титрования креозотового масла

Уровень j	p_j	\hat{m}_j	s_{rj}	s_{Rj}
1	8	3,94	0,092	0,171
2	8	8,28	0,179	0,498
3	8	14,18	0,127	0,400
4	8	15,59	0,337	0,579
5	7	20,41	0,393	0,637

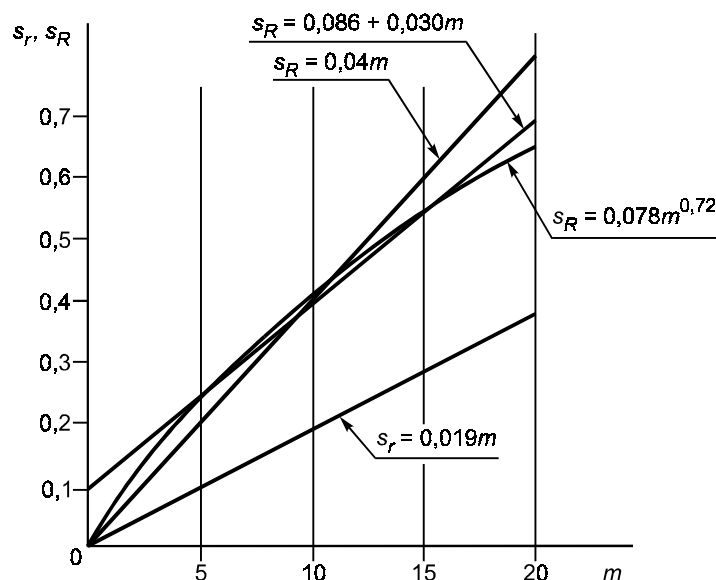


Рисунок В.9 — График функций s_{rj} и s_{Rj} по аргументу \hat{m}_j , представляющий функциональные зависимости, получаемые в соответствии с 7.5 на основании данных таблицы В.16

ПРИЛОЖЕНИЕ С
(справочное)

Библиография

- [1] ISO 3534-1:1993 Statistics-Vocabulary and symbols — Part1: Statistical methods. Terms and definitions
- [2] ASTM E691-87, Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, USA
- [3] GRUBBS, F.E. and BECK, G. Extension of sample sizes and percentage points for significance tests of outlying observations. Technometrics, 14, 1972, pp. 847-854
- [4] TOMKINS, S.S. Industrial and Engineering Chemistry (Analytical edition), 14, 1942, pp. 141-145
- [5] «Standard Methods for Testing Tar and its Products». 7th Ed. Standardisation of Tar Products Tests Committee, 1979
- [6] ISO 3534-2:1993 Statistics-Vocabulary and symbols — Part 2: Statistical quality control
- [7] ISO 3534-3:1985 Statistics-Vocabulary and symbols — Part 3: Design of experiments

Ключевые слова: измерение, испытания, метод измерений, стандартизация метода измерений, результаты измерений, результаты испытаний, точность, правильность, прецизионность, систематическая погрешность, повторяемость, воспроизводимость, случайная погрешность, эксперимент по оценке точности, альтернативный метод измерений, статистический анализ

Редактор *Т.С. Шашина*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 30.05.2002. Подписано в печать 26.06.2002. Усл. печ. л. 5,58.
Уч.-изд. л. 4,91. Тираж 740 экз. С 6253. Зак. 550.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

**ТОЧНОСТЬ
(ПРАВИЛЬНОСТЬ И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ)
МЕТОДОВ И РЕЗУЛЬТАТОВ
ИЗМЕРЕНИЙ**

Часть 3

**Промежуточные показатели прецизионности
стандартного метода измерений**

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» Госстандарта России (ВНИИМС), Всероссийским научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИСтандарт), Всероссийским научно-исследовательским институтом классификации, терминологии и информации по стандартизации и качеству (ВНИИКИ) Госстандарта России

ВНЕСЕН Управлением метрологии и Научно-техническим управлением Госстандарта России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 23 апреля 2002 г. № 161-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 5725-3:1994 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

Предисловие к государственным стандартам Российской Федерации ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002—ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 под общим заголовком «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений»	V
Предисловие к международному стандарту ИСО 5725.	VIII
Введение к международному стандарту ИСО 5725	IX
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	2
3 Определения	2
4 Общее требование	2
5 Основные факторы	2
6 Статистическая модель	3
6.1 Базовая модель	3
6.2 Общее среднее значение m	4
6.3 Составляющая B	4
6.4 Слагаемые $B_0, B_{(1)}, B_{(2)}$ и т.д.	5
6.5 Составляющая погрешности e	6
7 Выбор условий измерений	6
8 Внутрिलाбораторное исследование и анализ промежуточных показателей прецизионности	7
8.1 Простейший подход	7
8.2 Альтернативный метод	7
8.3 Влияние условий измерений на окончательный результат	8
9 Межлабораторное исследование и анализ промежуточных показателей прецизионности	8
9.1 Основные исходные положения	8
9.2 Простейший подход	9
9.3 Вложенные эксперименты	9
9.4 Полностью вложенный эксперимент	9
9.5 Ступенчато вложенный эксперимент	10
9.6 Распределение факторов в схеме вложенного эксперимента	10
9.7 Сопоставление схемы вложенного эксперимента со схемой, представленной в ГОСТ Р ИСО 5725-2	10
9.8 Сопоставление схем полностью вложенного и ступенчато вложенного экспериментов	11
Приложение А Условные обозначения и сокращения, используемые в ГОСТ Р ИСО 5725	11
Приложение В Анализ дисперсии для полностью вложенных экспериментов	13
В.1 Трехфакторный полностью вложенный эксперимент	13
В.2 Четырехфакторный полностью вложенный эксперимент	14
Приложение С Анализ дисперсии для ступенчато вложенных экспериментов.	15
С.1 Трехфакторный ступенчато вложенный эксперимент	15
С.2 Четырехфакторный ступенчато вложенный эксперимент	16
С.3 Пятифакторный ступенчато вложенный эксперимент	17
С.4 Шестифакторный ступенчато вложенный эксперимент	18

Приложение D Примеры статистического анализа данных экспериментов по оценке промежуточных показателей прецизионности	19
D.1 Пример 1. Получение стандартного отклонения s_1 (ТО) промежуточных показателей прецизионности с изменяющимися факторами [время + оператор] в пределах определенной лаборатории на отдельном уровне	19
D.2 Пример 2. Получение стандартного отклонения промежуточной прецизионности с изменяющимся фактором времени посредством межлабораторного эксперимента	20
Приложение E Библиография	27

**ПРЕДИСЛОВИЕ К ГОСУДАРСТВЕННЫМ СТАНДАРТАМ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 — ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002
ПОД ОБЩИМ ЗАГОЛОВКОМ «ТОЧНОСТЬ (ПРАВИЛЬНОСТЬ И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ)
МЕТОДОВ И РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ»**

Целью разработки Государственных стандартов Российской Федерации ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-5—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002, далее — ГОСТ Р ИСО 5725, является прямое применение в Российской Федерации шести частей основополагающего международного стандарта ИСО 5725 под общим заголовком «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений» в практической деятельности по метрологии (разработке, аттестации и применению методик выполнения измерений), стандартизации методов контроля (испытаний, измерений, анализа), испытаниям продукции, в том числе для целей подтверждения соответствия, оценке компетентности испытательных лабораторий согласно требованиям ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2000.

ГОСТ Р ИСО 5725 представляют собой полный аутентичный текст шести частей международного стандарта ИСО 5725, в том числе:

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».

Каждая часть содержит аутентичный перевод предисловия и введения к международному стандарту ИСО 5725, а также предисловие к государственным стандартам Российской Федерации (ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 — ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002) и издается самостоятельно.

Пользование частями 2—6 ГОСТ Р ИСО 5725 в отдельности возможно только совместно с частью 1 (ГОСТ Р ИСО 5725-1), в которой установлены основные положения и определения, касающиеся всех частей ГОСТ Р ИСО 5725.

В соответствии с основными положениями ИСО 5725-1 (пункт 1.2) настоящий стандарт распространяется на методы измерений непрерывных (в смысле принимаемых значений в измеряемом диапазоне) величин, дающие в качестве результата измерений единственное значение. При этом это единственное значение может быть и результатом расчета, основанного на ряде измерений одной и той же величины.

Стандарты ИСО 5725 могут применяться для оценки точности выполнения измерений различных физических величин, характеризующих измеряемые свойства того или иного объекта, в соответствии со стандартизованной процедурой. При этом в пункте 1.2 ИСО 5725-1 особо отмечено, что стандарт может применяться для оценки точности выполнения измерений состава и свойств очень широкой номенклатуры материалов, включая жидкости, порошкообразные и твердые материалы — продукты материального производства или существующие в природе, при условии, что учитывают любую неоднородность материала.

Применяемый в международных стандартах термин «стандартный метод измерений» адекватен отечественному термину «стандартизованный метод измерений».

В ИСО 5725: 1994—1998 и ИСО/МЭК 17025—99 понятие «метод измерений» («measurement method») включает совокупность операций и правил, выполнение которых обеспечивает получение результатов с известной точностью. Таким образом, понятие «метод измерений» по ИСО 5725 и ИСО/МЭК 17025 адекватно понятию «методика выполнения измерений (МВИ)» по ГОСТ Р 8.563—96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений» (пункт 3.1) и соответственно значительно шире по смыслу, чем определение термина «метод

измерений» в Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 29—99 «Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения» (пункт 7.2).

Более того, в оригинале ИСО 5725 очень часто употребляется в качестве понятия «метод измерений» и английский термин «test method», перевод которого на русский язык — «метод испытаний» (см. примечание 1 к пункту 3.2 ИСО 5725-1) и который по смыслу совпадает с термином 6.2 ИСО 5725-1 «standard measurement method» (стандартизованный метод измерений). Соответственно в качестве термина «результат измерений» в оригинале стандарта чаще используется английский термин «test result» (см. пункт 3.2 ИСО 5725-1), причем в контексте как с термином «test method» (см. пункт 3.2), так и с термином «measurement method» (см. в оригинале, например, пункты 1.2 или 7.2.1 ИСО 5725-1).

При этом следует иметь в виду, что область применения ИСО 5725 — точность стандартизованных методов измерений, в том числе предназначенных для целей испытаний продукции, позволяющих количественно оценить характеристики свойств (показателей качества и безопасности) объекта испытаний (продукции). Именно поэтому во всех частях стандарта результаты измерений характеристик образцов, взятых в качестве выборки из партии изделий (или проб, отобранных из партии материала), являются основой для получения результатов испытаний всей партии (объекта испытаний). Когда объектом испытаний является конкретный образец (test specimen, sample), результаты измерений и испытаний могут совпадать. Такой подход имеет место в примерах по определению показателей точности стандартного (стандартизованного) метода измерений, содержащихся в ИСО 5725.

Следует отметить, что в отечественной метрологии точность (accuracy) и погрешность (error) результатов измерений, как правило, определяются сравнением результата измерений с истинным или действительным (условно истинным) значением измеряемой физической величины (являющимися фактически эталонными значениями измеряемых величин, выраженными в законных единицах).

В условиях отсутствия необходимых эталонов, обеспечивающих воспроизведение, хранение и передачу соответствующих значений единиц величин, необходимых для оценки погрешности (точности) результатов измерений, и в отечественной, и в международной практике за действительное значение зачастую принимают общее среднее значение (математическое ожидание) установленной (заданной) совокупности результатов измерений. В ИСО 5725 эта ситуация отражена в термине «принятое опорное значение» (см. пункты 3.5 и 3.6 ГОСТ Р ИСО 5725-1) и рекомендуется ГОСТ Р ИСО 5725-1 для использования в этих случаях и в отечественной практике.

Термины «правильность» (trueness) и «прецизионность» (precision) в отечественных нормативных документах по метрологии до настоящего времени не использовались. При этом «правильность» — степень близости результата измерений к истинному или условно истинному (действительному) значению измеряемой величины или в случае отсутствия эталона измеряемой величины — степень близости среднего значения, полученного на основании большой серии результатов измерений (или результатов испытаний) к принятому опорному значению. Показателем правильности обычно является значение систематической погрешности (см. пункт 3.7 ГОСТ Р ИСО 5725-1).

В свою очередь «прецизионность» — степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных в конкретных установленных условиях. Эта характеристика зависит только от случайных факторов и не связана с истинным или условно истинным значением измеряемой величины (см. пункт 3.12 ГОСТ Р ИСО 5725-1). Мера прецизионности обычно вычисляется как стандартное (среднеквадратическое) отклонение результатов измерений, выполненных в определенных условиях. Количественные значения мер прецизионности существенно зависят от заданных условий. Экстремальные показатели прецизионности — повторяемость, сходимость (repeatability) и воспроизводимость (reproducibility) регламентируют и в отечественных нормативных документах, в том числе в большинстве государственных стандартов на методы контроля (испытаний, измерений, анализа) (см. пункты 3.12—3.20 ГОСТ Р ИСО 5725-1).

В соответствии с ИСО 5725 цель государственных стандартов ГОСТ Р ИСО 5725 состоит в том, чтобы:

- а) изложить основные положения, которые следует иметь в виду при оценке точности (правильности и прецизионности) методов и результатов измерений при их применении, а также при планировании экспериментов по оценке различных показателей точности (ГОСТ Р ИСО 5725-1);
- б) регламентировать основной способ экспериментальной оценки повторяемости (сходимости) и воспроизводимости методов и результатов измерений (ГОСТ Р ИСО 5725-2);

в) регламентировать процедуру получения промежуточных показателей прецизионности методов и результатов измерений, изложив условия их применения и методы оценки (ГОСТ Р ИСО 5725-3);

г) регламентировать основные способы определения правильности методов и результатов измерений (ГОСТ Р ИСО 5725-4);

д) регламентировать для применения в определенных обстоятельствах несколько альтернатив основным способам (ГОСТ Р ИСО 5725-2 и ГОСТ Р ИСО 5725-4) определения прецизионности и правильности методов и результатов измерений, приведенных в ГОСТ Р ИСО 5725-5;

е) изложить некоторые практические применения показателей правильности и прецизионности (ГОСТ Р ИСО 5725-6).

Представленные в виде таблицы рекомендации по применению основных положений ГОСТ Р ИСО 5725 в деятельности по метрологии, стандартизации, испытаниям, оценке компетентности испытательных лабораторий со ссылками на нормы государственных стандартов Российской Федерации, содержащих требования к выполнению соответствующих работ, приведены в приложении к предисловию в ГОСТ Р ИСО 5725-1.

Алгоритмы проведения экспериментов по оценке повторяемости, воспроизводимости, промежуточных показателей прецизионности, показателей правильности (характеристик систематической погрешности) методов и результатов измерений рекомендуется внедрять через программы экспериментальных метрологических исследований показателей точности (характеристик погрешности) результатов измерений, выполняемых по разрабатываемой МВИ, и (или) через программы контроля показателей точности применяемых МВИ.

Использование приведенных в приложениях А к каждому стандарту условных обозначений в качестве обязательных рекомендуется только для тех показателей точности, которые до настоящего времени в отечественной метрологической практике не использовались (например, для показателей по пунктам 3.9—3.12 ГОСТ Р ИСО 5725-1). Для остальных показателей и критериев используемые в ГОСТ Р ИСО 5725 условные обозначения, как правило, могут применяться наряду с условными обозначениями этих показателей и критериев, принятых в действующих отечественных документах (например, предел повторяемости (сходимости) с условным обозначением r по пункту 3.16 ГОСТ Р ИСО 5725-1 наряду с условным обозначением d , принятым для этого показателя в ряде рекомендаций по метрологии, а также в государственных стандартах на методы испытаний продукции).

ПРЕДИСЛОВИЕ К МЕЖДУНАРОДНОМУ СТАНДАРТУ ИСО 5725

Международная организация по стандартизации (ИСО) является Всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов—членов ИСО). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ИСО. Каждый член ИСО, заинтересованный в деятельности соответствующего технического комитета, имеет право быть представленным в этом комитете. Правительственные и неправительственные международные организации, сотрудничающие с ИСО, также принимают участие в этой работе. ИСО тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (МЭК) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, направляются техническим комитетам — членам ИСО на голосование перед их утверждением Советом ИСО в качестве международных стандартов. Стандарты утверждаются в качестве международных в соответствии с установленными в ИСО требованиями: в случае их одобрения по меньшей мере 75% комитетов — членов ИСО, принимавших участие в голосовании.

Международный стандарт ИСО 5725-3 был подготовлен Техническим комитетом ИСО/ТК 69 «Применение статистических методов», Подкомитетом ПК 6 «Методы и результаты измерений».

ИСО 5725 состоит из следующих частей под общим заголовком «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений»:

Часть 1. Основные положения и определения

Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений

Часть 6. Использование значений точности на практике

ИСО 5725 (части 1—6) в совокупности аннулирует и заменяет ИСО 5725:1986, область распространения которого была расширена включением правильности (в дополнение к прецизионности) и условий промежуточной прецизионности (в дополнение к условиям повторяемости и воспроизводимости).

Приложения А, В и С являются обязательными для настоящей части ИСО 5725, приложения D и E — справочные.

ВВЕДЕНИЕ К МЕЖДУНАРОДНОМУ СТАНДАРТУ ИСО 5725

0.1 В ИСО 5725 для описания точности метода измерений используют два термина: «правильность» и «прецизионность». Термин «правильность» характеризует степень близости среднего значения большого числа результатов испытаний к истинному или принятому опорному значению, термин «прецизионность» характеризует степень близости результатов испытаний друг к другу.

0.2 Общие положения об этих понятиях представлены в ИСО 5725-1 и поэтому здесь не повторяются. Эта часть ИСО 5725 должна применяться совместно с ИСО 5725-1, поскольку в ней даны определения и общие положения.

0.3 На изменчивость результатов измерений, выполненных по одному методу, помимо различий между предположительно идентичными образцами могут влиять многие различные факторы, в том числе:

- a) оператор;
- b) используемое оборудование;
- c) калибровка оборудования;
- d) параметры окружающей среды (температура, влажность, загрязнение воздуха и т.д.);
- e) партии реактивов;
- f) время между измерениями.

Различия между результатами измерений, выполняемых разными операторами и/или с использованием различного оборудования, как правило, будут больше, чем между результатами измерений, выполняемых в течение короткого интервала времени одним оператором с использованием одного и того же оборудования.

0.4 Для описания изменчивости метода измерений необходимо и во многих практических случаях полезно использовать два условия прецизионности, названные условиями повторяемости и воспроизводимости. В условиях повторяемости факторы a) — e) в 0.3 считают постоянными и они не влияют на изменчивость, в то время как в условиях воспроизводимости они непостоянны и способствуют изменчивости результатов измерений. Таким образом, условия повторяемости и воспроизводимости являются двумя экстремальными условиями прецизионности, причем первым соответствует минимальная, а вторым — максимальная изменчивость результатов. Промежуточные условия между этими двумя экстремальными условиями прецизионности соответствуют случаям, когда один или большее число факторов a) — f) могут меняться и применяются в определенных регламентированных условиях выполнения измерений.

Прецизионность, как правило, выражают через стандартные отклонения.

0.5 В настоящей части ИСО 5725 основное внимание сосредоточено на промежуточных показателях прецизионности метода измерений. Такие показатели называют промежуточными по той причине, что их численные значения располагаются между двумя экстремальными показателями прецизионности метода измерений: значениями стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости.

Иллюстрацией необходимости в такого рода промежуточных показателях прецизионности является работа современной лаборатории, обслуживающей производственное предприятие с трехсменным режимом работы, где измерения осуществляются разными операторами на различном оборудовании. Операторы и оборудование в этом случае — факторы, способствующие изменчивости результатов измерений, и их необходимо принимать во внимание при оценке прецизионности метода измерений.

0.6 Промежуточные показатели прецизионности, определяемые в настоящей части ИСО 5725, используют прежде всего, в случаях, когда их оценка является частью программы (процедуры), разработки, стандартизации или внутрилабораторного контроля точности метода измерений. Эти показатели также могут оцениваться в специально спланированном межлабораторном эксперименте, однако их интерпретация и применение в таком случае требуют осмотрительности по причинам, разъясненным в 1.3 и 9.1.

0.7 Основные факторы, которые с наибольшей вероятностью могут оказывать влияние на прецизионность метода измерений:

- a) **время** — является ли интервал времени между следующими одно за другим измерениями коротким или длительным?;
- b) **калибровка** — подвергается ли или нет одно и то же оборудование перекалибровке между следующими одна за другой группами измерений?;

с) **оператор** — выполняет ли следующие одно за другим измерения один и тот же оператор или разные операторы?;

д) **оборудование** — используется ли при измерениях одно и то же или различное оборудование (либо реактивы из одних и тех же партий, либо из разных партий)?

0.8 Чтобы учесть изменения условий выполнения измерений (время, калибровка, оператор и оборудование) в пределах лаборатории, полезно ввести следующие промежуточные условия прецизионности с числом изменяющихся факторов M ($M = 1, 2, 3$ или 4):

а) только один из четырех факторов изменяется ($M = 1$);

б) два из четырех факторов изменяются ($M = 2$);

с) три из четырех факторов изменяются ($M = 3$);

д) все четыре фактора изменяются ($M = 4$).

Различные промежуточные условия прецизионности являются причиной различных значений стандартных отклонений прецизионности (промежуточных стандартных отклонений), обозначаемых $s_{I(\cdot)}$, где в скобках приводят конкретные условия. Например, $s_{I(T,O)}$ представляет собой стандартное отклонение промежуточной прецизионности при выполнении измерений в разные интервалы времени (Т) и разными операторами (О).

0.9 Промежуточные условия прецизионности имеют место, когда изменяется один или более факторов, перечисленных в 0.7. В условиях повторяемости предполагается, что данные факторы являются неизменными.

Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, как правило, меньше, чем в случае, когда результаты получены в промежуточных условиях прецизионности. Обычно при химическом анализе стандартное отклонение в промежуточных условиях прецизионности может быть в два или три раза больше, чем стандартное отклонение в условиях повторяемости. Разумеется, оно не должно выходить за пределы стандартного отклонения воспроизводимости.

В качестве примера при определении меди в медной руде совместный эксперимент, охватывавший 35 лабораторий, показал, что стандартное отклонение в промежуточных условиях прецизионности с одним изменяющимся фактором (оператор и оборудование те же самые, но интервалы времени проведения измерения различные) оказалось в 1,5 раза больше, чем в условиях повторяемости как для метода электролитической гравиметрии, так и для метода титрования $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОЧНОСТЬ (ПРАВИЛЬНОСТЬ И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ) МЕТОДОВ И РЕЗУЛЬТАТОВ
ИЗМЕРЕНИЙ

Часть 3.

Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results.
Part 3. Intermediate measures of the precision of a standard measurement method

Дата введения 2002—11—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает четыре промежуточных показателя прецизионности, обусловленных изменениями условий эксперимента (время, калибровка, оператор и оборудование) в пределах лаборатории. Показатели могут быть установлены посредством эксперимента в пределах определенной лаборатории или путем межлабораторного эксперимента.

Кроме того, в настоящем стандарте:

- a) рассматривают сущность определений промежуточных показателей прецизионности;
- b) представлено руководство по интерпретации и применению оценок промежуточных показателей прецизионности на практике;
- c) не рассматриваются вопросы, связанные с ошибками при оценке промежуточных показателей прецизионности;
- d) не рассматриваются вопросы оценки правильности самого метода измерений, однако рассматриваются связи между правильностью и условиями измерений.

1.2 Настоящий стандарт относится исключительно к методам измерений непрерывных (в смысле принимаемых значений в измеряемом диапазоне) величин, дающим в качестве результата измерений единственное значение. При этом это единственное значение может быть и результатом расчета, основанного на ряде измерений одной и той же величины.

1.3 Суть определения промежуточных показателей прецизионности заключается в том, чтобы на их основе оценить способность метода измерений к повторению результатов измерений в точно определенных условиях.

1.4 Статистические методы, излагаемые в настоящем стандарте, основываются на предпосылке, заключающейся в том, что можно свести воедино информацию по «похожим» условиям выполнения измерений с целью получения более точной и надежной информации по промежуточным показателям прецизионности. Эта предпосылка верна при условии, что объявляемое «похожим» в действительности является таковым. Однако довольно трудно придерживаться данной предпосылки в случае оценки промежуточных показателей прецизионности на основе межлабораторного эксперимента. При этом, например, бывает трудно определить, являются ли «похожими» для различных лабораторий факторы «времени» или «оператора», так чтобы группируемая от лабораторий информация имела смысл. Следовательно, использование результатов межлабораторного эксперимента для оценки промежуточных показателей прецизионности требует осмотрительности. Внутрилабораторные исследования также опираются на данную предпосылку, однако она обычно бывает более реалистичной, так как контроль и знание фактического влияния фактора в этом случае в большей степени находятся в пределах досягаемости аналитика.

1.5 Для оценки и подтверждения промежуточных показателей прецизионности в пределах лаборатории, помимо описанных в настоящем стандарте, существуют и другие методы, например метод контрольных карт (см. ГОСТ Р ИСО 5725-6). Настоящий стандарт не претендует на описание единственно возможного подхода к оценке промежуточных показателей прецизионности в пределах конкретной лаборатории.

Примечание 1 — В настоящем стандарте используют понятие вложенных экспериментов различных типов. Основная информация по этому поводу представлена в приложениях В и С.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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 5725-4—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

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

3 Определения

В настоящем стандарте используют определения, приведенные в ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ИСО 3534-1 [1].

Условные обозначения, используемые в ГОСТ Р ИСО 5725, даны в приложении А.

4 Общее требование

Чтобы измерения осуществлялись по одной и той же процедуре, метод измерений должен быть стандартизован. Все измерения, являющиеся частью внутрилабораторного или межлабораторного эксперимента, должны выполняться в соответствии с таким стандартом.

5 Основные факторы

5.1 В условиях выполнения измерений в пределах лаборатории основной вклад в изменчивость измерений вносят четыре фактора: время, калибровка, оператор и оборудование (см. таблицу 1).

5.2 Выражение «измерения, выполняемые в одно и то же время» подразумевают измерения, которые проводят за столь короткий, насколько это возможно, период времени, чтобы свести к минимуму изменения в условиях выполнения измерений, таких как условия окружающей среды, неизменность которых нельзя гарантировать всегда. Выражение «измерения, выполняемые в разное время» подразумевает измерения, выполняемые в течение длительных интервалов времени, которые могут быть подвержены влияниям изменений окружающей среды.

Т а б л и ц а 1 — Основные факторы и их состояния

Фактор	Условия выполнения измерений в пределах лаборатории	
	Состояние 1 (одинаковые)	Состояние 2 (различные)
Время	Измерения, выполняемые в одно и то же время	Измерения, выполняемые в разное время
Калибровка	Отсутствие калибровки между измерениями	Калибровка выполняется между измерениями

Окончание таблицы 1

Фактор	Условия выполнения измерений в пределах лаборатории	
	Состояние 1 (одинаковые)	Состояние 2 (различные)
Оператор	Один и тот же оператор	Разные операторы
Оборудование	Одно и то же оборудование без перекалибровки	Разное оборудование

5.3 Термин «калибровка» не подразумевает здесь какой-либо калибровки, являющейся неотъемлемой частью процедуры получения результата измерений при реализации данного метода измерений. Он относится к процессу калибровки, выполняемому в лаборатории периодически, через регулярные промежутки между выполнением групп измерений.

5.4 В некоторых процедурах термин «оператор» может представлять собой в действительности группу операторов, каждый из которых выполняет какую-либо определенную часть процедуры. В таком случае группа должна рассматриваться как один оператор, и любое изменение в составе или распределении обязанностей внутри группы должно рассматриваться как фактор смены оператора.

5.5 Термин «оборудование» часто представляет собой комплекты оборудования, и любое изменение в каком бы то ни было существенном компоненте комплекта должно рассматриваться как фактор «разное оборудование». Что касается того, что считать «существенным компонентом», то здесь должен превалировать здравый смысл. Например, смену термометра при измерениях температуры следовало бы считать существенным компонентом, а использование же слегка отличающегося сосуда для водяной бани можно считать не заслуживающим внимания. Смену партии реактива (при выполнении физико-химических измерений) следует рассматривать существенным компонентом. Это может соответствовать различному «оборудованию» или перекалибровке, если после такой смены следует калибровка.

5.6 В условиях повторяемости все четыре фактора соответствуют состоянию 1 таблицы 1. Для промежуточных условий прецизионности один или больше факторов соответствуют состоянию 2 таблицы 1 и определяются как «условия прецизионности с числом изменяющихся факторов M », где M — количество факторов в состоянии 2. В условиях воспроизводимости результаты получают в разных лабораториях, так что не только все четыре фактора соответствуют состоянию 2, но помимо этого имеют место дополнительные влияющие факторы вследствие различий между лабораториями в организации работы, в техническом состоянии, в общем уровне квалификации операторов, в стабильности и проверке результатов измерений и т.д.

5.7 В промежуточных условиях прецизионности с M изменяющимися факторами необходимо конкретизировать с помощью подстрочных индексов, какие факторы соответствуют состоянию 2 таблицы 1, например:

- стандартное отклонение промежуточной прецизионности (при различиях по фактору «время») — $s_{I(T)}$;
- стандартное отклонение промежуточной прецизионности (при различиях по фактору «калибровка») — $s_{I(C)}$;
- стандартное отклонение промежуточной прецизионности (при различиях по фактору «оператор») — $s_{I(O)}$;
- стандартное отклонение промежуточной прецизионности (при различиях по факторам «время» и «оператор») — $s_{I(ТО)}$;
- стандартное отклонение промежуточной прецизионности (при различиях по факторам «время», «оператор» и «оборудование») — $s_{I(ТОЕ)}$;
- многие другие факторы конкретизируют аналогичным образом.

6 Статистическая модель

6.1 Базовая модель

Для оценки точности (правильности и прецизионности) метода измерений каждый результат измерений полезно представить в виде суммы трех составляющих:

$$y = m + B + e, \quad (1)$$

где для определенного испытуемого материала:

m — общее среднее значение (математическое ожидание);

B — лабораторная составляющая систематической погрешности конкретной методики выполнения измерений в условиях повторяемости в пределах лаборатории;

e — случайная погрешность результата каждого измерения в условиях повторяемости.

Далее рассматривают каждую из этих составляющих и детали этой базовой модели.

6.2 Общее среднее значение m

6.2.1 Общее среднее значение m представляет собой среднее значение по совокупности результатов измерений. Значение m , получаемое при совместном исследовании (см. ГОСТ Р ИСО 5725-2), зависит исключительно от «истинного значения» и метода измерений и не зависит от лаборатории, оборудования, оператора или времени, при которых был получен любой результат измерений. Общее среднее значение измеряемой характеристики определенного материала называют «уровнем испытаний»; в частности, образцы различной продукции или других материалов с различной степенью чистоты (например, марки стали) будут соответствовать различным уровням.

Во многих ситуациях оправдано введение понятия истинного значения μ , например, если μ — истинная концентрация раствора, который титруют. Уровень m , как правило, не равен истинному значению; разность ($m - \mu$) называется систематической погрешностью метода измерений (методики выполнения измерений).

В некоторых случаях уровень испытаний определяется исключительно методом измерений, и понятие независимого истинного значения измеряемой величины не применяется; например, к такой категории испытуемых характеристик относят такие условные величины, как твердость стали по Виккерсу и Микум-индексы кокса. Однако в общем случае систематическую погрешность обозначают δ ($\delta = 0$, где не существует истинного значения измеряемой величины), тогда общее среднее значение m составляет

$$m = \mu + \delta. \quad (2)$$

Примечание 2 — Рассмотрение термина «систематическая погрешность δ » представлено в ГОСТ Р ИСО 5725-1; описание экспериментов по оценке правильности представлено в ГОСТ Р ИСО 5725-4.

6.2.2 Систематическая погрешность метода измерений может не оказывать никакого влияния на расхождения между результатами измерений, полученными данным методом, и ею можно пренебречь, если только она не зависит от значения измеряемой характеристики (уровня испытаний). Однако систематическая погрешность метода измерений должна учитываться при сопоставлении результатов измерений со значением измеряемой характеристики, установленным в контракте, или со стандартизованным значением в случае, когда в контракте или технических условиях упоминается истинное значение μ , а не уровень испытаний m , либо при сопоставлении результатов измерений, полученных с использованием различных методов измерений.

6.3 Составляющая B

6.3.1 Составляющая B является слагаемым, представляющим отклонение результата лаборатории от m по какой-либо одной или большему числу причин, независимо от случайной погрешности e , имеющей место в каждом результате измерений. В условиях повторяемости в одной лаборатории для конкретного метода измерений B считают неизменным и называют «лабораторной составляющей систематической погрешности конкретного метода измерений (МВИ)».

6.3.2 При регулярном использовании метода измерений становится очевидным, что предельное значение B представляет большое число составляющих, обусловленных различными влияющими факторами, например, сменами оператора, применяемого оборудования, калибровкой оборудования и изменениями условий окружающей среды (температуры, влажности, загрязнения атмосферного воздуха и т.д.). Статистическая модель [равенство (1)] в таком случае может быть переписана в виде

$$y = m + B_0 + B_{(1)} + B_{(2)} + \dots + e \quad (3)$$

или

$$y = \mu + \delta + B_0 + B_{(1)} + B_{(2)} + \dots + e, \quad (4)$$

где B формируется из вкладов изменяющихся факторов $B_0, B_{(1)}, B_{(2)}$ и может включать в себя факторы промежуточных условий прецизионности.

На практике пределы использования описанной модели будут определяться возможностями

исследования и оценки чувствительности метода измерений. Во многих случаях достаточными будут сокращенные формы модели.

6.4 Слагаемые B_0 , $B_{(1)}$, $B_{(2)}$ и т.д.

6.4.1 В условиях повторяемости все эти слагаемые остаются неизменными и их суммируют с систематической погрешностью результатов измерений. В промежуточных условиях прецизионности B_0 представляет собой определенную величину, вызванную влияющими факторами, остающимися без изменения (состояние 1 в таблице 1), в то время как $B_{(1)}$, $B_{(2)}$ и т.д. представляют собой случайные величины, вызванные изменениями влияющих факторов (состояние 2 в таблице 1). Они больше не являются составляющими систематической погрешности, однако увеличивают значение стандартного отклонения промежуточной прецизионности таким образом, что оно становится больше стандартного отклонения повторяемости.

6.4.2 Влияющие эффекты, обусловленные различиями между операторами, отображают персональные навыки при выполнении измерений (например, в считывании показаний шкалы и т.д.). Некоторые из этих различий можно устранить или уменьшить стандартизацией метода измерений, в частности, четкими и точными описаниями предусматриваемых технологических приемов (выполняемых процедур). Несмотря на это, какая-то систематическая погрешность в результатах измерений, полученных одним оператором, всегда остается, причем она не всегда является постоянной (например, абсолютная величина систематической погрешности будет меняться в зависимости от психического и/или физического состояния оператора в этот день). Такая систематическая погрешность не может быть скорректирована или устранена точной калибровкой. Ее абсолютную величину необходимо снижать путем использования четкой инструкции по выполнению измерений и совершенствования квалификации оператора. В этих условиях эффект смены операторов может рассматриваться как носящий случайный характер.

6.4.3 Влияющие эффекты, вызванные применением разного оборудования, обусловлены различиями в местах установки оборудования, особенно флуктуациями показаний и т.д. Некоторые из таких эффектов могут быть скорректированы точной калибровкой. Расхождения, обусловленные различиями систематического характера в оборудовании, также следует исправлять путем калибровки, и такого рода процедура должна быть предусмотрена в стандартном методе. Например, смена партий реактива может быть нивелирована также путем калибровки оборудования с использованием соответствующего стандартного образца, который должен выбираться в соответствии с рекомендациями Руководства ИСО 33* [2] и Руководства ИСО 35* [3]. Остаточную погрешность оборудования, которое было калибровано с применением стандартного образца, рассматривают как случайную.

6.4.4 Влияющие эффекты, обусловленные временем, могут быть вызваны различиями в условиях окружающей среды, такими как изменения комнатной температуры, влажности и т.д. Стандартизация условий окружающей среды сводит к минимуму влияние данных эффектов.

6.4.5 Влияние квалификации или усталости оператора может рассматриваться как взаимодействие факторов оператора и времени. Функционирование комплекта оборудования может быть различным в начале и после его использования в течение многих часов: это пример взаимодействия факторов оборудования и времени. Когда численность операторов невелика, а количество комплектов оборудования еще меньше, эффекты, являющиеся следствием данных факторов, могут быть оценены как фиксированные (не случайные).

6.4.6 Процедуры, представленные в ГОСТ Р ИСО 5725-2, разработаны с учетом допущения, что распределение лабораторных составляющих систематической погрешности является приближенно нормальным, но на практике они (процедуры) используют для большинства распределений других типов при условии, что данные распределения являются унимодальными. Дисперсия B носит название межлабораторной дисперсии и выражается в виде:

$$\text{var}(B) = \sigma_L^2. \quad (5)$$

Дисперсия будет также включать эффекты от изменений, обусловленных оператором, оборудованием, временем и окружающей средой. Дисперсии промежуточной прецизионности можно рассчитать на основе данных эксперимента вложенного типа по оценке прецизионности с использованием разных операторов, разного времени измерений, разных условий окружающей среды и т.д. При этом $\text{var}(B)$ рассматривают как величину, состоящую из независимых составляющих, представляющих лабораторию, оператора, день эксперимента, условия окружающей среды и т.д.

* В России — согласно принятым методикам поверки (калибровки) средств измерений соответствующего типа.

$$\text{Var}(B) = \text{Var}(B_0) + \text{Var}(B_{(1)}) + \text{Var}(B_{(2)}) + \dots \quad (6)$$

Дисперсии обозначают следующим образом:

$$\begin{aligned} \text{Var}(B_0) &= \sigma_{(0)}^2; \\ \text{Var}(B_{(1)}) &= \sigma_{(1)}^2; \\ \text{Var}(B_{(2)}) &= \sigma_{(2)}^2 \text{ и т.д.} \end{aligned} \quad (7)$$

$\text{Var}(B)$ оценивают на практике как s_L^2 , и подобные же оценки промежуточной прецизионности могут быть получены на основании соответствующим образом поставленных экспериментов.

6.5 Составляющая погрешности e

6.5.1 Данная составляющая представляет случайную погрешность, имеющую место в каждом результате измерений, и процедуры, представленные в настоящем стандарте, разрабатывались при допущении, что распределение этой случайной величины является приближенно нормальным. Однако на практике их (процедуры) используют для большинства распределений при условии, что распределения являются унимодальными.

6.5.2 В пределах отдельно взятой лаборатории ее дисперсия носит название внутрилабораторной и ее выражают в виде

$$\text{Var}(e) = \sigma_W^2. \quad (8)$$

6.5.3 Можно ожидать, что σ_W^2 будет иметь разные значения в разных лабораториях вследствие таких различий, как различия в квалификации операторов, однако в настоящем стандарте допускается, что для должным образом стандартизованного метода измерений такие различия между лабораториями должны быть невелики и это может быть оправданием для установления общего значения внутрилабораторной дисперсии для всех лабораторий, пользующихся этим методом. Это общее значение, которое оценивается средним значением внутрилабораторных дисперсий, называется «дисперсией повторяемости» и ее обозначают σ_r^2 :

$$\sigma_r^2 = \overline{\text{Var}(e)}. \quad (9)$$

Данное среднее значение берут по всем лабораториям, принимавшим участие в эксперименте по оценке точности и оставшимся после исключения выбросов.

7 Выбор условий измерений

7.1 При применении метода измерений в пределах лаборатории возможны многие условия измерений, а именно:

- условия повторяемости (четыре фактора неизменны);
- несколько промежуточных условий прецизионности с одним изменяющимся фактором;
- несколько промежуточных условий прецизионности с двумя изменяющимися факторами;
- несколько промежуточных условий прецизионности с тремя изменяющимися факторами;
- промежуточные условия прецизионности с четырьмя изменяющимися факторами.

В стандарте на метод измерений нет необходимости (или даже возможности) устанавливать все возможные показатели прецизионности, хотя стандартное отклонение повторяемости должно определяться всегда. При выборе промежуточных мер прецизионности обычно встречающиеся условия должны определяться общей коммерческой практикой, и часто бывает достаточно задать всего лишь один соответствующий промежуточный показатель прецизионности с подробным описанием конкретных условий измерений, ассоциирующихся с ним. Значения влияющих факторов в условиях выполнения измерений, которые могут изменяться, должны быть точно определены; в частности, для промежуточных условий прецизионности с различием по фактору «время» должен быть задан практический средний интервал между последовательно выполняемыми измерениями.

7.2 Предполагается, что стандартизованный метод измерений будет иметь наименьшую систематическую погрешность и что эта систематическая погрешность, присущая самому методу, должна быть компенсирована техническими средствами. Поэтому в настоящем стандарте рассматривают только систематическую погрешность, обусловленную условиями измерений (см. 7.1).

7.3 Изменение в факторах условий измерений (время, калибровка, оператор и оборудование)

по сравнению с условиями повторяемости (т.е. от состояния 1 в состояние 2 согласно таблице 1) увеличит изменчивость результатов измерений. Однако ожидаемое среднее значение ряда результатов измерений будет иметь меньшую систематическую погрешность по сравнению с систематической погрешностью в условиях повторяемости. Увеличение стандартного отклонения для промежуточных условий прецизионности можно преодолеть, не полагаясь на единичный результат измерений, а используя среднее значение нескольких результатов измерений в качестве окончательно приводимого результата.

7.4 На практике выбор факторов, влияние которых подлежит изучению при стандартизации метода измерений, будет зависеть как от желаемой прецизионности (стандартного отклонения) окончательного результата, так и от стоимости выполнения измерений.

8 Внутрिलाбораторное исследование и анализ промежуточных показателей прецизионности

8.1 Простейший подход

Простейший метод оценки стандартного отклонения промежуточной прецизионности в пределах одной лаборатории состоит в отборе одной пробы (или, для испытаний с разрушением образца, одного комплекта предположительно идентичных образцов) и выполнении серии из n измерений с изменением фактора(ов) между ними. Рекомендуется, чтобы n было не менее 15. Это может быть неприемлемо для лаборатории, и данный метод оценки промежуточных показателей прецизионности в пределах лаборатории не может быть признан эффективным в сравнении с другими процедурами. Анализ элементарен, однако и он может быть полезен для исследования промежуточной прецизионности с различием по фактору «время» путем выполнения последовательных измерений на одном и том же образце последовательно день за днем либо для исследования влияния фактора «калибровка» между измерениями.

Для идентификации потенциальных выбросов рекомендуется построить график $(y_k - \bar{y})$ в функции номера измерения k , где y_k представляет собой k -й результат измерений из n повторных результатов, а \bar{y} — среднее значение из n повторных результатов. Более формальная проверка выбросов состоит в применении критерия Граббса, как это представлено в 7.3.4 ГОСТ Р ИСО 5725-2.

Оценка стандартного отклонения промежуточной прецизионности при M изменяющихся факторов выражается в виде

$$s_{1(\cdot)} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (y_k - \bar{y})^2}, \quad (10)$$

где в скобках должны быть проставлены символы, обозначающие промежуточные условия прецизионности.

8.2 Альтернативный метод

8.2.1 Альтернативный метод подразумевает t групп измерений, каждая из которых включает в себя n повторных результатов. Например, в одной лаборатории испытывают t материалов, после чего факторы промежуточной прецизионности изменяют и t материалов испытывают повторно, при этом процедуру повторяют до тех пор, пока не будет иметься в наличии n результатов измерений по каждому из t материалов. Каждая группа из n результатов измерений должна быть получена на одном идентичном образце или пробе (или на комплекте предположительно идентичных образцов или проб в случае испытаний с разрушением образцов), но при этом не требуется, чтобы материалы были идентичными. Необходимо только, чтобы все t материалов находились в таком диапазоне уровней испытаний (значений испытываемого параметра), в пределах которого можно использовать одно значение стандартного отклонения промежуточной прецизионности при M изменяющихся факторах. Рекомендуется, чтобы значение $t(n-1)$ было не менее 15.

Пример

Один оператор выполняет одно измерение на каждом из t материалов, после чего это повторяет второй оператор, а возможно, и третий оператор, и так далее, что позволяет рассчитать $s_{1(\cdot)}$.

8.2.2 Для идентификации потенциальных выбросов рекомендуется построить график $(y_{jk} - \bar{y}_j)$ в функции номера материала j , где y_{jk} представляет собой k -й результат измерений, а \bar{y}_j — среднее

значение n результатов по j -му материалу. Более формальная проверка выбросов состоит в применении критерия Граббса, как это представлено в 7.3.4 ГОСТ Р ИСО 5725-2, либо для каждой группы в отдельности, либо для всех m результатов измерений в совокупности.

Оценка стандартного отклонения промежуточной прецизионности при M изменяющихся факторах $s_{I()}$ в таком случае выражается в виде

$$s_{I()} = \sqrt{\frac{1}{t(n-1)} \sum_{j=1}^t \sum_{k=1}^n (y_{jk} - \bar{y}_j)^2}. \quad (11)$$

Для $n = 2$ (т.е. для двух результатов измерений по каждому материалу) формула упрощается, см. (12).

$$s_{I()} = \sqrt{\frac{1}{2t} \sum_{j=1}^t (y_{01} - y_{j2})^2}. \quad (12)$$

8.3 Влияние условий измерений на окончательный результат

8.3.1 Полезность средних значений \bar{y} лимитируется тем, что математическое ожидание различно для той или иной комбинации факторов — времени, калибровки, оператора и оборудования — даже в случае изменения только одного из них.

При химическом анализе или физических испытаниях значение \bar{y} фиксируется в качестве окончательно приводимого результата. В торговле сырьем и материалами этот окончательно приводимый результат часто используют для оценки качества сырья и материалов, и он значительно влияет на цену продукции.

Пример

В международной торговле углем партия груза часто может превышать 70000 т, а зольность окончательно определяют в испытываемой навеске массой всего лишь 1 г. В договоре в особых условиях оговаривают, что расхождение в 1 % абсолютного содержания золы соответствует 1,5 долларов США за 1 т угля, поэтому расхождение в 1 мг при взвешивании золы на аналитических весах соответствует 0,1% зольности, или 0,15 долларов США за 1 т, что для такой массы груза приводит к разнице в 10500 долларов США ($0,1 \times 1,5 \times 70000$).

8.3.2 Следовательно, окончательно приводимый результат химического анализа или физических испытаний должен быть достаточно точным, высоконадежным и, главное, универсальным и воспроизводимым. Окончательно приводимый результат, который может гарантироваться лишь в условиях выполнения измерений конкретным оператором, на конкретном оборудовании или в определенное время, может оказаться недостаточно удовлетворительным с коммерческой точки зрения.

9 Межлабораторное исследование и анализ промежуточных показателей прецизионности

9.1 Основные исходные положения

Оценка промежуточных показателей прецизионности путем межлабораторных исследований исходит из предпосылки, заключающейся в том, что влияние отдельного фактора одинаково во всех лабораториях, т.е., например, смена операторов в одной лаборатории имеет тот же самый эффект, что и смена операторов в другой лаборатории, или изменение, обусловленное фактором времени, одинаково во всех лабораториях. Если данная предпосылка нарушается, концепция промежуточных показателей прецизионности теряет смысл, так же, как лишаются смысла процедуры, предлагаемые в последующих разделах для их оценки. Нужно уделять повышенное внимание выбросам (речь идет не обязательно об исключении выбросов), так как это поможет обнаружить отклонения от исходных предпосылок, что необходимо при формировании информации от всех лабораторий для последующих расчетов. Одним из действенных приемов обнаружения потенциальных выбросов является графическое изображение результатов измерений как функции различных уровней факторов или различных лабораторий участников исследования.

9.2 Простейший подход

Если материал на q уровнях рассылается в p лабораторий, каждая из которых выполняет измерения на каждом из q уровней с изменением фактора(ов) промежуточной прецизионности в интервалах между каждыми из n измерений, то анализ проводят с помощью того же метода расчета, который изложен в ГОСТ Р ИСО 5725-2, за исключением того, что вместо стандартного отклонения повторяемости оценивают стандартное отклонение промежуточной прецизионности.

9.3 Вложенные эксперименты

Следующим способом оценки промежуточных показателей прецизионности является проведение более сложных экспериментов. Это могут быть полностью или ступенчато вложенные эксперименты (определения данных терминов см. в ИСО 3534-3 [4]). Преимущество использования экспериментов вложенного типа состоит в том, что имеется возможность в одно время и в одном межлабораторном эксперименте оценить не только стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости, но и одно или большее число стандартных отклонений промежуточной прецизионности. Существуют, однако, определенные предостережения, которые должны приниматься во внимание, и они будут разъяснены в 9.8.

9.4 Полностью вложенный эксперимент

Схематическое изображение полностью вложенного эксперимента на определенном уровне испытаний представлено на рисунке 1.

Посредством выполнения трехфакторного полностью вложенного эксперимента сообщая в нескольких лабораториях может быть получен один промежуточный показатель прецизионности в одно и то же время со стандартными отклонениями повторяемости и воспроизводимости, т.е. могут быть оценены $\sigma_{(0)}$, $\sigma_{(1)}$ и σ_r . Аналогично четырехфакторный полностью вложенный эксперимент может быть использован для получения двух промежуточных показателей прецизионности, т.е. могут быть оценены $\sigma_{(0)}$, $\sigma_{(1)}$, $\sigma_{(2)}$ и σ_r .

Подстрочные индексы i, j и k при y на рисунке 1а) для трехфакторного полностью вложенного эксперимента представляют, например, лабораторию, день проведения эксперимента и номер результата для n измерений, проведенных в условиях повторяемости для каждой комбинации i и j .

Подстрочные индексы i, j, k и l при y на рисунке 1б) для четырехфакторного полностью вложенного эксперимента представляют, например, лабораторию, день проведения эксперимента, оператора и номер результата для n измерений, проведенных в условиях повторяемости для каждой комбинации i, j, k .

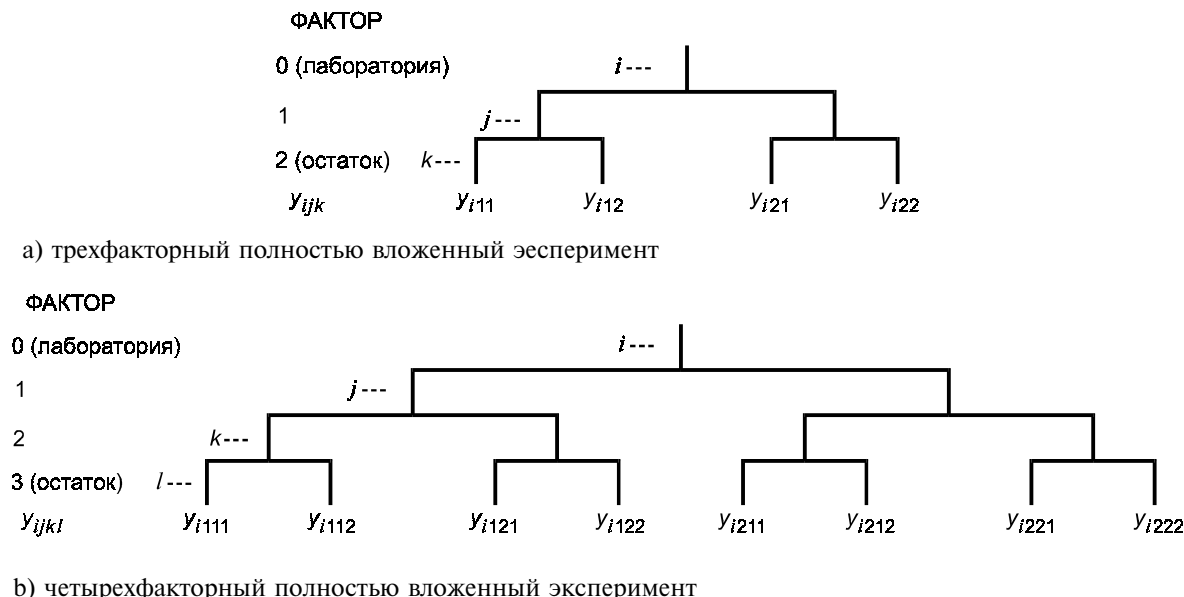


Рисунок 1 — Схемы трех- и четырехфакторных полностью вложенных экспериментов

Анализ результатов многофакторного полностью вложенного эксперимента осуществляют по методике «анализ дисперсии» (ANOVA) отдельно для каждого уровня испытаний, он детально описан в приложении В.

9.5 Ступенчато вложенный эксперимент

Схематическое изображение ступенчато вложенного эксперимента для определенного уровня испытаний представлено на рисунке 2.

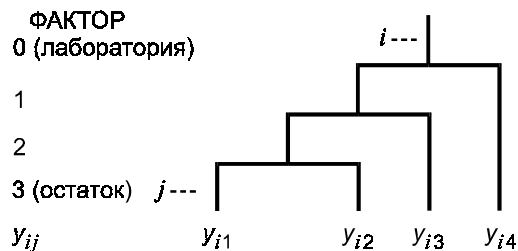


Рисунок 2 — Схема четырехфакторного ступенчато вложенного эксперимента

Трехфакторный ступенчато вложенный эксперимент требует от каждой лаборатории i получения трех результатов измерений. Результаты измерений y_{i1} и y_{i2} должны быть получены в условиях повторяемости, а y_{i3} — при каком-либо из промежуточных условий прецизионности с M изменяющимися факторами ($M = 1, 2$ или 3), например при условии различия во времени (посредством получения y_{i3} в другой день по сравнению с днем, когда были получены y_{i1} и y_{i2}).

При четырехфакторном ступенчато вложенном эксперименте результат y_{i4} должен быть получен при другом промежуточном условии прецизионности с дополнительным изменяющимся фактором, например при условии различия по факторам (время + оператор) посредством смены дня проведения эксперимента и оператора.

Опять же, анализ результатов многофакторного ступенчато вложенного эксперимента осуществляют по методике «анализ дисперсии» (ANOVA) отдельно для каждого уровня испытаний, и он детально описан в приложении С.

9.6 Распределение факторов в схеме вложенного эксперимента

Факторы в схеме вложенного эксперимента распределяют так, чтобы факторы, испытывающие по большей части влияние систематических эффектов, располагались на высших рангах (0, 1, ...), а факторы, подверженные в большей мере влиянию случайных эффектов, располагались на низших рангах; самым низшим фактором считают остаточную вариацию (повторы). Например, в четырехфакторной схеме (см. рисунки 1b и 2) фактор 0 мог бы быть лабораторией, фактор 1 — оператором, фактор 2 — днем выполнения измерения, а фактор 3 — количеством параллельных определений. Это может оказаться несущественным в случае полностью вложенного эксперимента по причине его симметрии.

9.7 Сопоставление схемы вложенного эксперимента со схемой, представленной в ГОСТ Р ИСО 5725-2

Поскольку в эксперименте, описанном в ГОСТ Р ИСО 5725-2, анализ проводят по отдельности для каждого уровня испытаний (материала), он фактически представляет собой двухфакторный полностью вложенный эксперимент и дает в результате два стандартных отклонения: повторяемости и воспроизводимости. Фактор 0 представляет собой лабораторию, а фактор 1 — количество параллельных определений. Если в такую схему ввести еще один фактор, к примеру — двух операторов в каждой лаборатории, получающих каждый по два результата измерения в условиях повторяемости, то в таком случае, в дополнение к стандартным отклонениям повторяемости и воспроизводимости, можно было бы определить стандартное отклонение промежуточной прецизионности с различающимся фактором оператора. Или же если бы каждая лаборатория пользовалась услугами только одного оператора, но повторяла бы эксперимент в другой день, то посредством данного трехфакторного полностью вложенного эксперимента можно было бы определить стандартное отклонение промежуточной прецизионности с изменяющимся фактором времени. Дополнение эксперимента еще одним фактором, таким, что каждая лаборатория имела бы двух операторов, каждый из которых выполнял бы по два измерения, а эксперимент в целом повторялся бы на следующий день, позволило бы определить не только стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости, но и

стандартные отклонения прецизионности с изменяющимися факторами оператора, времени [время + оператор].

9.8 Сопоставление схем полностью вложенного и ступенчато вложенного экспериментов

n -Факторный полностью вложенный эксперимент требует от каждой лаборатории 2^{n-1} результатов измерений, что может оказаться чрезмерным. Это главный аргумент в пользу схемы ступенчато вложенного эксперимента. Он требует меньшего количества результатов измерений для получения тех же стандартных отклонений ценой большей неопределенности в их оценках и некоторого усложнения анализа.

ПРИЛОЖЕНИЕ А (обязательное)

Условные обозначения и сокращения, используемые в ГОСТ Р ИСО 5725

a	Отсекаемый на оси ординат отрезок в соотношении $s = a + bm$
A	Показатель, используемый для расчета неопределенности оценки
b	Угловой коэффициент прямой в соотношении $s = a + bm$
B	Лабораторная составляющая систематической погрешности измерений при реализации конкретного метода — разность между систематической погрешностью лаборатории при реализации конкретного метода измерений (конкретной МВИ) и систематической погрешностью метода измерений
B_0	Составляющая величины B , представляющая все факторы, которые не изменяются в условиях промежуточной прецизионности
$B_{(1)}, B_{(2)}$ и т.д.	Составляющие величины B , представляющие факторы, которые изменяются в условиях промежуточной прецизионности
c	Отсекаемый на оси ординат отрезок в соотношении $\lg s = c + d \lg m$
C, C', C''	Тестовые статистики
$C_{crit}, C'_{crit}, C''_{crit}$	Критические значения для статистик
CD_P	Критическая разность для вероятности P
CR_P	Критический диапазон для вероятности P
d	Угловой коэффициент прямой в соотношении $\lg s = c + d \lg m$
e	Составляющая результата измерений, представляющая случайную погрешность каждого результата измерений
f	Коэффициент критического диапазона
$F_p(v_1, v_2)$	p -квантиль F -распределения с v_1 и v_2 степенями свободы
G	Статистика Граббса
h	Статистика Мандела для межлабораторной совместимости
k	Статистика Мандела для внутрिलाбораторной совместимости
LCL	Нижний предел контроля (действия либо предупреждения)
m	Общее среднее значение измеряемой характеристики; уровень
M	Количество факторов, рассматриваемых в условиях промежуточной прецизионности
N	Количество повторений (итераций)
n	Количество результатов измерений, полученных в одной лаборатории на одном уровне (т.е. в пределах ячейки — базового элемента)
p	Количество лабораторий, участвующих в межлабораторном эксперименте
P	Вероятность
q	Количество уровней измеряемой характеристики в межлабораторном эксперименте
r	Предел повторяемости (сходимости)
R	Предел воспроизводимости
RM	Стандартный образец
\hat{s}	Оценка стандартного (среднеквадратического) отклонения
$\hat{\hat{s}}$	Прогнозируемое стандартное (среднеквадратическое) отклонение

T	Итог или сумма какого-либо выражения
t	Количество объектов испытаний или групп объектов
UCL	Верхний предел контроля (действия либо предупреждения)
W	Весовой коэффициент, используемый при расчете взвешенной регрессии
w	Диапазон изменения выборки результатов измерений
x	Заданная величина, используемая для критерия Граббса
y	Результат измерений (или результат испытаний)
\bar{y}	Среднее арифметическое значение результатов измерений (или результатов испытаний)
$\bar{\bar{y}}$	Общее среднее значение результатов измерений (или результатов испытаний)
α	Уровень значимости
β	Вероятность ошибки второго рода
γ	Отношение стандартного отклонения воспроизводимости к стандартному отклонению повторяемости (сходимости) (σ_R/σ_r)
Δ	Систематическая погрешность лаборатории при реализации конкретного стандартного метода измерений (конкретной МВИ)
$\hat{\Delta}$	Оценка Δ
δ	Систематическая погрешность метода измерений
$\hat{\delta}$	Оценка δ
λ	Поддающаяся обнаружению разность между систематическими погрешностями двух лабораторий при реализации одного и того же метода измерений или систематическими погрешностями двух методов измерений (МВИ) одного и того же назначения на идентичных образцах
μ	Истинное или принятое опорное значение измеряемой величины (характеристики)
ν	Число степеней свободы
ρ	Поддающееся обнаружению соотношение между стандартными отклонениями повторяемости (сходимости) для методов В и А
σ	Истинное (действительное) значение стандартного отклонения
τ	Составляющая результата измерений, представляющая изменение, обусловленное временем, прошедшим с момента последней калибровки
ϕ	Поддающееся обнаружению соотношение между квадратными корнями из межлабораторных средних квадратов для методов В и А
σ_M^2	p -квантиль χ^2 -распределения с ν степенями свободы

Символы, используемые в качестве подстрочных индексов

C	Различие, определяемое калибровкой
E	Различие, определяемое оборудованием
i	Идентификатор для конкретной лаборатории
$I()$	Идентификатор для промежуточных мер прецизионности; в скобках — идентификация типа промежуточной ситуации
j	Идентификатор для уровня (ГОСТ Р ИСО 5725-2)
	Идентификатор для группы испытаний или для фактора (ГОСТ Р ИСО 5725-3)
k	Идентификатор для конкретного результата испытаний в лаборатории i на уровне j
L	Межлабораторный
m	Идентификатор для поддающейся обнаружению систематической погрешности
M	Различие, обусловленное неидентичностью проб (образцов)
O	Различие, определяемое сменой оператора
P	Вероятность
r	Повторяемость
R	Воспроизводимость
T	Различие, обусловленное периодом (временем), в течение которого проводят измерения или оценочный эксперимент
W	Внутрилабораторный
1, 2, 3 . . .	Для результатов измерений, нумеруемых в порядке их получения
(1), (2), (3) . . .	Для результатов измерений (или результатов испытаний), нумеруемых в порядке возрастания измеряемой величины

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(обязательное)

Анализ дисперсии для полностью вложенных экспериментов

Анализ дисперсии, описываемый в настоящем приложении, должен проводиться по отдельности для каждого уровня испытаний, предусмотренного в межлабораторном эксперименте. Для упрощения у данных опущен подстрочный индекс, указывающий на уровень испытаний. Отметим, что в настоящем стандарте подстрочный индекс j используют для обозначения фактора 1 (фактор 0 означает лабораторию), в то время как в других частях ГОСТ Р ИСО 5725 его используют для обозначения уровня испытаний.

Для проверки данных на совместимость и наличие выбросов должны применяться методы, описанные в 7.3 ГОСТ Р ИСО 5725-2. Для экспериментов, описываемых в настоящем приложении, точный анализ данных очень сложен в случаях, когда опускаются отдельные результаты измерений, получаемые от лаборатории. Поэтому если принимают решение о том, что некоторые результаты являются квазивыбросами или выбросами и должны быть исключены из анализа, то рекомендуется исключить также все другие данные, полученные лабораторией на уровнях, где имеются исключаемые квазивыбросы и выбросы.

В.1 Трехфакторный полностью вложенный эксперимент

Данные, полученные в результате эксперимента, обозначают через y_{ijk} , а средние значения и диапазоны изменений имеют следующий вид:

$$\bar{y}_{ij} = \frac{1}{2} (y_{ij1} + y_{ij2}), \quad \bar{y}_i = \frac{1}{2} (\bar{y}_{i1} + \bar{y}_{i2}), \quad \bar{\bar{y}} = \frac{1}{p} \sum_i \bar{y}_i,$$

$$w_{i(1)} = |y_{ij1} - y_{ij2}|, \quad w_{i(2)} = |\bar{y}_{i1} - \bar{y}_{i2}|,$$

где p — количество лабораторий, участвовавших в межлабораторном эксперименте.

Полную сумму квадратов SST можно подразделить следующим образом:

$$SST = \sum_i \sum_j \sum_k (y_{ijk} - \bar{\bar{y}})^2 = SS0 + SS1 + SSe,$$

$$\text{где } SS0 = \sum_i \sum_j \sum_k (\bar{y}_i - \bar{\bar{y}})^2 = 4 \sum_i (\bar{y}_i - \bar{\bar{y}})^2 = 4 \sum_i (\bar{y}_i)^2 - 4p(\bar{\bar{y}})^2;$$

$$SS1 = \sum_i \sum_j \sum_k (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_i)^2 = 2 \sum_i \sum_j (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_i)^2 = \sum_i w_{i(2)}^2;$$

$$SSe = \sum_i \sum_j \sum_k (y_{ijk} - \bar{y}_{ij})^2 = \frac{1}{2} \sum_i \sum_j w_{ij(1)}^2.$$

Поскольку число степеней свободы для сумм квадратов SS0, SS1 и SSe составляет соответственно $p - 1$, p и $2p$, таблица для анализа дисперсии ANOVA имеет следующий вид (см. таблицу В.1).

Т а б л и ц а В.1 — Анализ ANOVA для трехфакторного полностью вложенного эксперимента

Источник	Сумма квадратов	Степень свободы	Средний квадрат	Ожидаемый средний квадрат
0	SS0	$p - 1$	$MS0 = SS0/(p - 1)$	$\sigma_r^2 + 2\sigma_{(1)}^2 + 4\sigma_{(0)}^2$
1	SS1	p	$MS1 = SS1/p$	$\sigma_r^2 + 2\sigma_{(1)}^2$
Остаток	SSe	$2p$	$MSe = SSe/(2p)$	σ_r^2
Сумма	SST	$4p - 1$		

Из средних квадратов MS0, MS1 и MSe могут быть получены несмещенные оценки $s_{(0)}^2$, $s_{(1)}^2$ и s_r^2 соответствующих величин $\sigma_{(0)}^2$, $\sigma_{(1)}^2$ и σ_r^2 , а именно:

$$s_{(0)}^2 = \frac{1}{4} (MS0 - MS1),$$

$$s_{(1)}^2 = \frac{1}{2} (MS1 - MSe),$$

$$s_r^2 = MSe.$$

Оценки дисперсий повторяемости, промежуточной прецизионности с одним изменяющимся фактором и воспроизводимости соответственно равны:

$$s_r^2,$$

$$s_{1(1)}^2 = s_r^2 + s_{(1)}^2,$$

$$s_R^2 = s_r^2 + s_{(1)}^2 + s_{(0)}^2.$$

В.2 Четырехфакторный полностью вложенный эксперимент

Данные, полученные в результате эксперимента, обозначают y_{ijkl} , а средние значения и диапазоны изменений имеют следующий вид:

$$\bar{y}_{ijk} = \frac{1}{2} (y_{ijk1} + y_{ijk2}), \quad w_{ijk(1)} = |y_{ijk1} - y_{ijk2}|,$$

$$\bar{y}_{ij} = \frac{1}{2} (\bar{y}_{ij1} + \bar{y}_{ij2}), \quad w_{ij(2)} = |\bar{y}_{ij1} - \bar{y}_{ij2}|,$$

$$\bar{y}_i = \frac{1}{2} (\bar{y}_{i1} + \bar{y}_{i2}), \quad w_{i(3)} = |\bar{y}_{i1} - \bar{y}_{i2}|,$$

$$\bar{\bar{y}} = \frac{1}{p} \sum_i \bar{y}_i,$$

где p — количество лабораторий, участвовавших в межлабораторном эксперименте. Полную сумму квадратов SST можно подразделить следующим образом:

$$SST = \sum_i \sum_j \sum_k \sum_l (y_{ijkl} - \bar{\bar{y}})^2 = SS0 + SS1 + SS2 + SSe,$$

$$\text{где } SS0 = \sum_i \sum_j \sum_k \sum_l (\bar{y}_i - \bar{\bar{y}})^2 = 8 \sum_i (\bar{y}_i)^2 - 8p (\bar{\bar{y}})^2;$$

$$SS1 = \sum_i \sum_j \sum_k \sum_l (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_i)^2 = 4 \sum_i \sum_j (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_i)^2 = 2 \sum_i w_{i(3)}^2;$$

$$SS2 = \sum_i \sum_j \sum_k \sum_l (\bar{y}_{ijk} - \bar{y}_{ij})^2 = 2 \sum_i \sum_j \sum_k (\bar{y}_{ijk} - \bar{y}_{ij})^2 = \sum_i \sum_j w_{ij(2)}^2;$$

$$SSe = \sum_i \sum_j \sum_k \sum_l (y_{ijkl} - \bar{y}_{ijk})^2 = \frac{1}{2} \sum_i \sum_j \sum_k w_{ijk(1)}^2.$$

Поскольку число степеней свободы для сумм квадратов SS0, SS1, SS2 и SSe составляет соответственно $p - 1$, p , $2p$ и $4p$, таблица для анализа дисперсии ANOVA имеет следующий вид (см. таблицу В.2).

Т а б л и ц а В.2 — Таблица ANOVA для четырехфакторного полностью вложенного эксперимента

Источник	Сумма квадратов	Степень свободы	Средний квадрат	Ожидаемый средний квадрат
0	SS0	$p - 1$	$MS0 = SS0/(p - 1)$	$\sigma_r^2 + 2 \sigma_{(2)}^2 + 4 \sigma_{(1)}^2 + 8 \sigma_{(0)}^2$
1	SS1	p	$MS1 = SS1/p$	$\sigma_r^2 + 2 \sigma_{(2)}^2 + 4 \sigma_{(1)}^2$
2	SS2	$2p$	$MS2 = SS2/(2p)$	$\sigma_r^2 + 2 \sigma_{(2)}^2$
Остаток	SSe	$4p$	$MSe = SSe/(4p)$	σ_r^2
Сумма	SST	$8p - 1$		

Из средних квадратов MS0, MS1, MS2 и MSe могут быть получены несмещенные оценки $s_{(0)}^2$, $s_{(1)}^2$, $s_{(2)}^2$ и s_r^2 соответствующих величин $\sigma_{(0)}^2$, $\sigma_{(1)}^2$, $\sigma_{(2)}^2$ и σ_r^2 , а именно:

$$s_{(0)}^2 = \frac{1}{8} (MS0 - MS1),$$

$$s_{(1)}^2 = \frac{1}{4} (MS1 - MS2),$$

$$s_{(2)}^2 = \frac{1}{2} (MS2 - MSe),$$

$$s_r^2 = MSe.$$

Оценки дисперсий повторяемости, промежуточной прецизионности с одним изменяющимся фактором, промежуточной прецизионности с двумя изменяющимися факторами и воспроизводимости соответственно равны:

$$s_r^2,$$

$$s_{I(1)}^2 = s_r^2 + s_{(2)}^2,$$

$$s_{I(2)}^2 = s_r^2 + s_{(2)}^2 + s_{(1)}^2,$$

$$s_R^2 = s_r^2 + s_{(2)}^2 + s_{(1)}^2 + s_{(0)}^2.$$

ПРИЛОЖЕНИЕ С

(обязательное)

Анализ дисперсии для ступенчато вложенных экспериментов

Анализ дисперсии, описываемый в настоящем приложении, должен проводиться по отдельности для каждого уровня испытаний, предусмотренного в межлабораторном эксперименте. Для упрощения у данных опущен подстрочный индекс, указывающий на уровень испытаний. Отметим, что в настоящем стандарте подстрочный индекс j используют для обозначения параллельных определений в лаборатории, в то время как в других частях ГОСТ Р ИСО 5725 его используют для обозначения уровня испытаний.

Для проверки данных на совместимость и наличие выбросов должны применяться методы, описанные в 7.3 ГОСТ Р ИСО 5725-2. Для экспериментов, описываемых в настоящем приложении, точный анализ данных очень сложен в случаях, когда опускаются отдельные результаты измерений, получаемые от лаборатории. Поэтому если принимают решение о том, что некоторые результаты измерений лаборатории являются квазिवыбросами или выбросами и должны быть исключены из анализа, то рекомендуется исключить также все другие данные, полученные этой лабораторией на уровнях, где имеются исключаемые квазिवыбросы и выбросы.

С.1 Трехфакторный ступенчато вложенный эксперимент

Данные, полученные в результате эксперимента в пределах лаборатории i , обозначают y_{ij} ($j = 1, 2, 3$), а средние значения и диапазоны изменений имеют следующий вид:

$$\bar{y}_{i(1)} = \frac{1}{2} (y_{i1} + y_{i2}),$$

$$\bar{y}_{i(2)} = \frac{1}{3} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3}),$$

$$\bar{\bar{y}} = \frac{1}{p} \sum_i \bar{y}_{i(2)},$$

$$w_{i(1)} = |y_{i1} - y_{i2}|,$$

$$w_{i(2)} = |\bar{y}_{i(1)} - y_{i3}|,$$

где p — количество лабораторий, участвовавших в межлабораторном эксперименте.
Полную сумму квадратов SST можно подразделить следующим образом:

$$SST = \sum_i \sum_j (y_{ij} - \bar{y})^2 = SS0 + SS1 + SS2 + SSe,$$

$$\text{где } SS0 = 3 \sum_i (\bar{y}_{i(2)})^2 - 3p(\bar{y})^2,$$

$$SS1 = \frac{2}{3} \sum_i w_{i(2)}^2,$$

$$SSe = \frac{1}{2} \sum_i w_{i(1)}^2.$$

Поскольку число степеней свободы для сумм квадратов SS0, SS1 и SSe составляет соответственно $p - 1$, p и p , таблица ANOVA для анализа дисперсии имеет следующий вид (см. таблицу С.1).

Т а б л и ц а С.1 — Анализ ANOVA для трехфакторного ступенчато вложенного эксперимента

Источник	Сумма квадратов	Степень свободы	Средний квадрат	Ожидаемый средний квадрат
0	SS0	$p - 1$	$SS0/(p - 1)$	$\sigma_r^2 + \frac{5}{3} \sigma_{(1)}^2 + 3 \sigma_{(0)}^2$
1	SS1	p	$SS1/p$	$\sigma_r^2 + \frac{4}{3} \sigma_{(1)}^2$
Остаток	SSe	p	SSe/p	σ_r^2
Сумма	SST	$3p - 1$		

Из средних квадратов MS0, MS1 и MSe могут быть получены несмещенные оценки $s_{(0)}^2$, $s_{(1)}^2$ и s_r^2 соответствующих величин $\sigma_{(0)}^2$, $\sigma_{(1)}^2$ и σ_r^2 , а именно:

$$s_{(0)}^2 = \frac{1}{3} MS0 - \frac{5}{12} MS1 + \frac{1}{12} MSe,$$

$$s_{(1)}^2 = \frac{3}{4} MS1 - \frac{3}{4} MSe,$$

$$s_r^2 = MSe.$$

Оценки дисперсий повторяемости, промежуточной прецизионности с одним изменяющимся фактором и воспроизводимости соответственно равны:

$$s_r^2,$$

$$s_{I(1)}^2 = s_r^2 + s_{(1)}^2,$$

$$S_R^2 = S_r^2 + S_{(1)}^2 + S_{(0)}^2.$$

С.2 Четырехфакторный ступенчато вложенный эксперимент

Данные, полученные в результате эксперимента в пределах лаборатории i , обозначают y_{ij} ($j = 1, 2, 3, 4$), а средние значения и диапазоны изменений имеют следующий вид:

$$\bar{y}_{i(1)} = \frac{1}{2} (y_{i1} + y_{i2}),$$

$$\bar{y}_{i(2)} = \frac{1}{3} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3}),$$

$$\bar{y}_{i(3)} = \frac{1}{4} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3} + y_{i4}),$$

$$\bar{\bar{y}} = \frac{1}{p} \sum_i \bar{y}_{i(3)}.$$

$$w_{i(1)} = |y_{i1} - y_{i2}|,$$

$$w_{i(2)} = |\bar{y}_{i(1)} - y_{i3}|,$$

$$w_{i(3)} = |\bar{y}_{i(2)} - y_{i4}|,$$

где p — количество лабораторий, участвовавших в межлабораторном эксперименте.

Таблица для анализа дисперсии (ANOVA) имеет следующий вид (см. таблицу С.2).

Т а б л и ц а С.2 — Анализ ANOVA для четырехфакторного ступенчато вложенного эксперимента

Источник	Сумма квадратов	Степень свободы	Средний квадрат	Ожидаемый средний квадрат
0	$4 \sum_i (\bar{y}_{i(3)})^2 - 4p (\bar{\bar{y}})^2$	$p - 1$	$SS0/(p - 1)$	$\sigma_r^2 + \frac{3}{2} \sigma_{(2)}^2 + \frac{5}{2} \sigma_{(1)}^2 + 4 \sigma_{(0)}^2$
1	$\frac{3}{4} \sum_i w_{i(3)}^2$	p	$SS1/p$	$\sigma_r^2 + \frac{7}{6} \sigma_{(2)}^2 + \frac{3}{2} \sigma_{(1)}^2$
2	$\frac{2}{3} \sum_i w_{i(2)}^2$	p	$SS2/p$	$\sigma_r^2 + \frac{4}{3} \sigma_{(2)}^2$
Остаток	$\frac{1}{2} \sum_i w_{i(1)}^2$	p	SSe/p	σ_r^2
Сумма	$\sum_i \sum_j (y_{ij} - \bar{\bar{y}})^2$	$4p - 1$		

С.3 Пятифакторный ступенчато вложенный эксперимент

Данные, полученные в результате эксперимента в пределах лаборатории i , обозначают y_{ij} ($j = 1, 2, 3, 4, 5$), а средние значения и диапазоны изменений имеют следующий вид:

$$\bar{y}_{i(1)} = \frac{1}{2} (y_{i1} + y_{i2}),$$

$$\bar{y}_{i(2)} = \frac{1}{3} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3}),$$

$$\bar{y}_{i(3)} = \frac{1}{4} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3} + y_{i4}),$$

$$\bar{y}_{i(4)} = \frac{1}{5} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3} + y_{i4} + y_{i5}),$$

$$\bar{\bar{y}} = \frac{1}{p} \sum_i \bar{y}_{i(4)},$$

$$w_{i(1)} = |y_{i1} - y_{i2}|,$$

$$w_{i(2)} = |\bar{y}_{i(1)} - y_{i3}|,$$

$$w_{i(3)} = |\bar{y}_{i(2)} - y_{i4}|,$$

$$w_{i(4)} = |\bar{y}_{i(3)} - y_{i5}|,$$

где p — количество лабораторий, участвовавших в межлабораторном эксперименте.

Таблица для анализа дисперсии (ANOVA) имеет следующий вид (см. таблицу С.3).

Т а б л и ц а С.3 — Анализ ANOVA для пятифакторного ступенчато вложенного эксперимента

Источник	Сумма квадратов	Степень свободы	Средний квадрат	Ожидаемый средний квадрат
0	$5 \sum_i (\bar{y}_{i(4)})^2 - 5p(\bar{\bar{y}})^2$	$p - 1$	$SS0/(p - 1)$	$\sigma_r^2 + \frac{7}{5} \sigma_{(3)}^2 + \frac{11}{5} \sigma_{(2)}^2 + \frac{17}{5} \sigma_{(1)}^2 + 5 \sigma_{(0)}^2$
1	$\frac{4}{5} \sum_i w_{i(4)}^2$	p	$SS1/p$	$\sigma_r^2 + \frac{11}{10} \sigma_{(3)}^2 + \frac{13}{10} \sigma_{(2)}^2 + \frac{8}{5} \sigma_{(1)}^2$
2	$\frac{3}{4} \sum_i w_{i(3)}^2$	p	$SS2/p$	$\sigma_r^2 + \frac{7}{6} \sigma_{(3)}^2 + \frac{3}{2} \sigma_{(2)}^2$
3	$\frac{2}{3} \sum_i w_{i(2)}^2$	p	$SS3/p$	$\sigma_r^2 + \frac{4}{3} \sigma_{(3)}^2$
Остаток	$\frac{1}{2} \sum_i w_{i(1)}^2$	p	SSe/p	σ_r^2
Сумма	$\sum_i \sum_j (y_{ij} - \bar{\bar{y}})^2$	$5p - 1$		

С.4 Шестифакторный ступенчато вложенный эксперимент

Данные, полученные в результате эксперимента в пределах лаборатории i , обозначают y_{ij} ($j = 1, 2, 3, 4, 5, 6$), а средние значения и диапазоны изменений имеют следующий вид:

$$\bar{y}_{i(1)} = \frac{1}{2} (y_{i1} + y_{i2}),$$

$$\bar{y}_{i(2)} = \frac{1}{3} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3}),$$

$$\bar{y}_{i(3)} = \frac{1}{4} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3} + y_{i4}),$$

$$\bar{y}_{i(4)} = \frac{1}{5} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3} + y_{i4} + y_{i5}),$$

$$\bar{y}_{i(5)} = \frac{1}{6} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3} + y_{i4} + y_{i5} + y_{i6}),$$

$$\bar{\bar{y}} = \frac{1}{p} \sum_i \bar{y}_{i(5)},$$

$$w_{i(1)} = |y_{i1} - y_{i2}|,$$

$$w_{i(2)} = |\bar{y}_{i(1)} - y_{i3}|,$$

$$w_{i(3)} = |\bar{y}_{i(2)} - y_{i4}|,$$

$$w_{i(4)} = |\bar{y}_{i(3)} - y_{i5}|,$$

$$w_{i(5)} = |\bar{y}_{i(4)} - y_{i6}|,$$

где p — количество лабораторий, участвовавших в межлабораторном эксперименте.

Таблица для анализа дисперсии (ANOVA) имеет следующий вид (см. таблицу С.4).

Таблица С.4 — Анализ ANOVA для шестифакторного ступенчато вложенного эксперимента

Источник	Сумма квадратов	Степень свободы	Средний квадрат	Ожидаемый средний квадрат
0	$6 \sum_i (\bar{y}_{i(5)})^2 - 6p (\bar{\bar{y}})^2$	$p - 1$	$SS0/(p - 1)$	$\sigma_r^2 + \frac{4}{3} \sigma_{(4)}^2 + 2 \sigma_{(3)}^2 + 3 \sigma_{(2)}^2 + \frac{13}{3} \sigma_{(1)}^2 + 6 \sigma_{(0)}^2$
1	$\frac{5}{6} \sum_i w_{i(5)}^2$	p	$SS1/p$	$\sigma_r^2 + \frac{16}{15} \sigma_{(4)}^2 + \frac{6}{5} \sigma_{(3)}^2 + \frac{7}{5} \sigma_{(2)}^2 + \frac{5}{3} \sigma_{(1)}^2$
2	$\frac{4}{5} \sum_i w_{i(4)}^2$	p	$SS2/p$	$\sigma_r^2 + \frac{11}{10} \sigma_{(4)}^2 + \frac{13}{10} \sigma_{(3)}^2 + \frac{8}{5} \sigma_{(2)}^2$
3	$\frac{3}{4} \sum_i w_{i(3)}^2$	p	$SS3/p$	$\sigma_r^2 + \frac{7}{6} \sigma_{(4)}^2 + \frac{3}{2} \sigma_{(3)}^2$
4	$\frac{2}{3} \sum_i w_{i(2)}^2$	p	$SS4/p$	$\sigma_r^2 + \frac{4}{3} \sigma_{(4)}^2$
Остаток	$\frac{1}{2} \sum_i w_{i(1)}^2$	p	SSe/p	σ_r^2
Сумма	$\sum_i \sum_j (y_{ij} - \bar{\bar{y}})^2$	$6p - 1$		

ПРИЛОЖЕНИЕ D
(справочное)

Примеры статистического анализа данных экспериментов по оценке промежуточных показателей прецизионности

D.1 Пример 1. Получение стандартного отклонения $S_{I(TO)}$ промежуточных показателей прецизионности с изменяющимися факторами [время + оператор] в пределах определенной лаборатории на отдельном уровне

D.1.1 Сведения общего характера

а) Метод измерений

Определение содержания углерода в стали методом вакуумно-эмиссионной спектрометрии. Результаты измерений выражены в процентах по массе.

б) Источник

Регулярный отчет сталеплавильного завода за ноябрь 1984 г.

с) План эксперимента

В определенной лаборатории проба, отобранная наугад из материалов, анализировавшихся в один день, снова была проанализирована на следующий день другим аналитиком. За месяц было получено 29 пар такого рода данных (см. таблицу D.1).

Т а б л и ц а D.1 — Исходные данные. Содержание углерода, % по массе

Номер пробы j	Первый день y_{j1}	Второй день $y_{j2}BСЗСyЗС2Nj2B$	Диапазон w_j
1	0,130	0,127	0,003
2	0,140	0,132	0,008
3	0,078	0,080	0,002
4	0,110	0,113	0,003
5	0,126	0,128	0,002
6	0,036	0,032	0,004
7	0,050	0,047	0,003
8	0,143	0,140	0,003
9	0,091	0,089	0,002
10	0,040	0,030	0,010
11	0,110	0,113	0,003
12	0,142	0,145	0,003
13	0,143	0,150	0,007
14	0,169	0,165	0,004
15	0,169	0,173	0,004
16	0,149	0,144	0,005
17	0,044	0,044	0,000
18	0,127	0,122	0,005
19	0,050	0,048	0,002
20	0,042	0,146	0,104
21	0,150	0,145	0,005
22	0,135	0,133	0,002
23	0,044	0,045	0,001
24	0,100	0,161	0,061
25	0,132	0,131	0,001
26	0,047	0,045	0,002
27	0,168	0,165	0,003
28	0,092	0,088	0,004
29	0,041	0,043	0,002

D.1.2 А н а л и з

Данные y_{j1} , y_{j2} и $w_j = |y_{j1} - y_{j2}|$ представлены в таблице D.1. Анализ проводился по методике, изложенной в 8.2.

На рисунке D.1 представлена диаграмма отклонений от средних значений, полученных в первый и второй дни ($y_{jk} - \bar{y}_j$) в функции номера пробы j . Диаграмма и применение критерия Кохрена указывают, что расхождения (диапазоны изменений) для проб с номерами 20 и 24 являются выбросами. Такое большое расхождение вероятнее всего обусловлено ошибками при регистрации данных. Значения, соответствующие этим пробам, были изъяты из выполненного по формуле (12) расчета стандартного отклонения $s_{I(TO)}$ промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами (время + оператор), которое оказалось равным

$$s_{I(TO)} = \sqrt{\frac{1}{2 \times 27} \sum_{j=1}^{27} w_j^2} = 2,87 \times 10^{-3}.$$

D.2 Пример 2. Получение стандартного отклонения промежуточной прецизионности с изменяющимся фактором времени посредством межлабораторного эксперимента

D.2.1 Сведения общего характера

а) Метод измерений

Определение содержания ванадия в стали методом атомно-абсорбционной спектроскопии, описанным в инструкции к эксперименту. Результаты исследования выражают в процентах по массе.

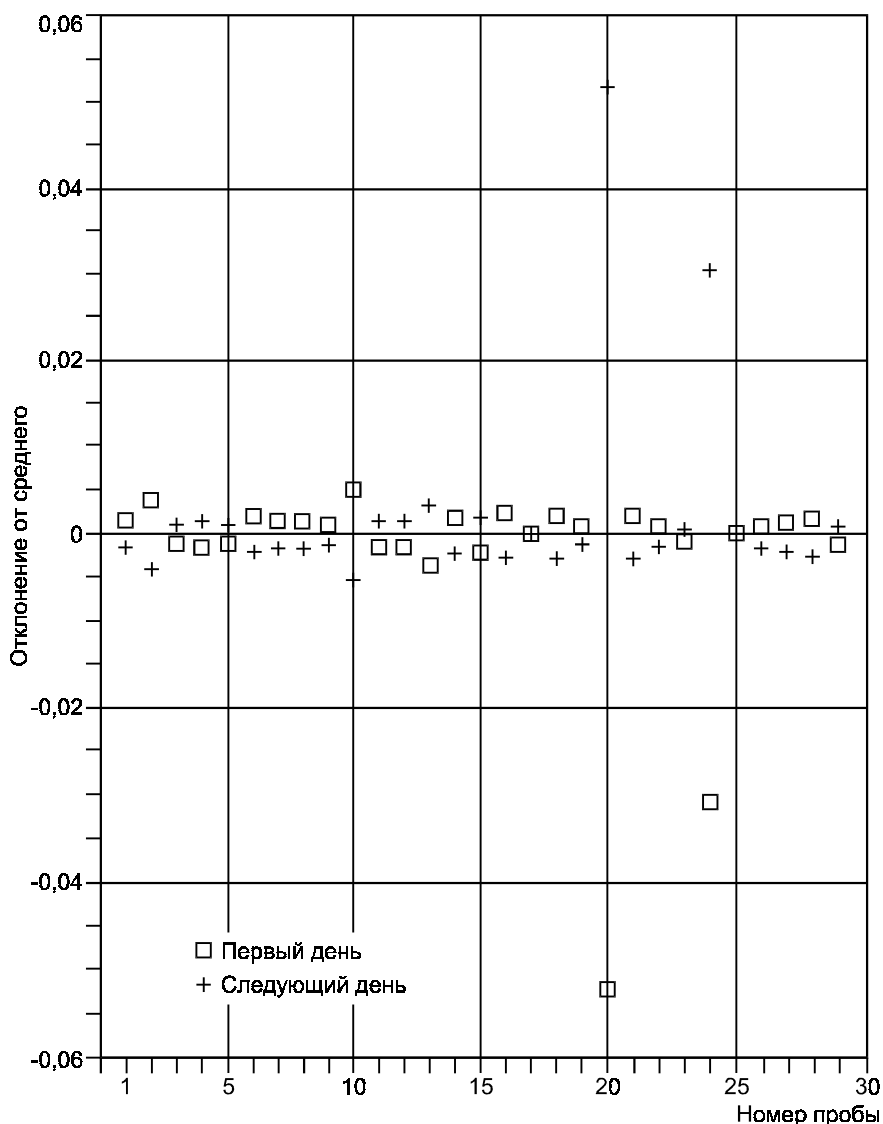


Рисунок D.1 — Содержание углерода в стали. Отклонения от среднего значения результатов измерений, полученных в первый и второй дни, для различных проб

b) Источник

ИСО/ТК 17 Сталь/ПК 1, Методы определения химического состава. Эксперимент проводился в мае 1985 г.

с) Схема эксперимента.

Трехфакторный ступенчато вложенный эксперимент осуществлялся с участием 20 лабораторий, каждая из которых представляла два результата измерений в условиях повторяемости в первый день и еще один результат — на следующий день на каждом из шести уровней, предусмотренных в эксперименте. Все измерения в каждой лаборатории выполнялись одним оператором, с использованием одного и того же измерительного оборудования.

D.2.2 Анализ

Данные для всех шести уровней представлены в таблице D.2.

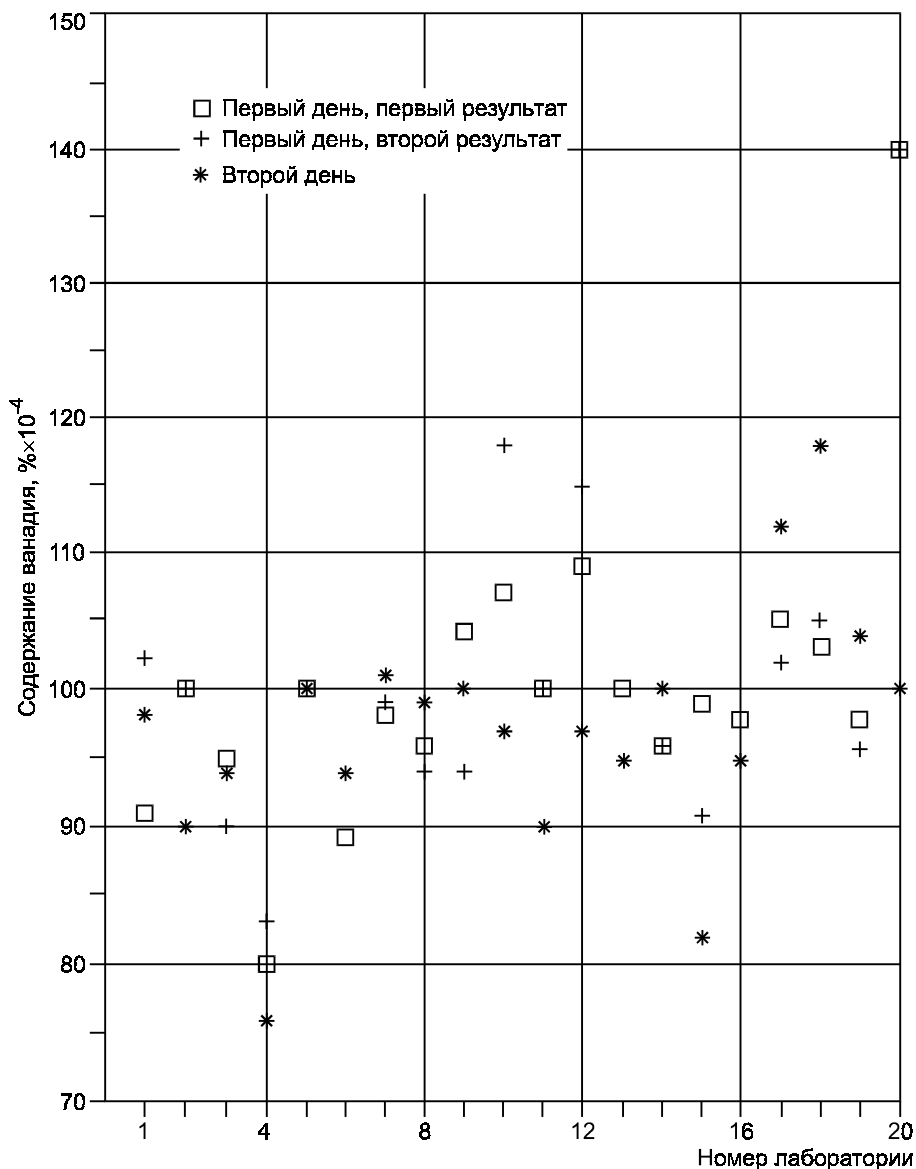


Рисунок D.2 — Содержание ванадия в стали. Результаты измерений, полученные в первый и второй дни на уровне 1 в различных лабораториях

Анализ дисперсии дается только для одного из уровней, а именно для уровня 1.

Диаграмма данных (результаты измерений, проводимых в первый и второй дни в функции номера лаборатории i) приведена на рисунке D.2. Диаграмма свидетельствует о том, что лаборатория 20 — выпадающая. Имеет место большое расхождение между результатом измерений во второй день и средним значением в первый день по сравнению с результатами измерений в других лабораториях. Данная лаборатория была исключена из расчетов показателей прецизионности.

В соответствии с С.1 приложения С были рассчитаны значения $w_{i(1)}$, $w_{i(2)}$, $\bar{y}_{i(2)}$, и результаты представлены в таблице D.3.

Т а б л и ц а D.2 — Исходные данные. Содержание ванадия, % по массе

Номер лабора- тории <i>i</i>	Уровень 1 (0,01 %)			Уровень 2 (0,04 %)			Уровень 3 (0,1 %)			Уровень 4 (0,2 %)			Уровень 5 (0,5 %)			Уровень 6 (0,75 %)		
	День первый		День второй	День первый		День второй	День первый		День второй	День первый		День второй	День первый		День второй	День первый		День второй
	y_{i1}	y_{i2}	y_{i3}	y_{i1}	y_{i2}	y_{i3}	y_{i1}	y_{i2}	y_{i3}	y_{i1}	y_{i2}	y_{i3}	y_{i1}	y_{i2}	y_{i3}	y_{i1}	y_{i2}	y_{i3}
1	0,009 1	0,010 2	0,009 8	0,038 2	0,038 8	0,038 5	0,101	0,103	0,102	0,214	0,211	0,210	0,514	0,510	0,513	0,755	0,753	0,751
2	0,010 0	0,010 0	0,009 0	0,041 0	0,041 0	0,039 0	0,111	0,111	0,108	0,220	0,220	0,215	0,520	0,540	0,540	0,800	0,755	0,750
3	0,009 5	0,009 0	0,009 4	0,039 0	0,038 0	0,037 0	0,108	0,110	0,107	0,213	0,215	0,215	0,500	0,514	0,504	0,738	0,730	0,724
4	0,008 0	0,008 3	0,007 7	0,037 4	0,036 1	0,038 2	0,109	0,106	0,104	0,214	0,222	0,201	0,519	0,518	0,518	0,744	0,742	0,732
5	0,010 0	0,010 0	0,010 0	0,035 0	0,037 0	0,037 0	0,103	0,103	0,110	0,210	0,210	0,205	0,495	0,500	0,512	0,743	0,753	0,750
6	0,008 9	0,009 4	0,009 4	0,036 8	0,036 8	0,037 7	0,106	0,106	0,108	0,232	0,240	0,221	0,526	0,532	0,513	0,733	0,740	0,746
7	0,009 8	0,009 9	0,010 1	0,037 6	0,038 0	0,038 4	0,107	0,105	0,108	0,215	0,215	0,216	0,521	0,519	0,526	0,754	0,756	0,756
8	0,009 6	0,009 4	0,009 9	0,037 9	0,036 6	0,037 9	0,108	0,107	0,108	0,193	0,195	0,210	0,507	0,493	0,511	0,732	0,729	0,732
9	0,010 4	0,009 4	0,010 0	0,036 5	0,037 0	0,036 7	0,104	0,106	0,105	0,211	0,205	0,213	0,509	0,515	0,515	0,734	0,738	0,747
10	0,010 7	0,011 8	0,009 7	0,037 0	0,037 5	0,038 0	0,105	0,110	0,105	0,210	0,220	0,225	0,520	0,520	0,525	0,760	0,760	0,765
11	0,010 0	0,010 0	0,009 0	0,038 0	0,038 0	0,037 5	0,102	0,102	0,102	0,213	0,211	0,214	0,513	0,516	0,514	0,746	0,748	0,746
12	0,010 9	0,011 5	0,009 7	0,039 0	0,039 0	0,039 0	0,101	0,108	0,105	0,208	0,215	0,210	0,509	0,528	0,510	0,758	0,748	0,750
13	0,010 0	0,009 5	0,009 5	0,037 5	0,037 5	0,037 5	0,103	0,104	0,108	0,212	0,222	0,215	0,510	0,520	0,505	0,735	0,755	0,750
14	0,009 6	0,009 6	0,010 0	0,037 4	0,037 4	0,038 9	0,104	0,106	0,110	0,218	0,218	0,212	0,520	0,528	0,522	0,740	0,735	0,742
15	0,009 9	0,009 1	0,008 2	0,038 1	0,037 5	0,039 2	0,109	0,106	0,107	0,214	0,210	0,211	0,510	0,510	0,515	0,749	0,729	0,744
16	0,009 8	0,010 0	0,009 5	0,037 3	0,037 7	0,039 7	0,105	0,105	0,104	0,215	0,212	0,218	0,519	0,517	0,531	0,754	0,751	0,759
17	0,010 5	0,010 2	0,011 2	0,038 9	0,038 2	0,037 3	0,107	0,108	0,104	0,214	0,210	0,209	0,517	0,515	0,514	0,735	0,728	0,741
18	0,010 3	0,010 5	0,011 8	0,038 2	0,038 0	0,037 4	0,103	0,104	0,103	0,224	0,218	0,217	0,515	0,514	0,517	0,788	0,798	0,787
19	0,009 8	0,009 6	0,010 4	0,038 3	0,037 5	0,036 6	0,110	0,109	0,104	0,217	0,215	0,215	0,530	0,525	0,520	0,755	0,745	0,740
20	0,014 0	0,014 0	0,010 0	0,037 0	0,040 8	0,036 9	0,104	0,106	0,107	0,214	0,214	0,203	0,518	0,518	0,481	0,730	0,737	0,658

Таблица D.3 — Значения $w_{i(1)}$, $w_{i(2)}$ и $\bar{y}_{i(2)}$

Номер лаборатории i	$w_{i(1)}$	$w_{i(2)}$	$\bar{y}_{i(2)}$
1	0,001 1	0,000 15	0,009 700
2	0,000 0	0,001 00	0,009 667
3	0,000 5	0,000 15	0,009 300
4	0,000 3	0,000 45	0,008 000
5	0,000 0	0,000 00	0,010 000
6	0,000 5	0,000 25	0,009 233
7	0,000 1	0,000 25	0,009 933
8	0,000 2	0,000 40	0,009 633
9	0,001 0	0,000 10	0,009 933
10	0,001 1	0,001 55	0,010 733
11	0,000 0	0,001 00	0,009 667
12	0,000 6	0,001 50	0,010 700
13	0,000 5	0,000 25	0,009 667
14	0,000 0	0,000 40	0,009 733
15	0,000 8	0,001 30	0,009 067
16	0,000 2	0,000 40	0,009 767
17	0,000 3	0,000 85	0,010 633
18	0,000 2	0,001 40	0,010 867
19	0,000 2	0,000 70	0,009 933

Суммы квадратов $w_{i(1)}$, $w_{i(2)}$ и $\bar{y}_{i(2)}$ и среднее значение \bar{y} равны:

$$\sum_i w_{i(1)}^2 = 5,52 \times 10^{-6},$$

$$\sum_i w_{i(2)}^2 = 12,44 \times 10^{-6},$$

$$\sum_i (\bar{y}_{i(2)})^2 = 1\,832,16 \times 10^{-6},$$

$$\bar{y} = \frac{1}{19} \sum_i \bar{y}_{i(2)} = 0,009\,798\,25.$$

Из этих значений получены суммы квадратов SSO, SS1 и SSe и сведены в таблицу ANOVA (см. таблицу D.4).

Несмещенные оценки дисперсии между лабораториями $s_{(0)}^2$, между днями в пределах лаборатории $s_{(1)}^2$ и оценка дисперсии повторяемости s_r^2 составляют:

$$s_{(0)}^2 = 0,278 \times 10^{-6},$$

$$s_{(1)}^2 = 0,218 \times 10^{-6},$$

$$s_r^2 = 0,145 \times 10^{-6}.$$

Стандартные отклонения воспроизводимости s_R , промежуточной прецизионности с изменяющимся фактором времени $s_{I(T)}$ и повторяемости s_r имеют следующие значения:

$$s_R = \sqrt{s_r^2 + s_{(1)}^2 + s_{(0)}^2} = 0,801 \times 10^{-3},$$

$$s_{I(T)} = \sqrt{s_r^2 + s_{(1)}^2} = 0,603 \times 10^{-3},$$

$$s_r = \sqrt{s_r^2} = 0,381 \times 10^{-3}.$$

Значения этих стандартных отклонений для всех шести уровней содержания ванадия сведены в таблицу D.5 и представлены на рисунке D.3.

Т а б л и ц а D.4 — Анализ ANOVA. Содержание ванадия

Источник	Сумма квадратов	Степень свободы	Средний квадрат	Ожидаемый средний квадрат
0 (лаборатория)	$24,16 \times 10^{-6}$	18	$1,342 \times 10^{-6}$	$\sigma_r^2 + \frac{5}{3} \sigma_{(1)}^2 + 3 \sigma_{(0)}^2$
1 (день)	$8,29 \times 10^{-6}$	19	$0,436 \times 10^{-6}$	$\sigma_r^2 + \frac{4}{3} \sigma_{(1)}^2$
Остаток	$2,76 \times 10^{-6}$	19	$0,145 \times 10^{-6}$	σ_r^2
Сумма	$35,21 \times 10^{-6}$	56		

Т а б л и ц а D.5 — Значения s_r , $s_{I(T)}$ и s_R для шести уровней содержания ванадия в стали, в процентах по массе

Уровень	Номер выпадающей лаборатории	Среднее значение	s_r	$s_{I(T)}$	s_R
1	20	0,009 8	$0,381 \times 10^{-3}$	$0,603 \times 10^{-3}$	$0,801 \times 10^{-3}$
2	2	0,037 8	$0,820 \times 10^{-3}$	$0,902 \times 10^{-3}$	$0,954 \times 10^{-3}$
3	—	0,105 9	$1,739 \times 10^{-3}$	$2,305 \times 10^{-3}$	$2,650 \times 10^{-3}$
4	6 и 8	0,213 8	$3,524 \times 10^{-3}$	$4,710 \times 10^{-3}$	$4,826 \times 10^{-3}$
5	20	0,516 4	$6,237 \times 10^{-3}$	$6,436 \times 10^{-3}$	$9,412 \times 10^{-3}$
6	20	0,748 4	$9,545 \times 10^{-3}$	$9,545 \times 10^{-3}$	$15,962 \times 10^{-3}$

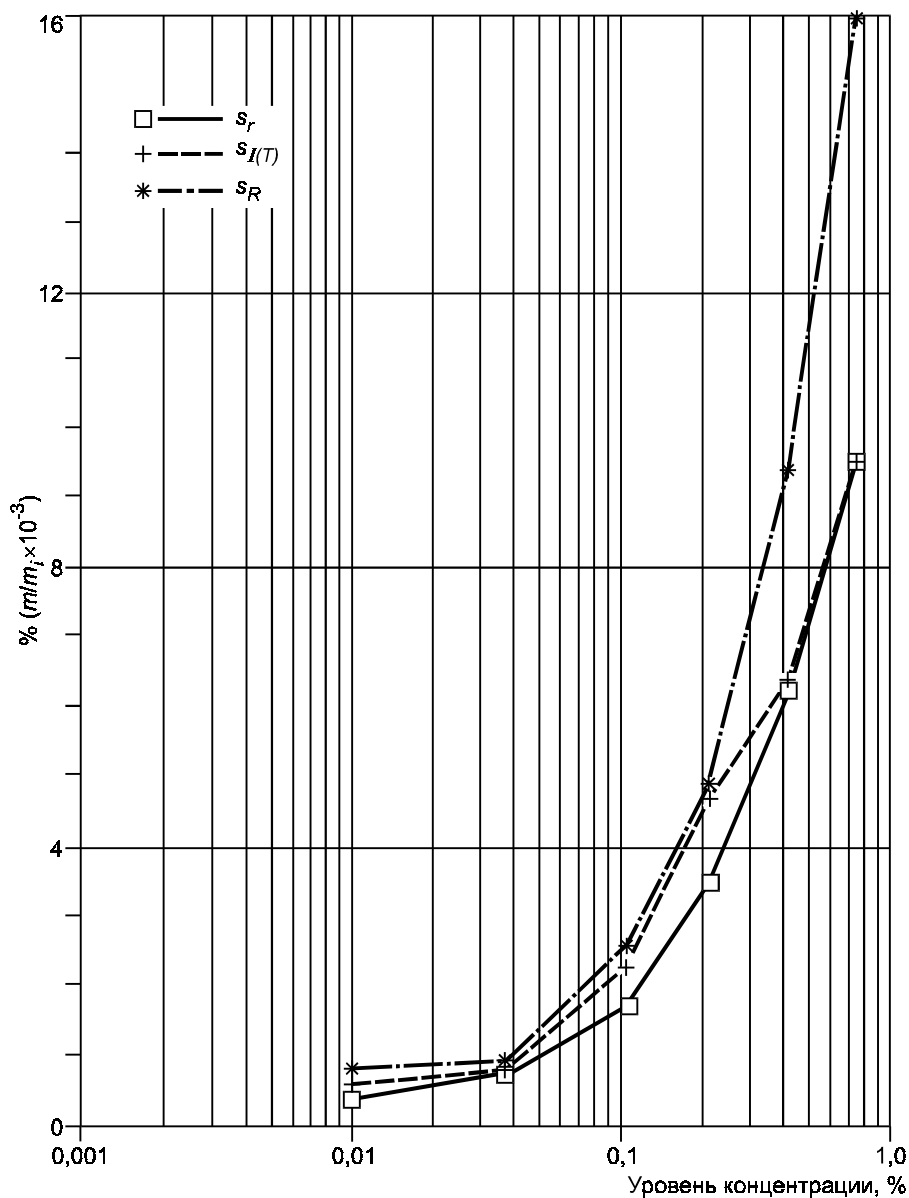


Рисунок D.3 — Содержание ванадия в стали. Стандартные отклонения повторяемости s_r , промежуточной прецизионности с изменяющимся фактором времени $s_{I(T)}$ и воспроизводимости s_R как функции уровня концентрации

ПРИЛОЖЕНИЕ Е
(справочное)

Библиография

- [1] ISO 3534-1:1993 Statistics-Vocabulary and symbols — Part1: Statistical methods. Terms and definitions
- [2] ISO Guide 33: 1989. Use of certified reference materials
- [3] ISO Guide 35: 1989. Certification of reference materials — General and statistical principles
- [4] ISO 3534-3:1985 Statistics-Vocabulary and symbols — Part3: Design of experiments

УДК 389.14:006.354

ОКС 17.020

T80

ОКСТУ 0008

Ключевые слова: измерение, испытания, метод измерений, стандартизация метода измерений, результаты измерений, результаты испытаний, точность, правильность, прецизионность, систематическая погрешность, повторяемость, воспроизводимость, случайная погрешность, эксперимент по оценке точности, альтернативный метод измерений, статистический анализ

Редактор *В.П. Огурицов*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 30.05.2002. Подписано в печать 02.07.2002. Усл. печ. л. 4,65.
Уч.-изд. л. 3,20. Тираж 725 экз. С 6284. Зак. 555.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

**ТОЧНОСТЬ (ПРАВИЛЬНОСТЬ
И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ) МЕТОДОВ
И РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ**

Часть 4

**Основные методы определения правильности
стандартного метода измерений**

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» Госстандарта России (ВНИИМС), Всероссийским научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИСтандарт), Всероссийским научно-исследовательским институтом классификации, терминологии и информации по стандартизации и качеству (ВНИИКИ) Госстандарта России

ВНЕСЕН Управлением метрологии и Научно-техническим управлением Госстандарта России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 23 апреля 2002 г. № 161-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 5725-4:1994 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

Предисловие к государственным стандартам Российской Федерации ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 — ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 под общим заголовком «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений»	IV
Предисловие к международному стандарту ИСО 5725	VII
Введение к международному стандарту ИСО 5725	VIII
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Определения	2
4 Определение систематической погрешности стандартного метода измерений посредством межлабораторного эксперимента	2
4.1 Статистическая модель	2
4.2 Требования к стандартному образцу	2
4.3 Основные требования к схемам организации эксперимента по оценке систематической погрешности метода измерений	3
4.4 Ссылки на ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р ИСО 5725-2	3
4.5 Необходимое количество лабораторий	3
4.6 Статистическая оценка	4
4.7 Интерпретация результатов статистической оценки	4
5 Определение систематической погрешности лаборатории при реализации стандартного метода измерений	6
5.1 Выполнение эксперимента	6
5.2 Ссылки на ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р ИСО 5725-2	6
5.3 Количество результатов измерений	6
5.4 Выбор стандартных образцов	7
5.5 Статистический анализ	7
6 Доклад совету экспертов и решения, им принимаемые	8
6.1 Доклад эксперта по статистике	8
6.2 Решения совета экспертов	8
7 Использование данных о правильности	8
Приложение А Условные обозначения и сокращения, используемые в ГОСТ Р ИСО 5725	9
Приложение В Пример эксперимента по оценке точности	11
В.1 Описание эксперимента	11
В.2 Оценка прецизионности	11
В.3 Оценка правильности	11
В.4 Дальнейший анализ	11
Приложение С Вывод соотношений	21
С.1 Формулы (5) и (6) (см. 4.5)	21
С.2 Формулы (19) и (20) (см. 5.3)	22
Приложение D Библиография	22

**ПРЕДИСЛОВИЕ К ГОСУДАРСТВЕННЫМ СТАНДАРТАМ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 — ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 ПОД ОБЩИМ ЗАГОЛОВКОМ
«ТОЧНОСТЬ (ПРАВИЛЬНОСТЬ И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ) МЕТОДОВ И РЕЗУЛЬТАТОВ
ИЗМЕРЕНИЙ»**

Целью разработки государственных стандартов Российской Федерации ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-5—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002, далее — ГОСТ Р ИСО 5725, является прямое применение в Российской Федерации шести частей основополагающего Международного стандарта ИСО 5725 под общим заголовком «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений» в практической деятельности по метрологии (разработке, аттестации и применению методик выполнения измерений), стандартизации методов контроля (испытаний, измерений, анализа), испытаниям продукции, в том числе для целей подтверждения соответствия, оценке компетентности испытательных лабораторий согласно требованиям ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2000.

ГОСТ Р ИСО 5725 представляют собой полный аутентичный текст шести частей международного стандарта ИСО 5725, в том числе:

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».

Каждая часть содержит аутентичный перевод предисловия и введения к международному стандарту ИСО 5725, а также предисловие к государственным стандартам Российской Федерации (ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 — ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002) и издается самостоятельно.

Пользование частями 2—6 ГОСТ Р ИСО 5725 в отдельности возможно только совместно с частью 1 (ГОСТ Р ИСО 5725-1), в которой установлены основные положения и определения, касающиеся всех частей ГОСТ Р ИСО 5725.

В соответствии с основными положениями ИСО 5725-1 (пункт 1.2) настоящий стандарт распространяется на методы измерений непрерывных (в смысле принимаемых значений в измеряемом диапазоне) величин, дающие в качестве результата измерений единственное значение. При этом это единственное значение может быть и результатом расчета, основанного на ряде измерений одной и той же величины.

Стандарты ИСО 5725 могут применяться для оценки точности выполнения измерений различных физических величин, характеризующих измеряемые свойства того или иного объекта, в соответствии со стандартизованной процедурой. При этом в пункте 1.2 ИСО 5725-1 особо отмечено, что стандарт может применяться для оценки точности выполнения измерений состава и свойств очень широкой номенклатуры материалов, включая жидкости, порошкообразные и твердые материалы — продукты материального производства или существующие в природе, при условии, что учитывают любую неоднородность материала.

Применяемый в международных стандартах термин «стандартный метод измерений» адекватен отечественному термину «стандартизованный метод измерений».

В ИСО 5725: 1994—1998 и ИСО/МЭК 17025—99 понятие «метод измерений» («measurement method») включает совокупность операций и правил, выполнение которых обеспечивает получение результатов с известной точностью. Таким образом, понятие «метод измерений» по ИСО 5725 и ИСО/МЭК 17025 адекватно понятию «методика выполнения измерений (МВИ)» по ГОСТ Р 8.563—96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений» (пункт 3.1) и соответственно значительно шире по смыслу, чем определение термина «метод

измерений» в Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 29—99 «Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения» (пункт 7.2).

Более того, в оригинале ИСО 5725 очень часто употребляется в качестве понятия «метод измерений» и английский термин «test method», перевод которого на русский язык — «метод испытаний» (см. примечание 1 к пункту 3.2 ИСО 5725-1) и который по смыслу совпадает с термином 6.2 ИСО 5725-1 «standard measurement method» (стандартизованный метод измерений). Соответственно в качестве термина «результат измерений» в оригинале стандарта чаще используется английский термин «test result» (см. пункт 3.2 ИСО 5725-1), причем в контексте как с термином «test method» (см. пункт 3.2), так и с термином «measurement method» (см. в оригинале, например, пункты 1.2 или 7.2.1 ИСО 5725-1).

При этом следует иметь в виду, что область применения ИСО 5725 — точность стандартизованных методов измерений, в том числе предназначенных для целей испытаний продукции, позволяющих количественно оценить характеристики свойств (показателей качества и безопасности) объекта испытаний (продукции). Именно поэтому во всех частях стандарта результаты измерений характеристик образцов, взятых в качестве выборки из партии изделий (или проб, отобранных из партии материала), являются основой для получения результатов испытаний всей партии (объекта испытаний). Когда объектом испытаний является конкретный образец (test specimen, sample), результаты измерений и испытаний могут совпадать. Такой подход имеет место в примерах по определению показателей точности стандартного (стандартизованного) метода измерений, содержащихся в ИСО 5725.

Следует отметить, что в отечественной метрологии точность (accuracy) и погрешность (error) результатов измерений, как правило, определяются сравнением результата измерений с истинным или действительным (условно истинным) значением измеряемой физической величины (являющимися фактически эталонными значениями измеряемых величин, выраженными в законных единицах).

В условиях отсутствия необходимых эталонов, обеспечивающих воспроизведение, хранение и передачу соответствующих значений единиц величин, необходимых для оценки погрешности (точности) результатов измерений, и в отечественной, и в международной практике за действительное значение зачастую принимают общее среднее значение (математическое ожидание) установленной (заданной) совокупности результатов измерений. В ИСО 5725 эта ситуация отражена в термине «принятое опорное значение» (см. пункты 3.5 и 3.6 ГОСТ Р ИСО 5725-1) и рекомендуется ГОСТ Р ИСО 5725-1 для использования в этих случаях и в отечественной практике.

Термины «правильность» (trueness) и «прецизионность» (precision) в отечественных нормативных документах по метрологии до настоящего времени не использовались. При этом «правильность» — степень близости результата измерений к истинному или условно истинному (действительному) значению измеряемой величины или в случае отсутствия эталона измеряемой величины — степень близости среднего значения, полученного на основании большой серии результатов измерений (или результатов испытаний) к принятому опорному значению. Показателем правильности обычно является значение систематической погрешности (см. пункт 3.7 ГОСТ Р ИСО 5725-1).

В свою очередь «прецизионность» — степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных в конкретных установленных условиях. Эта характеристика зависит только от случайных факторов и не связана с истинным или условно истинным значением измеряемой величины (см. пункт 3.12 ГОСТ Р ИСО 5725-1). Мера прецизионности обычно вычисляется как стандартное (среднеквадратическое) отклонение результатов измерений, выполненных в определенных условиях. Количественные значения мер прецизионности существенно зависят от заданных условий. Экстремальные показатели прецизионности — повторяемость, сходимость (repeatability) и воспроизводимость (reproducibility) регламентируют и в отечественных нормативных документах, в том числе в большинстве государственных стандартов на методы контроля (испытаний, измерений, анализа) (см. пункты 3.12 — 3.20 ГОСТ Р ИСО 5725-1).

В соответствии с ИСО 5725 цель государственных стандартов ГОСТ Р ИСО 5725 состоит в том, чтобы:

- а) изложить основные положения, которые следует иметь в виду при оценке точности (правильности и прецизионности) методов и результатов измерений при их применении, а также при планировании экспериментов по оценке различных показателей точности (ГОСТ Р ИСО 5725-1);
- б) регламентировать основной способ экспериментальной оценки повторяемости (сходимости) и воспроизводимости методов и результатов измерений (ГОСТ Р ИСО 5725-2);

в) регламентировать процедуру получения промежуточных показателей прецизионности методов и результатов измерений, изложив условия их применения и методы оценки (ГОСТ Р ИСО 5725-3);

г) регламентировать основные способы определения правильности методов и результатов измерений (ГОСТ Р ИСО 5725-4);

д) регламентировать для применения в определенных обстоятельствах несколько альтернатив основным способам (ГОСТ Р ИСО 5725-2 и ГОСТ Р ИСО 5725-4) определения прецизионности и правильности методов и результатов измерений, приведенных в ГОСТ Р ИСО 5725-5;

е) изложить некоторые практические применения показателей правильности и прецизионности (ГОСТ Р ИСО 5725-6).

Представленные в виде таблицы рекомендации по применению основных положений ГОСТ Р ИСО 5725 в деятельности по метрологии, стандартизации, испытаниям, оценке компетентности испытательных лабораторий со ссылками на нормы государственных стандартов Российской Федерации, содержащих требования к выполнению соответствующих работ, приведены в приложении к предисловию в ГОСТ Р ИСО 5725-1.

Алгоритмы проведения экспериментов по оценке повторяемости, воспроизводимости, промежуточных показателей прецизионности, показателей правильности (характеристик систематической погрешности) методов и результатов измерений рекомендуется внедрять через программы экспериментальных метрологических исследований показателей точности (характеристик погрешности) результатов измерений, выполняемых по разрабатываемой МВИ, и (или) через программы контроля показателей точности применяемых МВИ.

Использование приведенных в приложениях А к каждому стандарту условных обозначений в качестве обязательных рекомендуется только для тех показателей точности, которые до настоящего времени в отечественной метрологической практике не использовались (например, для показателей по пунктам 3.9 — 3.12 ГОСТ Р ИСО 5725-1). Для остальных показателей и критериев используемые в ГОСТ Р ИСО 5725 условные обозначения, как правило, могут применяться наряду с условными обозначениями этих показателей и критериев, принятых в действующих отечественных документах (например, предел повторяемости (сходимости) с условным обозначением r по пункту 3.16 ГОСТ Р ИСО 5725-1 наряду с условным обозначением d , принятым для этого показателя в ряде рекомендаций по метрологии, а также в государственных стандартах на методы испытаний продукции).

ПРЕДИСЛОВИЕ К МЕЖДУНАРОДНОМУ СТАНДАРТУ ИСО 5725

Международная организация по стандартизации (ИСО) является Всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов — членов ИСО). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ИСО. Каждый член ИСО, заинтересованный в деятельности соответствующего технического комитета, имеет право быть представленным в этом комитете. Правительственные и неправительственные международные организации, сотрудничающие с ИСО, также принимают участие в этой работе. ИСО тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (МЭК) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, направляются техническим комитетам — членам ИСО на голосование перед их утверждением Советом ИСО в качестве международных стандартов. Стандарты утверждаются в качестве международных в соответствии с установленными в ИСО требованиями: в случае их одобрения по меньшей мере 75% комитетов — членов ИСО, принимавших участие в голосовании.

Международный стандарт ИСО 5725-4 был подготовлен Техническим комитетом ИСО/ТК 69 «Применение статистических методов», Подкомитетом ПК 6 «Методы и результаты измерений».

ИСО 5725 состоит из следующих частей под общим заголовком «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений»:

Часть 1. Основные положения и определения

Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений

Часть 6. Использование значений точности на практике

ИСО 5725 (части 1-6) в совокупности аннулирует и заменяет ИСО 5725:1986, область распространения которого была расширена включением правильности (в дополнение к прецизионности) и условий промежуточной прецизионности (в дополнение к условиям повторяемости и воспроизводимости).

Приложение А является обязательным для настоящей части стандарта ИСО 5725, приложения В, С и D — справочные.

ВВЕДЕНИЕ К МЕЖДУНАРОДНОМУ СТАНДАРТУ ИСО 5725

0.1 В ИСО 5725 для описания точности метода измерений используются два термина: «правильность» и «прецизионность». Термин «правильность» характеризует степень близости среднего арифметического значения большого числа результатов измерений к истинному или принятому опорному значению, термин «прецизионность» — степень близости результатов измерений друг к другу.

0.2 Общие положения об этих понятиях представлены в ИСО 5725-1 и поэтому здесь не повторяются. Эта часть ИСО 5725 должна читаться в сочетании с ИСО 5725-1, поскольку в ней даны определения и общие положения.

0.3 Правильность метода измерений имеет смысл в тех случаях, когда можно получить представление об истинном значении измеряемой характеристики (свойства). Хотя для некоторых методов измерений истинное значение измеряемой величины точно неизвестно, возможно получение ее опорного значения, например, когда имеются в распоряжении соответствующие стандартные образцы¹ или когда принятое опорное значение может быть установлено сличением с другим методом измерений или приготовленным образцом известного состава. При этом правильность метода измерений можно исследовать сопоставлением принятого опорного значения измеряемой величины с уровнем результатов измерений, полученных этим методом. Правильность, как правило, выражается термином «систематическая погрешность». Например, в химическом анализе систематическая погрешность появляется в случаях, когда метод измерений не позволяет полностью извлечь элемент или когда наличие одного элемента влияет на определение другого.

0.4 В настоящей части стандарта ИСО 5725 рассматриваются две меры правильности.

а) Систематическая погрешность метода²: если метод измерений может дать увеличение смещенного значения измеряемой величины, сохраняющееся независимо от того, где и когда выполнялось измерение, то представляет интерес установить «систематическую погрешность метода измерений» (согласно определению, данному в ИСО 5725-1). Это требует проведения эксперимента, охватывающего много лабораторий, как описано в ИСО 5725-2.

б) Систематическая погрешность лаборатории²: измерения в пределах одной лаборатории могут обнаруживать «лабораторную систематическую погрешность» (согласно определению, данному в ИСО 5725-1) (при реализации конкретного метода измерений). Если для ее оценки проводят эксперимент, он должен быть осуществлен так, чтобы оценка была действительна только на момент его проведения. Чтобы доказать, что систематическая погрешность лаборатории при реализации конкретного метода измерений не меняется во времени, требуется проведение дальнейших регулярных измерений; для этой цели можно использовать метод, описанный в ИСО 5725-6.

¹ Термин «стандартные образцы (СО)» в ИСО 5725 и ИСО/МЭК 17025 соответствует английскому термину «reference materials (RM)»; в необходимых случаях в тексте оригинала ИСО 5725-4, ИСО 5725-6 и ИСО/МЭК 17025 (пункт 5.6.3.2) используют термин «certified reference materials (CRM)», что в переводе на русский язык означает «аттестованные стандартные образцы» (см., например, пункт 4.2.1 ГОСТ Р ИСО 5725-4). В ГОСТ Р ИСО 5725, а также в ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2000 этот термин (CRM) используют применительно к государственным и отраслевым стандартным образцам (ГСО и ОСО) по ГОСТ 8.315—97. Термин «стандартные образцы предприятия (лаборатории) (СОП)» соответствует английскому термину «internal reference materials» или «private reference materials prepared by the laboratory»; последнее словосочетание переводится как «собственные стандартные образцы, приготовленные лабораторией» (см., например, пункт 6.2.2.1с ИСО 5725-6).

² Соответствующие определения даны в пунктах 3.7—3.10 ГОСТ Р ИСО 5725-1.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОЧНОСТЬ (ПРАВИЛЬНОСТЬ И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ) МЕТОДОВ И РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Часть 4

Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results.
Part 4. Basic methods for the determination of the trueness of a standard measurement method

Дата введения 2002—11—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт описывает основные способы оценки систематической погрешности метода измерений и систематической погрешности результатов измерений в лаборатории при его реализации.

1.2 Настоящий стандарт относится исключительно к методам измерений непрерывных (в смысле принимаемых значений в измеряемом диапазоне) величин, дающим в качестве результата измерений единственное значение. При этом это единственное значение может быть и результатом расчета, основанного на ряде измерений одной и той же величины.

1.3 Чтобы измерения выполнялись по единой процедуре, важно, чтобы метод измерений был стандартизован. Все измерения необходимо выполнять согласно стандартному методу.

1.4 Количественные оценки значений систематической погрешности отражают возможности метода измерений давать корректный (истинный) результат. Когда значение систематической погрешности метода измерений приводится совместно с результатом измерений, полученным данным методом, то подразумевают, что одни и те же характеристики измеряют строго одинаковым образом.

1.5 Настоящий стандарт может применяться лишь в случае, если принятое опорное значение может быть установлено в качестве условно истинного значения, например с применением эталонов или соответствующих стандартных образцов, либо ссылкой на эталонный метод измерений, либо приготовлением образца известного состава.

Стандартными образцами могли бы быть:

- а) аттестованные стандартные образцы;
- б) материалы с известными свойствами, подготовленные для проведения эксперимента;
- в) материалы, свойства которых были установлены путем измерений альтернативным методом, известным тем, что его систематическая погрешность пренебрежимо мала.

1.6 В настоящем стандарте рассматривают только случаи, когда достаточно оценить систематическую погрешность на одном уровне измеряемой характеристики в данное время. Это не применимо в случаях, когда систематическая погрешность при измерении одной характеристики подвержена влиянию уровня второй характеристики (то есть не рассматриваются взаимные влияния).

Сопоставление правильности двух методов измерений рассматривается в ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Примечание 1 — Поскольку в настоящем стандарте систематическую погрешность рассматривают только на одном уровне в данное время, индекс j для уровня опускают.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие 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 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

3 Определения

В настоящем стандарте применяют термины с определениями, представленные в ИСО 3534-1 [1] и в ГОСТ Р ИСО 5725-1.

Условные обозначения и сокращения, используемые в ГОСТ Р ИСО 5725, представлены в приложении А.

4 Определение систематической погрешности стандартного метода измерений посредством межлабораторного эксперимента

4.1 Статистическая модель

В базовой модели, описанной в 5.1 ГОСТ Р ИСО 5725-1, общее среднее значение m может быть заменено на

$$m = \mu + \delta, \quad (1)$$

где μ — принятое опорное значение измеряемой характеристики;

δ — систематическая погрешность метода измерений.

Модель принимает следующий вид

$$y = \mu + \delta + B + e. \quad (2)$$

Равенство (2) используют в случае, когда интерес представляет δ . Здесь B представляет собой лабораторную составляющую систематической погрешности стандартного метода измерений, то есть составляющую результата измерений, представляющую межлабораторную вариацию.

Систематическую погрешность лаборатории Δ представляют следующим выражением

$$\Delta = \delta + B, \quad (3)$$

поэтому модель может быть записана в виде

$$y = \mu + \Delta + e. \quad (4)$$

Равенство (4) используют в случае, когда интерес представляет Δ .

4.2 Требования к стандартному образцу

В случае использования стандартных образцов должны удовлетворяться требования, приведенные в 4.2.1 и 4.2.2. Стандартные образцы должны быть гомогенными.

4.2.1 Выбор стандартных образцов

4.2.1.1 Стандартный образец должен иметь известные характеристики, соответствующие уровню измеряемой характеристики, на котором предполагается применить стандартный метод измерений, например, уровню концентрации. В некоторых случаях важно будет включить в оценочный эксперимент серию стандартных образцов, каждый из которых соответствует отличному от другого уровню характеристики, поскольку систематические погрешности стандартного метода измерений могут быть различными на разных уровнях. Стандартный образец должен иметь матрицу, как можно более близкую к матрице материала, испытываемого стандартным методом измерений, например углерод в угле или углерод в стали.

4.2.1.2 Количество стандартного образца должно быть достаточным для выполнения полной программы эксперимента, включая некоторый резерв, если это будет признано необходимым.

4.2.1.3 Стандартный образец должен иметь стабильные характеристики в течение всего эксперимента. Имеют место три случая:

а) характеристики стабильны — в каких бы то ни было мерах предосторожности нет необходимости;

б) аттестованное значение характеристики может изменяться в зависимости от условий хранения: контейнер должен храниться как до, так и после его открытия таким образом, как это описано в аттестате на стандартный образец;

с) характеристики изменяются во времени по известному закону: представляется аттестат, содержащий аттестованное значение характеристики, установленное в определенное время.

4.2.1.4 Возможное различие между аттестованным и истинным значением, выраженное через неопределенность стандартного образца (см. Руководство ИСО 35 [2]), в методах, приводимых в настоящем стандарте, не принимают во внимание.

4.2.2 Проверка и распределение стандартного образца

В случаях, когда перед распределением происходит разделение единицы стандартного образца, это должно выполняться осторожно, чтобы избежать внесения какой-либо дополнительной погрешности. Для справок следует воспользоваться соответствующими международными стандартами по разделению (разделу) проб. Единицы стандартных образцов для распределения должны отбираться по случайному принципу. Если имеет место неразрушающий измерительный контроль, возможно предоставить всем лабораториям, участвующим в межлабораторном эксперименте, одну и ту же единицу стандартного образца, однако это увеличит продолжительность эксперимента.

4.3 Основные требования к схемам организации эксперимента по оценке систематической погрешности метода измерений

4.3.1 Целью эксперимента является оценка значения систематической погрешности метода измерений и установление, является ли она статистически значимой. Если установлено, что систематическая погрешность не является статистически значимой, то целью является определение значения максимальной систематической погрешности, которая могла бы, с определенной вероятностью, оставаться необнаруживаемой в результатах эксперимента.

4.3.2 Программа эксперимента — аналогична программе эксперимента по оценке прецизионности, описанного в 4.1 ГОСТ Р ИСО 5725-2. Различия заключаются в следующем:

а) существует дополнительное требование к использованию принятого опорного значения и

б) количество участвующих лабораторий и число результатов измерений должны также удовлетворять требованиям 4.5.

4.4 Ссылки на ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р ИСО 5725-2

Используют раздел 6 ГОСТ Р ИСО 5725-1 и разделы 5 и 6 ГОСТ Р ИСО 5725-2. При чтении частей 1 и 2 ГОСТ Р ИСО 5725 в контексте части 4 вместо терминов «прецизионность» или «повторяемость и воспроизводимость» следует употреблять термин «правильность».

4.5 Необходимое количество лабораторий

Количество лабораторий и результатов измерений, требующихся на каждом уровне, взаимозависимы. Необходимое количество лабораторий рассматривают в 6.3 ГОСТ Р ИСО 5725-1. Указания в отношении их количества, приведены ниже.

Для того, чтобы в результате эксперимента можно было достаточно надежно оценить систематическую погрешность метода (см. приложение С), минимальное количество лабораторий p и результатов измерений n должно удовлетворять следующему неравенству

$$A \sigma_R \leq \frac{\delta_m}{1,84}, \quad (5)$$

где δ_m — заданное значение систематической погрешности, которое участник эксперимента желает обнаружить в результатах эксперимента;

σ_R — стандартное отклонение воспроизводимости метода измерений.

A как функция p и n задается следующим выражением

$$A = 1,96 \sqrt{\frac{n(\gamma^2 - 1) + 1}{\gamma^2 pn}}, \quad (6)$$

где $\gamma = \sigma_R / \sigma_r$; (7)

σ_r — стандартное отклонение повторяемости метода измерений.

Значения A представлены в таблице 1.

В идеальном случае выбор сочетания количества лабораторий и повторно получаемых результатов измерений на лабораторию должен удовлетворять требованию, описанному уравнением (5)

при значении δ_m , задаваемом экспериментатором. Однако из практических соображений выбор количества лабораторий обычно представляет собой компромисс между наличием ресурсов и желанием снизить значение δ_m до удовлетворительного уровня. Если воспроизводимость метода измерений невысока, то тогда практически невозможно будет достигнуть высокой степени определенности при оценке систематической погрешности. Когда $\sigma_R > \sigma_r$ (то есть $\gamma > 1$), как это часто происходит, получением более чем двух результатов измерений на лабораторию из расчета на уровень мало чего можно достичь.

Таблица 1 — Значения неопределенности оценки систематической погрешности метода измерений

p	$\gamma = 1$			$\gamma = 2$			$\gamma = 5$		
	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$
5	0,62	0,51	0,44	0,82	0,80	0,79	0,87	0,86	0,86
10	0,44	0,36	0,31	0,58	0,57	0,56	0,61	0,61	0,61
15	0,36	0,29	0,25	0,47	0,46	0,46	0,50	0,50	0,50
20	0,31	0,25	0,22	0,41	0,40	0,40	0,43	0,43	0,43
25	0,28	0,23	0,20	0,37	0,36	0,35	0,39	0,39	0,39
30	0,25	0,21	0,18	0,33	0,33	0,32	0,35	0,35	0,35
35	0,23	0,19	0,17	0,31	0,30	0,30	0,33	0,33	0,33
40	0,22	0,18	0,15	0,29	0,28	0,28	0,31	0,31	0,31

4.6 Статистическая оценка

Результаты измерений должны быть обработаны согласно ГОСТ Р ИСО 5725-2. В частности, если выявляются выбросы, должны быть предприняты необходимые меры, чтобы изучить причины их появления, включая переоценку соответствия принятого опорного значения.

4.7 Интерпретация результатов статистической оценки

4.7.1 Проверка прецизионности

Прецизионность метода измерений выражают через s_r (оценку стандартного отклонения повторяемости) и s_R (оценку стандартного отклонения воспроизводимости). В равенствах (8)—(10) принято допущение, заключающееся в равном количестве (n) результатов измерений в каждой лаборатории. Если это условие не соблюдается, то для расчета s_r и s_R должны быть использованы соответствующие формулы, приведенные в ГОСТ Р ИСО 5725-2.

4.7.1.1 Оценку s_r^2 дисперсии повторяемости для p участвующих в эксперименте лабораторий рассчитывают следующим образом

$$s_r^2 = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p s_i^2, \quad (8)$$

$$s_i^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (y_{ik} - \bar{y}_i)^2, \quad (9)$$

$$\bar{y}_i = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n y_{ik}, \quad (10)$$

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

Для подтверждения, что между внутрилабораторными дисперсиями не существует никаких существенных различий, к дисперсиям s_i^2 необходимо применить критерий Кохрена, описанный в ГОСТ Р ИСО 5725-2. С целью более тщательного исследования потенциальных выбросов должны быть также построены диаграммы Мандела h и k , приведенные в ГОСТ Р ИСО 5725-2.

Если стандартное отклонение повторяемости стандартного метода измерений ранее не было определено в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-2, то s_r будет считаться его наилучшей оценкой. Если стандартное отклонение повторяемости σ_r стандартного метода было определено в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-2, то значение дисперсии s_r^2 может быть оценено следующим соотношением

$$C = s_r^2 / \sigma_r^2. \quad (11)$$

Статистику C сравнивают с критическим значением

$$C_{crit} = \chi_{(1-\alpha)}^2(v)/v,$$

где $\chi_{(1-\alpha)}^2(v)$ представляет собой $(1-\alpha)$ -квантиль χ^2 -распределения с $v [= p(n-1)]$ степенями свободы. Если не установлено иначе, то α принимают равным 0,05.

а) Если $C \leq C_{crit}$, то s_r^2 не значимо больше σ_r^2 .

б) Если $C > C_{crit}$, то s_r^2 значимо больше σ_r^2 .

В первом случае для оценки систематической погрешности метода измерений будет использовано стандартное отклонение повторяемости σ_r . В последнем случае необходимо исследовать причины расхождения и, возможно, повторить эксперимент.

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

$$s_R^2 = \frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (\bar{y}_i - \bar{\bar{y}})^2 + \left(1 - \frac{1}{n}\right) s_r^2 \quad (12)$$

$$\text{при } \bar{\bar{y}} = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p \bar{y}_i \quad (13)$$

Если стандартное отклонение воспроизводимости стандартного метода измерений ранее не было определено в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-2, то s_R будет его наилучшей оценкой. Если стандартные отклонения воспроизводимости σ_R и повторяемости σ_r стандартного метода измерений были определены в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-2, то s_R может быть косвенно оценено путем вычисления следующего соотношения

$$C' = \frac{s_R^2 - (1 - 1/n) s_r^2}{\sigma_R^2 - (1 - 1/n) \sigma_r^2}. \quad (14)$$

Статистику C' сравнивают с критическим значением

$$C'_{crit} = \chi_{(1-\alpha)}^2(v)/v,$$

где $\chi_{(1-\alpha)}^2(v)$ представляет собой $(1-\alpha)$ -квантиль χ^2 -распределения с $v [= p-1]$ степенями свободы. Если не установлено иначе, то α принимают равным 0,05.

а) Если $C' \leq C'_{crit}$, то $s_R^2 - (1 - 1/n) s_r^2$ не значимо больше $\sigma_R^2 - (1 - 1/n) \sigma_r^2$.

б) Если $C' > C'_{crit}$, то $s_R^2 - (1 - 1/n) s_r^2$ значимо больше $\sigma_R^2 - (1 - 1/n) \sigma_r^2$.

В первом случае для оценки правильности метода измерений будут использованы стандартные отклонения повторяемости σ_r и воспроизводимости σ_R . В последнем случае перед оценкой систематической погрешности стандартного метода измерений должно быть произведено тщательное исследование рабочих условий выполнения измерений в каждой лаборатории. Может оказаться, что некоторые лаборатории не пользовались требуемым оборудованием либо не работали в заданных условиях. При химическом анализе трудности могут возникнуть, например, из-за недостаточного контроля в лаборатории температуры, влажности окружающего воздуха, наличия в воздухе загрязняющих веществ и т. д. В результате для получения ожидаемых значений прецизионности может оказаться необходимым повторить эксперимент.

4.7.2 Оценка систематической погрешности стандартного метода измерений

Оценку систематической погрешности, полученной при оценке компетентности лабораторий, выражают равенством

$$\hat{\delta} = \bar{\bar{y}} - \mu, \quad (15)$$

где $\hat{\delta}$ может быть положительным или отрицательным.

Если абсолютная величина оцениваемой систематической погрешности меньше или равна половине ширины интервала неопределенности, установленной в соответствии с Руководством ИСО 35 [2], то нет оснований говорить о наличии систематической погрешности.

Вариация оценки систематической погрешности метода измерений является следствием изменчивости результатов измерительного процесса и выражается как стандартное отклонение, определяемое следующим образом

$$\sigma_{\hat{\delta}} = \sqrt{\frac{\sigma_R^2 - (1 - 1/n) \sigma_r^2}{p}} \quad (16)$$

в случае известных значений прецизионности, или

$$s_{\hat{\delta}} = \sqrt{\frac{s_R^2 - (1 - 1/n) s_r^2}{p}} \quad (17)$$

в случае неизвестных значений прецизионности.

Приблизительно 95 %-ный доверительный интервал для систематической погрешности метода измерений может быть рассчитан следующим образом

$$\hat{\delta} - A \sigma_R \leq \delta \leq \hat{\delta} + A \sigma_R, \quad (18)$$

где A определяется равенством (6).

Если значение σ_R неизвестно, то вместо него должна быть использована его оценка s_R , и A должно быть рассчитано при $\gamma = s_R/s_r$.

Если доверительный интервал включает в себя нулевое значение, систематическая погрешность метода измерений при уровне значимости $\alpha = 5\%$ незначима; в противном случае ее следует считать значимой.

5 Определение систематической погрешности лаборатории при реализации стандартного метода измерений

Как будет описано ниже, эксперименты одной лаборатории используют для оценки систематической погрешности лаборатории (при реализации конкретного стандартного метода измерений) при условии, что в результате межлабораторного эксперимента по оценке прецизионности, в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-2, было установлено стандартное отклонение повторяемости метода.

5.1 Выполнение эксперимента

Эксперимент должен строго соответствовать стандартному методу, а измерения должны выполняться в условиях повторяемости. Перед оценкой правильности нужно проверить прецизионность при реализации лабораторией стандартного метода измерений. Это подразумевает сопоставление внутрилабораторного стандартного отклонения с установленным стандартным отклонением повторяемости метода.

Программа эксперимента включает измерения, требуемые от одной лаборатории в эксперименте по оценке прецизионности, описанном в ГОСТ Р ИСО 5725-2. Помимо ограничения до одной лаборатории, единственным существенным различием является дополнительное требование использования принятого опорного значения.

При попытке измерить систематическую погрешность результатов лаборатории при реализации стандартного метода измерений могут оказаться не заслуживающими внимания большие затраты на такого рода эксперимент: возможно усилия могли бы затрачиваться с большей пользой, если бы проводились проверки по интервалам, как это описано в ГОСТ Р ИСО 5725-6. Если повторяемость метода измерений низка, то будет практически невозможно достичь высокой степени определенности в оценке систематической погрешности лаборатории.

5.2 Ссылки на ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р ИСО 5725-2

При чтении частей 1 и 2 ГОСТ Р ИСО 5725 в контексте части 4 вместо терминов «прецизионность» или «повторяемость и воспроизводимость» следует употреблять термин «правильность». Применительно к ГОСТ Р ИСО 5725-2 количество лабораторий составит $p = 1$, и это может оказаться удобным в том смысле, что один человек может сочетать в себе «исполнителя» и «инспектора».

5.3 Количество результатов измерений

Неопределенность в оценке систематической погрешности лабораторий при реализации кон-

кретного метода измерений зависит от повторяемости метода измерений и количества полученных результатов измерений.

Для того, чтобы в итоге эксперимента можно было с высокой вероятностью обнаружить установленное заранее значение систематической погрешности результатов измерений в лаборатории (см. приложение С), число результатов измерений n должно удовлетворять следующему неравенству

$$A_W \sigma_r \leq \frac{\Delta_m}{1,84}, \quad (19)$$

где Δ_m — заданное значение систематической погрешности лаборатории, которое хочет обнаружить экспериментатор по результатам эксперимента;

σ_r — стандартное отклонение повторяемости метода измерений и

$$A_W = \frac{1,96}{\sqrt{n}}. \quad (20)$$

5.4 Выбор стандартных образцов

В случае применения стандартного образца здесь также применяют требования, описанные в 4.2.1.

5.5 Статистический анализ

5.5.1 Проверка внутрилабораторного стандартного отклонения

Рассчитывают среднее значение \bar{y}_W n результатов измерений и s_W , а также оценку внутрилабораторного стандартного отклонения σ_W , используя следующие формулы:

$$\bar{y}_W = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n y_k, \quad (21)$$

$$s_W = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (y_k - \bar{y}_W)^2}. \quad (22)$$

Результаты измерений должны быть тщательно исследованы на наличие выбросов с использованием критерия Граббса, как это описано в 7.3.4 ГОСТ Р ИСО 5725-2.

Если известно стандартное отклонение повторяемости σ_r для стандартного метода измерений, то оценка s_W может быть получена по следующей процедуре.

Вычисляют отношение

$$C'' = (s_W / \sigma_r)^2 \quad (23)$$

и сравнивают его с критическим значением

$$C''_{crit} = \chi^2_{(1-\alpha)}(v) / v,$$

где $\chi^2_{(1-\alpha)}(v)$ представляет собой $(1 - \alpha)$ -квантиль χ^2 -распределения с $v [= n - 1]$ степенями свободы. Если не установлено иначе, то α принимают равным 0,05.

а) Если $C'' \leq C''_{crit}$ то s_W не значимо больше σ_r .

б) Если $C'' > C''_{crit}$ то s_W значимо больше σ_r .

В первом случае для оценки систематической погрешности лаборатории используют стандартное отклонение повторяемости σ_r метода измерений.

В последнем случае необходимо рассмотреть вопрос о повторении эксперимента с подтверждением на всех стадиях, что стандартный метод измерений реализуется надлежащим образом.

5.5.2 Оценка систематической погрешности лаборатории при реализации стандартного метода измерений

Оценку $\hat{\Delta}$, систематической погрешности лаборатории Δ определяют по формуле

$$\hat{\Delta} = \bar{y}_W - \mu. \quad (24)$$

Вариация оценки систематической погрешности лаборатории является следствием изменчивости результатов измерительного процесса, ее выражают как стандартное отклонение, определяемое следующим образом

$$\sigma_{\hat{\Delta}} = \sigma_r / \sqrt{n} \quad (25)$$

в случае известного значения стандартного отклонения повторяемости, или

$$s_{\hat{\Delta}} = s_w / \sqrt{n} \quad (26)$$

в случае, когда значение стандартного отклонения повторяемости неизвестно.

95%-ный доверительный интервал систематической погрешности лаборатории определяется неравенством

$$\hat{\Delta} - A_w \sigma_r \leq \Delta \leq \hat{\Delta} + A_w \sigma_r, \quad (27)$$

где A_w рассчитывают по формуле (20).

Если σ_r неизвестно, то вместо него должна быть использована его оценка s_r .

Если доверительный интервал включает в себя нулевое значение, систематическая погрешность лаборатории на уровне значимости $\alpha = 5\%$ незначима; в противном случае ее следует считать значимой.

Систематическая погрешность лаборатории при реализации стандартного метода измерений более детально рассматривается в ГОСТ Р ИСО 5725-6.

6 Доклад совету экспертов и решения, им принимаемые

6.1 Доклад эксперта по статистике

Завершив статистический анализ, эксперт по статистике должен составить доклад и представить его на рассмотрение совету экспертов.

В докладе должна быть представлена следующая информация:

- а) полный перечень наблюдений, полученных от операторов и/или инспекторов, имеющих отношение к стандартному методу измерений;
- б) полный перечень лабораторий, которые были исключены как выпадающие лаборатории, с указанием причин их исключения;
- в) полный перечень квазивыбросов и/или выбросов, которые были обнаружены, с пояснениями, были ли они объяснены и исправлены или исключены;
- г) конечные результаты соответствующих средних значений и показателей прецизионности (в виде таблицы);
- д) выводы, является ли значимой систематическая погрешность стандартного метода измерений по отношению к используемому принятому опорному значению; если да, то в доклад должны быть внесены оценки систематической погрешности для каждого уровня.

6.2 Решения совета экспертов

Совет экспертов должен обсудить доклад эксперта по статистике и принять решения по следующим вопросам.

- а) Являются ли несогласующиеся результаты измерений следствием недостатков в описании метода измерений?
- б) Какие меры должны быть приняты в отношении выпадающих лабораторий?
- в) Указывают ли результаты выпадающих лабораторий и/или комментарии, полученные от операторов и инспекторов, на необходимость усовершенствования стандартного метода измерений? Если да, то какие усовершенствования требуются?
- г) Подтверждают ли результаты эксперимента по оценке точности приемлемость метода измерений для его признания в качестве стандартного? Какие меры предполагается принять относительно его опубликования?

7 Использование данных о правильности

Согласно разделу 7 ГОСТ Р ИСО 5725-1.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Условные обозначения и сокращения, используемые в ГОСТ Р ИСО 5725

a	Отсекаемый на оси ординат отрезок в соотношении $s = a + bm$
A	Показатель, используемый для расчета неопределенности оценки
b	Угловой коэффициент прямой в соотношении $s = a + bm$
B	Лабораторная составляющая систематической погрешности измерений при реализации конкретного метода — разность между систематической погрешностью лаборатории при реализации конкретного метода измерений (конкретной МВИ) и систематической погрешностью метода измерений
B_0	Составляющая величины B , представляющая все факторы, которые не изменяются в условиях промежуточной прецизионности
$B_{(1)}, B_{(2)}$ и т.д.	Составляющие величины B , представляющие факторы, которые изменяются в условиях промежуточной прецизионности
c	Отсекаемый на оси ординат отрезок в соотношении $\lg s = c + d \lg m$
C, C', C''	Тестовые статистики
$C_{crit}, C'_{crit}, C''_{crit}$	Критические значения для статистик
CD_P	Критическая разность для вероятности P
CR_P	Критический диапазон для вероятности P
d	Угловой коэффициент прямой в соотношении $\lg s = c + d \lg m$
e	Составляющая результата измерений, представляющая случайную погрешность каждого результата измерений
f	Коэффициент критического диапазона
$F_p(v_1, v_2)$	p -квантиль F -распределения с v_1 и v_2 степенями свободы
G	Статистика Граббса
h	Статистика Мандела для межлабораторной совместимости
k	Статистика Мандела для внутрилабораторной совместимости
LCL	Нижний предел контроля (действия либо предупреждения)
m	Общее среднее значение измеряемой характеристики; уровень
M	Количество факторов, рассматриваемых в условиях промежуточной прецизионности
N	Количество повторений (итераций)
n	Количество результатов измерений, полученных в одной лаборатории на одном уровне (т.е. в пределах ячейки — базового элемента)
p	Количество лабораторий, участвующих в межлабораторном эксперименте
P	Вероятность
q	Количество уровней измеряемой характеристики в межлабораторном эксперименте
r	Предел повторяемости (сходимости)
R	Предел воспроизводимости
RM	Стандартный образец
\hat{s}	Оценка стандартного отклонения
\bar{s}	Прогнозируемое стандартное отклонение
T	Итог или сумма какого-либо выражения
t	Количество объектов испытаний или групп объектов
UCL	Верхний предел контроля (действия либо предупреждения)
W	Весовой коэффициент, используемый при расчете взвешенной регрессии
w	Диапазон изменения выборки результатов измерений
x	Заданная величина, используемая для критерия Граббса
y	Результат измерений (испытаний)
\bar{y}	Среднее арифметическое значение результатов измерений (испытаний)
\underline{y}	Общее среднее значение результатов измерений (испытаний)
α	Уровень значимости
β	Вероятность ошибки второго рода

γ	Отношение стандартного отклонения воспроизводимости к стандартному отклонению повторяемости (сходимости) (σ_R/σ_r)
Δ	Систематическая погрешность лаборатории при реализации конкретного стандартного метода измерений (конкретной МВИ)
$\widehat{\Delta}$	Оценка Δ
δ	Систематическая погрешность метода измерений
$\widehat{\delta}$	Оценка δ
λ	Поддающаяся обнаружению разность между систематическими погрешностями двух лабораторий при реализации одного и того же метода измерений или систематическими погрешностями двух методов измерений (МВИ) одного и того же назначения на идентичных образцах
μ	Истинное или принятое опорное значение измеряемой величины (характеристики)
ν	Число степеней свободы
ρ	Поддающееся обнаружению соотношение между стандартными отклонениями повторяемости (сходимости) для методов В и А
σ	Истинное (действительное) значение стандартного отклонения
τ	Составляющая результата измерений, представляющая изменение, обусловленное временем, прошедшим с момента последней калибровки
ϕ	Поддающееся обнаружению соотношение между квадратными корнями из межлабораторных средних квадратов для методов В и А
$\chi_p^2(\nu)$	p -квантиль χ^2 -распределения с ν степенями свободы

Символы, используемые в качестве подстрочных индексов

C	Различие, определяемое калибровкой
E	Различие, определяемое оборудованием
i	Идентификатор для конкретной лаборатории
$I(\)$	Идентификатор для промежуточных мер прецизионности; в скобках — идентификация типа промежуточной ситуации
j	Идентификатор для уровня (ГОСТ Р ИСО 5725-2)
k	Идентификатор для группы испытаний или для фактора (ГОСТ Р ИСО 5725-3)
L	Межлабораторный
m	Идентификатор для поддающейся обнаружению систематической погрешности
M	Различие, обусловленное неидентичностью проб (образцов)
O	Различие, определяемое сменой оператора
P	Вероятность
r	Повторяемость
R	Воспроизводимость
T	Различие, обусловленное периодом (временем), в течение которого проводят измерения или оценочный эксперимент
W	Внутрилабораторный
1, 2, 3 ...	Для результатов измерений, нумеруемых в порядке их получения
(1), (2), (3) ...	Для результатов измерений (испытаний), нумеруемых в порядке возрастания измеряемой величины

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(справочное)

Пример эксперимента по оценке точности

В.1 Описание эксперимента

Эксперимент по оценке точности определения содержания марганца в железных рудах методом атомной абсорбции проводился Техническим комитетом ИСО/ТК 102 «Железные руды» с использованием пяти исследуемых образцов с принятыми опорными значениями (μ), приведенными в таблице В.1 (эти значения лабораториям не сообщались). Каждая лаборатория получила для каждого уровня по две наугад отобранные колбы с исследуемой пробой и провела параллельные анализы из каждой колбы. Две колбы использовались для подтверждения отсутствия различий между ними. Анализы были выполнены таким образом, чтобы в случае отсутствия различий между колбами четыре результата анализа могли быть признаны полученными в условиях повторяемости. Анализ результатов показал, что различие между колбами действительно было несущественным; пробы были признаны гомогенными. Такие результаты от каждой лаборатории могут быть признаны параллельными определениями в условиях повторяемости. Результаты анализов представлены в таблице В.2. Средние значения по лабораториям и дисперсии для каждого из пяти исследуемых образцов представлены в таблице В.3.

В.2 Оценка прецизионности

С целью оценки прецизионности химико-аналитического метода данные были подвергнуты анализу согласно процедуре, описанной в ГОСТ Р ИСО 5725-2. Результаты измерений для каждого уровня представлены на рисунках В.1 — В.5.

Квазивыбросы и выбросы как для критерия Кохрена, так и для критерия Граббса были идентифицированы и сведены в таблицу В.4. Точки на рисунках В.1 — В.5 в прямоугольных рамках означают, что соответствующие результаты измерений были идентифицированы как выбросы. Таблица В.4 демонстрирует, что в качестве выбросов были идентифицированы семь результатов; среди них пять принадлежали двум лабораториям (№ 10 и № 19). Один результат был идентифицирован как квазивыброс; он принадлежал той же лаборатории (№ 10).

Значения статистик h и k представлены на рисунках В.6 и В.7. Значения h (рисунок В.6) отчетливо свидетельствуют, что лаборатория № 10 получает очень низкие результаты; два из них (уровни 2 и 3) были идентифицированы как выбросы. По этой причине было решено полностью исключить результаты лаборатории № 10; это должно бы стать предметом особого рассмотрения и принятия необходимых мер. Кроме того, были отбракованы данные на уровне 1 в лаборатории № 7, идентифицированные как выброс согласно критерию Граббса. Значения k (рисунок В.7) свидетельствуют о том, что лаборатории № 10, № 17 и № 19 имеют тенденцию к получению несколько более высокой внутрилабораторной вариации по сравнению с остальными. Здесь опять же необходимо принять соответствующие меры в форме обследования этих лабораторий или, в случае необходимости, в форме ужесточения процедуры выполнения измерений. Было также решено отбраковать выбросы, идентифицированные согласно критерию Кохрена; т.е. данные на уровнях 3 и 5 в лаборатории № 19 и на уровне 5 в лаборатории № 17.

Затем на основе оставшихся данных были рассчитаны стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости. Результаты расчета суммированы в таблице В.5 и представлены в виде графика в функции уровня на рисунке В.8. Рисунок В.8 свидетельствует о том, что имеет место линейная зависимость показателей прецизионности от уровня концентрации, причем соответствующие уравнения линейной регрессии стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости в функции от уровней концентрации выглядят следующим образом:

$$s_r = 0,000\ 579 + 0,008\ 85m,$$

$$s_R = 0,000\ 737 + 0,015\ 57m.$$

В.3 Оценка правильности

Правильность метода измерений была оценена путем расчета 95%-ных доверительных интервалов систематической погрешности метода с использованием соотношения (19) и определения положения этих интервалов относительно нуля (таблица В.5). Поскольку на уровнях 3 — 5 эти доверительные интервалы охватывают нулевое значение, систематическая погрешность данного метода измерений не является значимой на уровнях высоких концентраций марганца 3 — 5; поскольку на уровнях 1 и 2 доверительные интервалы не охватывают нулевого значения, систематическая погрешность является значимой на уровнях низких концентраций 1 и 2.

В.4 Дальнейший анализ

Из исходных данных может быть получена более подробная информация посредством выполнения дополнительного анализа, такого как регрессионный анализ для \bar{y} в функции от μ .

ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002

Т а б л и ц а В.1 — Содержание марганца в железных рудах. Принятые опорные значения

Уровень	1	2	3	4	5
Принятое опорное значение μ , % Mn	0,010 0	0,093 0	0,401 0	0,777 0	2,530 0

Т а б л и ц а В.2 — Содержание марганца в железных рудах. Результаты анализа, в процентах Mn

Номер лаборатории	Номер колбы	Уровень									
		1		2		3		4		5	
1	1	0,0118	0,0121	0,0880	0,0875	0,408	0,407	0,791	0,791	2,584	2,560
	2	0,0121	0,0121	0,0865	0,0867	0,407	0,408	0,794	0,801	2,535	2,545
2	1	0,0131	0,0115	0,0894	0,0861	0,411	0,405	0,760	0,766	2,543	2,591
	2	0,0115	0,0115	0,0887	0,0867	0,406	0,399	0,766	0,783	2,516	2,567
3	1	0,0118	0,0112	0,0864	0,0849	0,410	0,403	0,752	0,767	2,526	2,463
	2	0,0110	0,0104	0,0867	0,0896	0,408	0,400	0,755	0,753	2,515	2,493
4	1	0,0107	0,0121	0,0881	0,0892	0,402	0,402	0,780	0,750	2,560	2,520
	2	0,0114	0,0121	0,0861	0,0874	0,404	0,402	0,777	0,750	2,600	2,520
5	1	0,0120	0,0128	0,0904	0,0904	0,404	0,400	0,775	0,775	2,470	2,510
	2	0,0112	0,0128	0,0862	0,0870	0,404	0,396	0,770	0,780	2,500	2,480
6	1	0,0111	0,0110	0,0892	0,0893	0,402	0,398	0,786	0,782	2,531	2,514
	2	0,0110	0,0111	0,0900	0,0864	0,408	0,404	0,780	0,772	2,524	2,494
7	1	0,0088	0,0095	0,0893	0,0895	0,390	0,390	0,754	0,762	2,510	2,521
	2	0,0070	0,0086	0,0859	0,0886	0,395	0,395	0,758	0,756	2,500	2,513
8	1	0,0115	0,0112	0,0823	0,0823	0,390	0,396	0,761	0,765	2,501	2,499
	2	0,0113	0,0113	0,0828	0,0829	0,400	0,389	0,770	0,766	2,507	2,490
9	1	0,0123	0,0120	0,0862	0,0866	0,414	0,414	0,765	0,765	2,523	2,520
	2	0,0117	0,0118	0,0865	0,0876	0,411	0,414	0,765	0,765	2,521	2,508
10	1	0,0095	0,0086	0,0780	0,0720	0,390	0,370	0,746	0,730	2,530	2,580
	2	0,0092	0,0084	0,0780	0,0730	0,392	0,374	0,750	0,738	2,510	2,610
11	1	0,0125	0,0125	0,0900	0,0890	0,405	0,395	0,790	0,780	2,520	2,520
	2	0,0130	0,0125	0,0890	0,0895	0,400	0,405	0,785	0,790	2,530	2,520
12	1	0,0125	0,0130	0,0885	0,0890	0,405	0,395	0,790	0,780	2,535	2,525
	2	0,0115	0,0130	0,0890	0,0875	0,405	0,390	0,775	0,790	2,550	2,495
13	1	0,0125	0,0116	0,0842	0,0832	0,399	0,399	0,784	0,777	2,523	2,523
	2	0,0121	0,0116	0,0832	0,0828	0,398	0,399	0,782	0,777	2,527	2,537
14	1	0,0116	0,0120	0,0898	0,0890	0,418	0,416	0,797	0,800	2,602	2,602
	2	0,0098	0,0116	0,0900	0,0902	0,415	0,415	0,801	0,790	2,592	2,602
15	1	0,0108	0,0112	0,0871	0,0860	0,399	0,400	0,775	0,774	2,488	2,495
	2	0,0112	0,0111	0,0883	0,0861	0,397	0,401	0,783	0,773	2,503	2,485
16	1	0,0109	0,0108	0,0846	0,0858	0,392	0,400	0,779	0,769	2,528	2,516
	2	0,0111	0,0110	0,0849	0,0855	0,396	0,397	0,751	0,753	2,528	2,525
17	1	0,0100	0,0110	0,0849	0,0880	0,409	0,410	0,766	0,794	2,571	2,380
	2	0,0100	0,0100	0,0830	0,0890	0,392	0,402	0,755	0,775	2,429	2,488
18	1	0,0117	0,0102	0,0880	0,0881	0,405	0,404	0,771	0,773	2,520	2,511
	2	0,0125	0,0103	0,0868	0,0882	0,402	0,403	0,778	0,763	2,514	2,503
19	1	0,0099	0,0128	0,0945	0,0905	0,398	0,375	0,770	0,767	2,483	2,351
	2	0,0118	0,0128	0,0924	0,0884	0,418	0,382	0,799	0,760	2,485	2,382

Т а б л и ц а В.3 — Содержание марганца в железных рудах. Лабораторные средние значения и лабораторные дисперсии

Номер лаборатории	Уровень				
	1	2	3	4	5
Лабораторное среднее значение					
1	0,012 03	0,087 18	0,407 50	0,794 25	2,556 00
2	0,011 90	0,087 73	0,405 25	0,768 75	2,554 25
3	0,011 10	0,086 90	0,405 25	0,756 75	2,499 25
4	0,011 58	0,087 70	0,402 50	0,764 25	2,550 00
5	0,012 20	0,088 50	0,401 00	0,775 00	2,490 00
6	0,011 05	0,088 73	0,403 00	0,780 00	2,515 75
7	0,008 48	0,088 33	0,392 50	0,757 50	2,511 00
8	0,011 33	0,082 58	0,393 75	0,765 50	2,499 25
9	0,011 95	0,086 73	0,413 25	0,765 00	2,518 00
10	0,008 93	0,075 25	0,381 50	0,741 00	2,557 50
11	0,012 63	0,089 38	0,401 25	0,786 25	2,522 50
12	0,012 50	0,088 50	0,398 75	0,783 75	2,526 25
13	0,011 95	0,083 35	0,398 75	0,780 00	2,527 50
14	0,011 25	0,089 75	0,416 00	0,797 00	2,599 50
15	0,011 08	0,086 88	0,399 25	0,776 25	2,492 75
16	0,010 95	0,085 20	0,396 25	0,763 00	2,524 25
17	0,010 25	0,086 23	0,403 25	0,772 50	2,467 00
18	0,011 18	0,087 78	0,403 50	0,771 25	2,512 00
19	0,011 83	0,091 45	0,393 25	0,774 00	2,425 25
Лабораторная дисперсия					
1	$0,225 0 \times 10^{-7}$	$0,489 2 \times 10^{-6}$	$0,333 3 \times 10^{-6}$	$0,222 5 \times 10^{-4}$	$0,454 0 \times 10^{-3}$
2	$0,640 0 \times 10^{-6}$	$0,248 2 \times 10^{-5}$	$0,242 5 \times 10^{-4}$	$0,982 5 \times 10^{-4}$	$0,103 4 \times 10^{-2}$
3	$0,333 3 \times 10^{-6}$	$0,386 0 \times 10^{-5}$	$0,209 2 \times 10^{-4}$	$0,482 5 \times 10^{-4}$	$0,772 2 \times 10^{-3}$
4	$0,449 2 \times 10^{-6}$	$0,168 7 \times 10^{-5}$	$0,100 0 \times 10^{-5}$	$0,272 2 \times 10^{-3}$	$0,146 7 \times 10^{-2}$
5	$0,586 7 \times 10^{-6}$	$0,492 0 \times 10^{-5}$	$0,146 7 \times 10^{-4}$	$0,166 7 \times 10^{-4}$	$0,333 3 \times 10^{-3}$
6	$0,333 3 \times 10^{-8}$	$0,252 9 \times 10^{-5}$	$0,173 3 \times 10^{-4}$	$0,346 7 \times 10^{-4}$	$0,258 9 \times 10^{-3}$
7	$0,111 6 \times 10^{-5}$	$0,276 3 \times 10^{-5}$	$0,833 3 \times 10^{-5}$	$0,116 7 \times 10^{-4}$	$0,753 3 \times 10^{-4}$
8	$0,158 3 \times 10^{-7}$	$0,102 5 \times 10^{-6}$	$0,269 2 \times 10^{-4}$	$0,136 7 \times 10^{-4}$	$0,495 8 \times 10^{-4}$
9	$0,700 0 \times 10^{-7}$	$0,369 2 \times 10^{-6}$	$0,225 0 \times 10^{-5}$	0	$0,460 0 \times 10^{-4}$
10	$0,262 5 \times 10^{-6}$	$0,102 5 \times 10^{-4}$	$0,123 7 \times 10^{-3}$	$0,786 7 \times 10^{-4}$	$0,209 2 \times 10^{-3}$
11	$0,625 0 \times 10^{-7}$	$0,229 2 \times 10^{-6}$	$0,229 2 \times 10^{-4}$	$0,229 2 \times 10^{-4}$	$0,250 0 \times 10^{-4}$
12	$0,500 0 \times 10^{-6}$	$0,500 0 \times 10^{-6}$	$0,562 5 \times 10^{-4}$	$0,562 5 \times 10^{-4}$	$0,539 6 \times 10^{-2}$
13	$0,190 0 \times 10^{-6}$	$0,356 7 \times 10^{-6}$	$0,250 0 \times 10^{-6}$	$0,126 7 \times 10^{-4}$	$0,436 7 \times 10^{-4}$
14	$0,970 0 \times 10^{-6}$	$0,276 7 \times 10^{-6}$	$0,200 0 \times 10^{-5}$	$0,246 7 \times 10^{-4}$	$0,250 0 \times 10^{-4}$
15	$0,358 3 \times 10^{-7}$	$0,114 9 \times 10^{-5}$	$0,291 7 \times 10^{-5}$	$0,209 2 \times 10^{-4}$	$0,642 5 \times 10^{-4}$
16	$0,166 7 \times 10^{-7}$	$0,300 0 \times 10^{-6}$	$0,109 2 \times 10^{-4}$	$0,178 7 \times 10^{-3}$	$0,322 5 \times 10^{-4}$
17	$0,250 0 \times 10^{-6}$	$0,766 9 \times 10^{-5}$	$0,689 2 \times 10^{-4}$	$0,272 3 \times 10^{-3}$	$0,675 7 \times 10^{-2}$
18	$0,124 9 \times 10^{-5}$	$0,429 2 \times 10^{-6}$	$0,166 7 \times 10^{-5}$	$0,389 2 \times 10^{-4}$	$0,500 0 \times 10^{-4}$
19	$0,186 9 \times 10^{-5}$	$0,680 3 \times 10^{-5}$	$0,364 9 \times 10^{-3}$	$0,295 3 \times 10^{-3}$	$0,476 3 \times 10^{-2}$

Т а б л и ц а В.4 — Содержание марганца в железных рудах. Выбросы и квазivyбросы

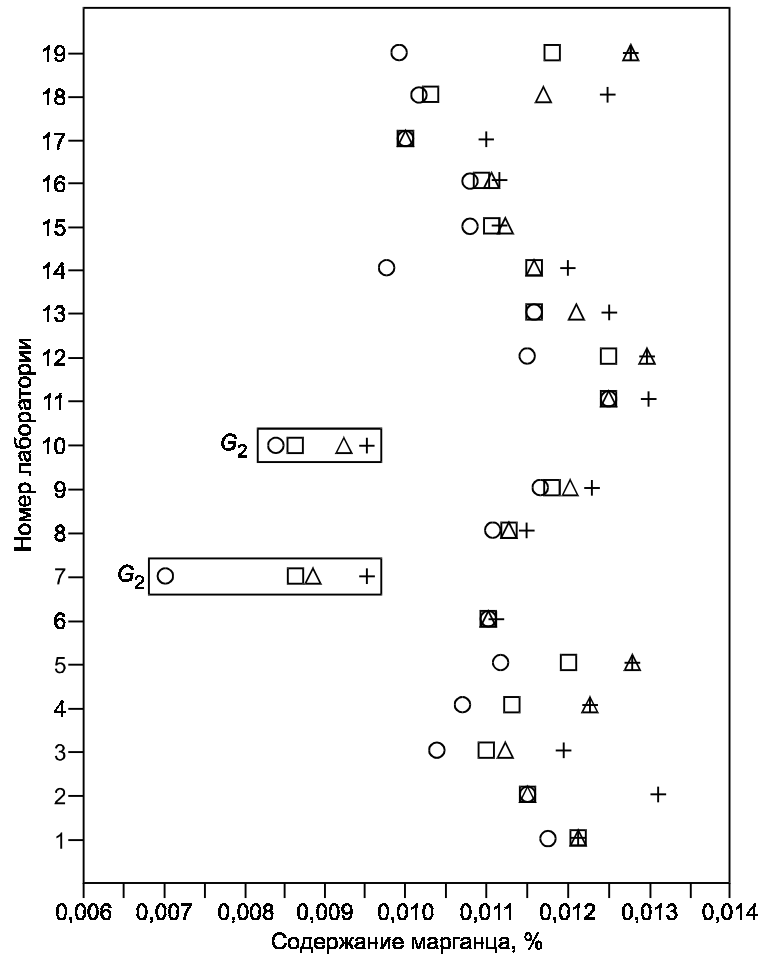
Уровень	Номер лаборатории	Вычисленная статистика ¹⁾	Критическое значение статистики
Перечень выбросов ($\alpha = 0,01$)			
1	7 10	$G_2 = 0,295$	$G_2(19) = 0,339 8$
2	10	$G_1 = 3,305$	$G_1(19) = 2,968$
3	19 10	$C = 0,474$ $C = 0,305$	$C(4, 19) = 0,276$ $C(4, 18) = 0,288$
4	—	—	—
5	17 19	$C = 0,358$ $C = 0,393$	$C(4, 19) = 0,276$ $C(4, 18) = 0,288$

Окончание таблицы В.4

Уровень	Номер лаборатории	Вычисленная статистика ¹⁾	Критическое значение статистики
Перечень квазивыбросов ($\alpha = 0,05$)			
1	—	—	—
2	—	—	—
3	—	—	—
4	—	—	—
5	10	$C = 0,284$	$C(4,17) = 0,250$
С — критерий Кохрена; G1 — критерий Граббса для одного выброса; G2 — критерий Граббса для двух выбросов.			

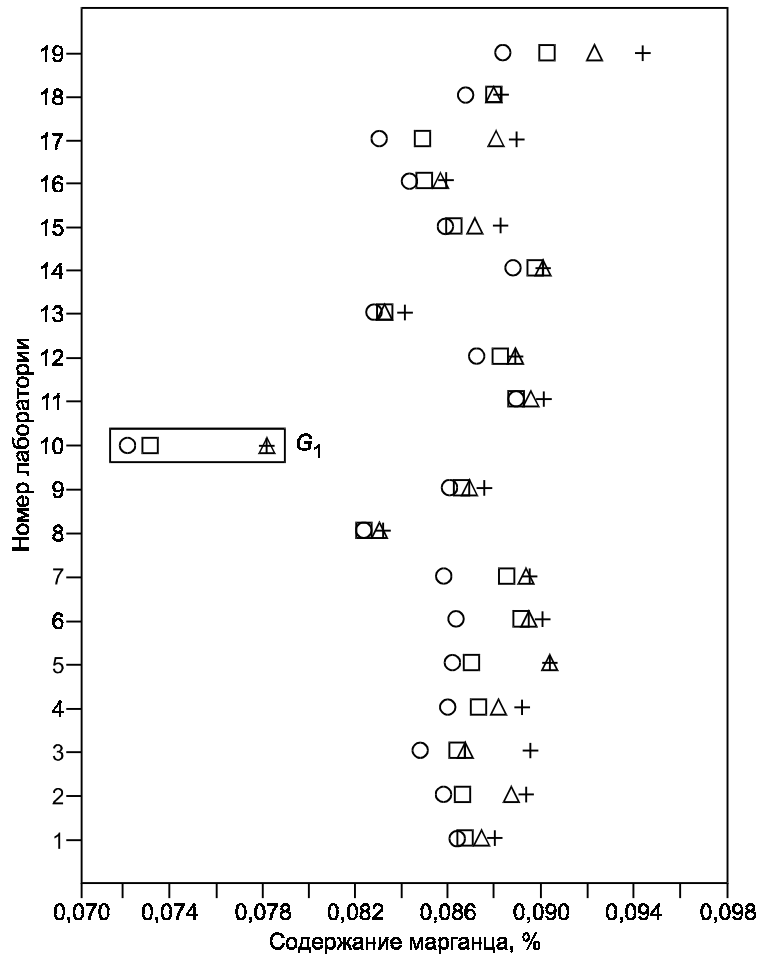
Таблица В.5 — Содержание марганца в железных рудах. Оценка стандартных отклонений повторяемости, воспроизводимости и систематической погрешности метода измерений

Показатели, условные обозначения*	Уровень				
	1	2	3	4	5
n	4	4	4	4	4
p	17	18	17	18	16
s_r	0,000 65	0,001 43	0,004 07	0,008 95	0,018 15
s_R	0,000 84	0,002 48	0,007 06	0,013 85	0,032 46
γ	1,29	1,73	1,73	1,54	1,79
A	0,352 8	0,399 9	0,411 7	0,383 0	0,428 7
$A s_R$	0,000 296	0,000 991	0,002 906	0,005 301	0,013 916
\bar{y}	0,011 6	0,087 4	0,402 4	0,773 9	2,524 9
μ	0,010 0	0,093 0	0,401 0	0,777 0	2,530 0
$\hat{\delta}$	0,001 6	— 0,005 6	0,001 4	— 0,003 1	— 0,005 1
$\hat{\delta} - A s_R$	0,001 3	— 0,006 6	— 0,001 5	— 0,008 4	— 0,0190
$\hat{\delta} + A s_R$	0,001 9	— 0,004 6	0,004 3	0,002 2	0,008 8
* Условные обозначения см. в приложении А.					



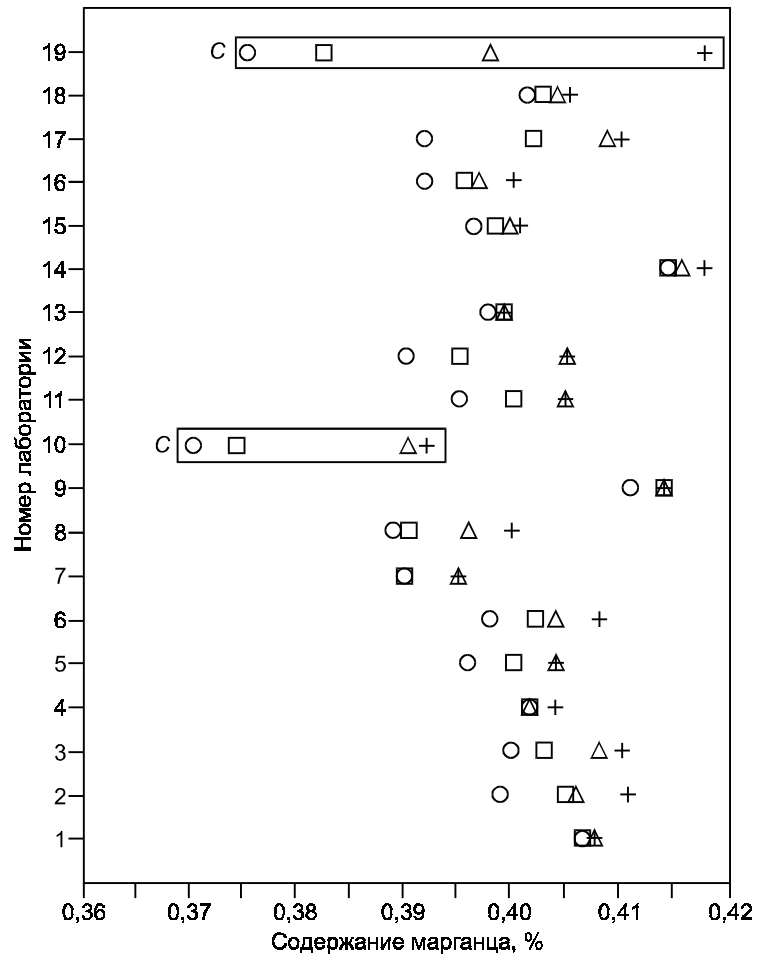
П р и м е ч а н и е — Точки в прямоугольных рамках означают, что соответствующие результаты измерений были идентифицированы как выбросы согласно критерию Граббса для двух выбросов (G₂).

Рисунок В.1 — Содержание марганца в железных рудах. Результаты измерений на уровне 1



П р и м е ч а н и е — Точки в прямоугольной рамке означают, что соответствующие результаты измерений были идентифицированы как выбросы согласно критерию Граббса для одного выброса (G1).

Рисунок В.2 — Содержание марганца в железных рудах. Результаты измерений на уровне 2



П р и м е ч а н и е — Точки в прямоугольных рамках означают, что соответствующие результаты измерений были идентифицированы как выбросы согласно критерию Кохрена (C).

Рисунок В.3 — Содержание марганца в железных рудах. Результаты измерений на уровне 3

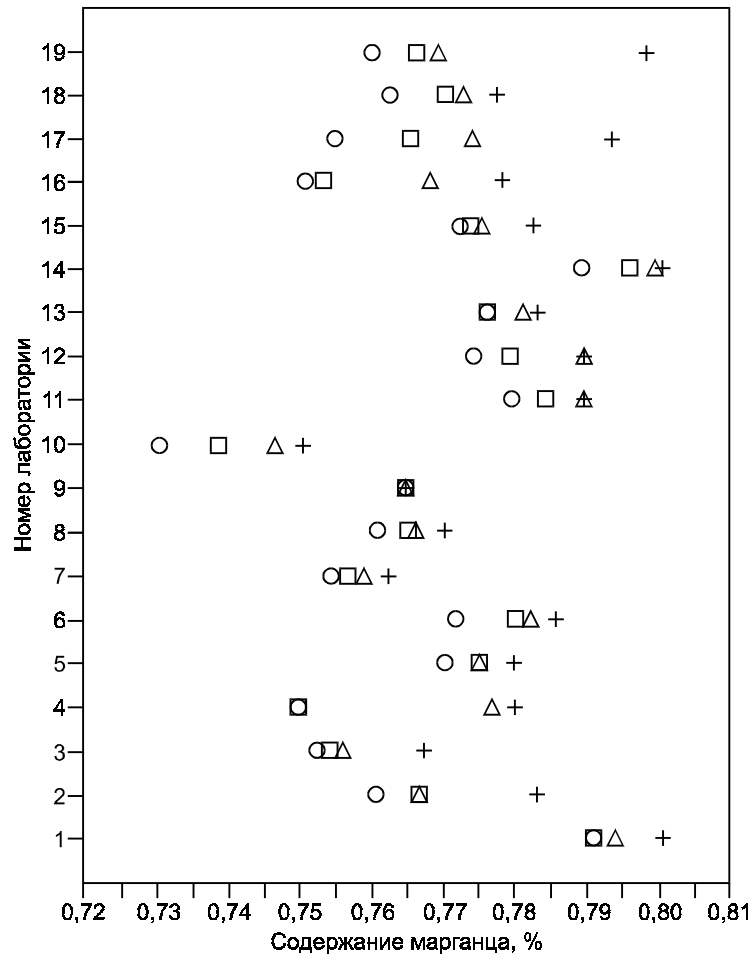
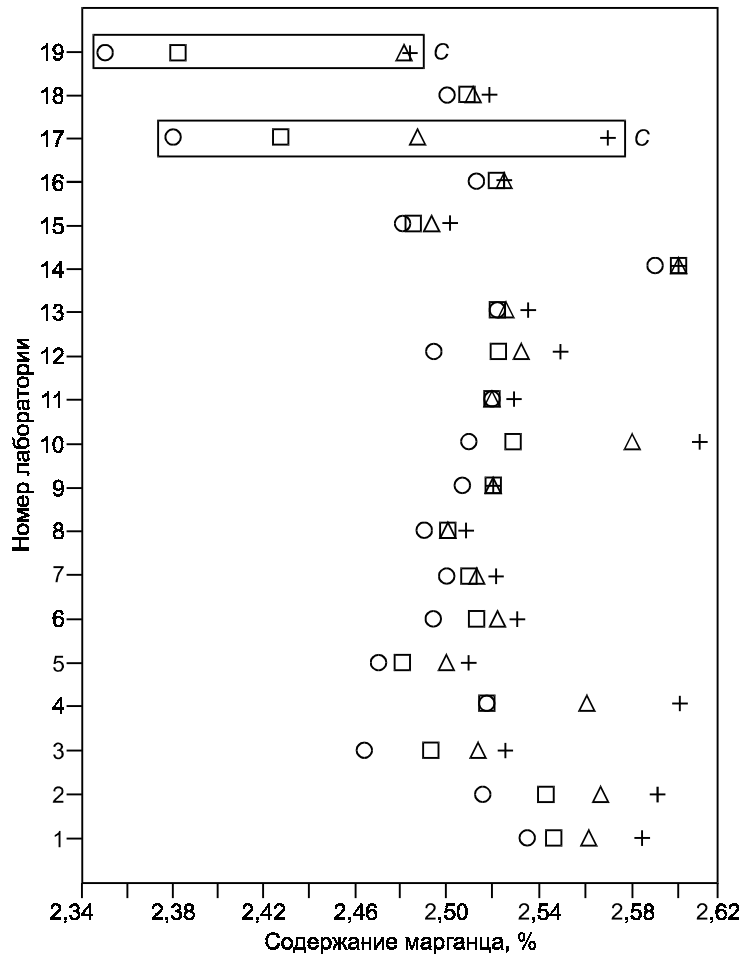


Рисунок В.4 — Содержание марганца в железных рудах. Результаты измерений на уровне 4



П р и м е ч а н и е — Точки в прямоугольных рамках означают, что результаты измерений были идентифицированы как выбросы согласно критерию Кохрена (С).

Рисунок В.5 — Содержание марганца в железных рудах. Результаты измерений на уровне 5

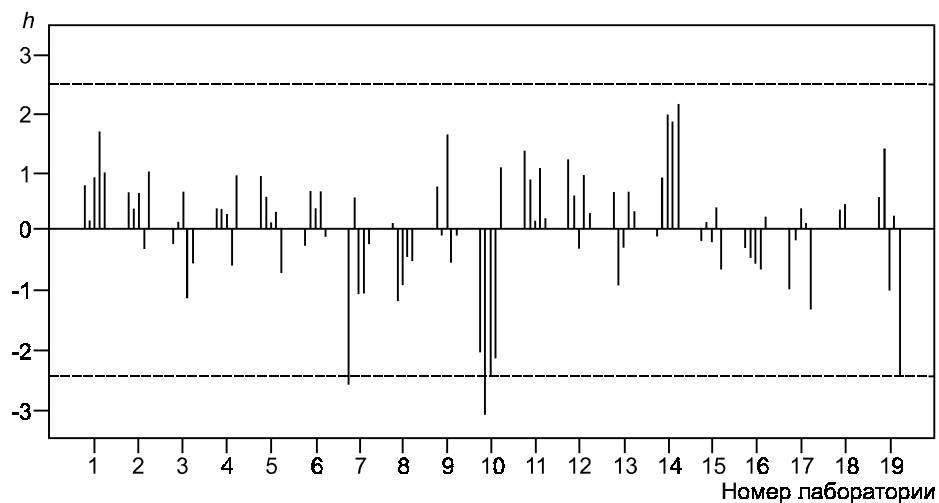


Рисунок В.6 — Содержание марганца в железных рудах.
Значения h , сгруппированные по лабораториям

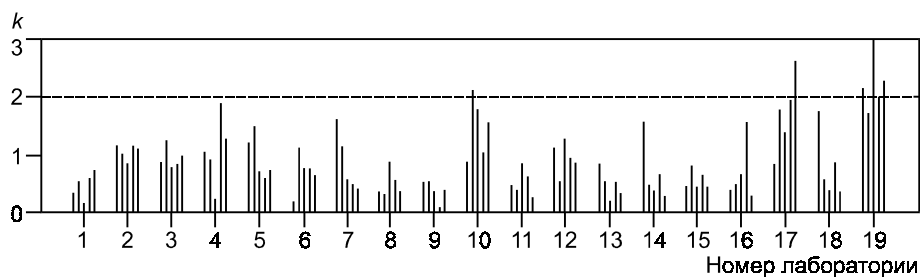


Рисунок В.7 — Содержание марганца в железных рудах.
Значения k , сгруппированные по лабораториям

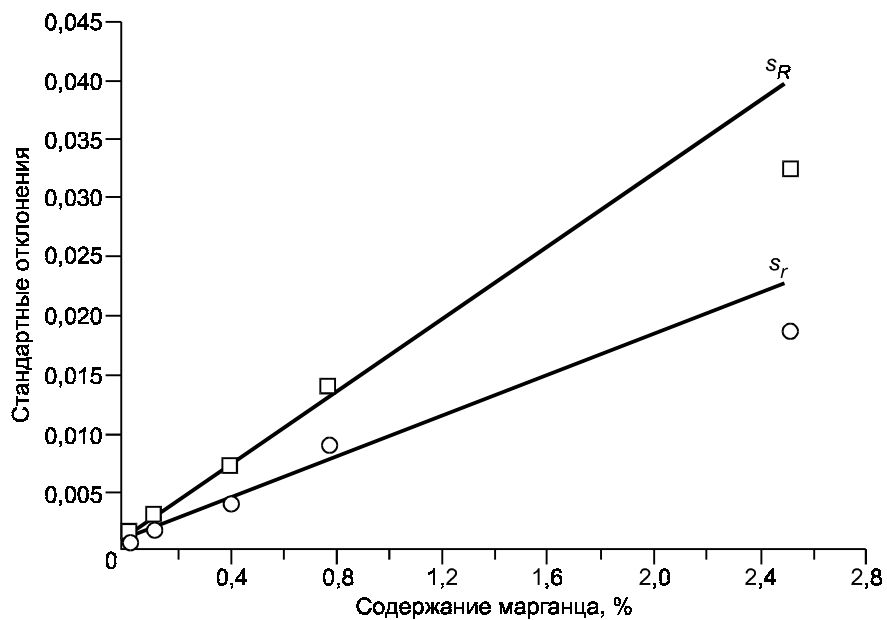


Рисунок В.8 — Содержание марганца в железных рудах. Стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости как линейные функции уровня концентрации m

ПРИЛОЖЕНИЕ С
(справочное)

Вывод соотношений

С.1. Формулы (5) и (6) (см. 4.5)

Минимальное количество лабораторий p и результатов измерений n вычисляют, исходя из требований удовлетворения двух следующих условий:

- а) измерение должно сделать возможным обнаружение, что систематическая погрешность равна нулю с вероятностью $1 - \alpha = 0,95$;
- б) измерение должно сделать возможным обнаружение ожидаемого значения систематической погрешности δ_m с вероятностью $1 - \beta = 0,95$.

Первое условие развито согласно 4.7.2, где доверительный интервал для систематической погрешности метода измерений δ использован для выполнения статистической проверки гипотезы, что систематическая погрешность равна нулю ($H_0: \delta = 0$), альтернативно гипотезе, что систематическая погрешность не равна нулю ($H_1: \delta \neq 0$).

Эквивалентной формой этой проверки является сравнение абсолютного значения оценки систематической погрешности метода измерений $|\hat{\delta}| = |\bar{y} - \mu|$ с критическим значением K и отклонением гипотезы H_0 ($\delta = 0$), если $|\hat{\delta}| > K$ (и принятием гипотезы H_0 ($\delta = 0$), если $|\hat{\delta}| \leq K$).

K может быть вычислена, используя требование, что вероятность отклонения гипотезы H_0 , если она истинна, должна быть равна выбранному уровню значимости $\alpha = 5\%$:

$$P(|\hat{\delta}| > K | \delta = 0) = \alpha = 0,05.$$

Найдем критическое значение K на основе соотношений:

$$P(|\hat{\delta}| \leq K | \delta = 0) = 1 - \alpha = 0,95,$$

$$P = \Phi\left(\frac{K}{\sqrt{V(\hat{\delta})}}\right) - \Phi\left(-\frac{K}{\sqrt{V(\hat{\delta})}}\right),$$

$$P = 2\Phi\left(\frac{K}{\sqrt{V(\hat{\delta})}}\right) - 1,$$

$$\Phi\left(\frac{K}{\sqrt{V(\hat{\delta})}}\right) = 0,975,$$

$$\frac{K}{\sqrt{V(\hat{\delta})}} = u_{0,975} = 1,960,$$

$$K = 1,960 \sqrt{V(\hat{\delta})}, \tag{C.1}$$

где $\Phi(\)$ — интегральная функция распределения стандартного нормального распределения;

u_p — p -квантиль стандартного нормального распределения;

$V(\hat{\delta})$ — дисперсия оценки систематической погрешности метода измерений:

$$V(\hat{\delta}) = V(\bar{y} - \mu) = V(\bar{y}),$$

$$= \frac{\sigma_L^2}{p} + \frac{\sigma_r^2}{pn},$$

$$= \frac{\sigma_R^2 - \sigma_r^2}{p} + \frac{\sigma_r^2}{pn},$$

$$= \frac{n(\sigma_R^2 - \sigma_r^2/\gamma^2) + \sigma_r^2/\gamma^2}{pn},$$

$$= \left(\frac{n(\gamma^2 - 1) + 1}{\gamma^2 pn} \right) \sigma_R^2,$$

где $\gamma = \sigma_R / \sigma_r$, а σ_L^2 представляет собой межлабораторную дисперсию, так что $\sigma_R^2 = \sigma_L^2 + \sigma_r^2$.

Для альтернативной гипотезы потребуем выполнения условия, при котором в результате эксперимента станет возможным определить ожидаемое значение систематической погрешности δ_m с вероятностью $1 - \beta = 0,95$:

$$P(|\hat{\delta}| > K | \delta = \delta_m) = 1 - \beta = 0,95,$$

что дает

$$\begin{aligned} P(|\hat{\delta}| \leq K | \delta = \delta_m) &= \beta = 0,05, \\ &= P\left(\frac{\hat{\delta} - \delta_m}{\sqrt{V(\hat{\delta})}} \leq \frac{K - \delta_m}{\sqrt{V(\hat{\delta})}}\right) = \Phi\left(\frac{K - \delta_m}{\sqrt{V(\hat{\delta})}}\right), \\ \frac{K - \delta_m}{\sqrt{V(\hat{\delta})}} &= u_{0,05} = -1,645, \\ K &= \delta_m - 1,645 \sqrt{V(\hat{\delta})}. \end{aligned} \tag{C.2}$$

Приравняв два выражения (C.1 и C.2), для K получим

$$1,960 \sqrt{V(\hat{\delta})} = \delta_m - 1,645 \sqrt{V(\hat{\delta})},$$

$$(1,960 + 1,645) \sqrt{V(\hat{\delta})} = \delta_m,$$

$$\left(1 + \frac{1,645}{1,960}\right) 1,960 \sqrt{V(\hat{\delta})} = \delta_m,$$

$$\left(1 + \frac{1,645}{1,960}\right) A \sigma_R = \delta_m,$$

$$A \sigma_R = \frac{\delta_m}{1,84}.$$

С.2 Формулы (19) и (20) (см. 5.3)

Данные уравнения получаются сразу, если в предшествующем выводе (C.1) δ , δ_m , $\hat{\delta}$, $V(\hat{\delta})$ и A заменить на Δ , Δ_m , $\hat{\Delta}$, $V(\hat{\Delta})$ и A_W соответственно, а выражение для $V(\hat{\delta})$ заменить на $V(\hat{\Delta}) = \sigma_r^2/n$.

ПРИЛОЖЕНИЕ D (справочное)

Библиография

- [1] ISO 3534-1:1993 Statistics-Vocabulary and symbols — Part1: Statistical methods. Terms and definitions
- [2] ISO Guide 35: 1989. Certification of reference materials — General and statistical principles

УДК 389.14:006.354

ОКС 17.020

T80

ОКСТУ 0008

Ключевые слова: измерение, испытания, метод измерений, стандартизация метода измерений, результаты измерений, результаты испытаний, точность, правильность, прецизионность, систематическая погрешность, повторяемость, воспроизводимость, случайная погрешность, эксперимент по оценке точности, альтернативный метод измерений, статистический анализ

Редактор *В.П. Огурицов*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 30.05.2002. Подписано в печать 04.07.2002. Усл. печ. л. 3,72.
Уч.-изд. л. 2,80. Тираж 726 экз. С 6329. Зак. 576.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

**ТОЧНОСТЬ
(ПРАВИЛЬНОСТЬ И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ)
МЕТОДОВ И РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ**

Часть 5

**Альтернативные методы определения прецизионности
стандартного метода измерений**

Издание официальное

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

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 5.3.3. Формула (17)	$A_R = 1,96$	$A_R = 1,96 \sqrt{(D_1 + D_2 + D_3) / (2\gamma^4)}$

(ИУС № 11 2003 г.)

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» Госстандарта России (ВНИИМС), Всероссийским научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИСтандарт), Всероссийским научно-исследовательским институтом классификации, терминологии и информации по стандартизации и качеству (ВНИИКИ) Госстандарта России

ВНЕСЕН Управлением метрологии и Научно-техническим управлением Госстандарта России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 23 апреля 2002 г. № 161-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 5725-5:1998 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений».

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

Предисловие к государственным стандартам Российской Федерации ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 — ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 под общим заголовком «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений»	V
Предисловие к международному стандарту ИСО 5725	VIII
Введение к международному стандарту ИСО 5725	IX
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Определения	1
4 Модель эксперимента с разделенными уровнями	1
4.1 Применение модели	1
4.2 План эксперимента	2
4.3 Организация эксперимента	2
4.4 Статистическая модель	3
4.5 Статистический анализ данных эксперимента с разделенными уровнями	4
4.6 Исследование данных на совместимость и наличие выбросов	5
4.7 Представление результатов эксперимента	6
4.8 Пример 1. Эксперимент с разделенными уровнями	6
5 Модель эксперимента для гетерогенного материала	11
5.1 Применение модели	11
5.2 План эксперимента	13
5.3 Организация эксперимента	13
5.4 Статистическая модель эксперимента с гетерогенным материалом	14
5.5 Статистический анализ данных эксперимента	15
5.6 Исследование данных на совместимость и наличие выбросов	18
5.7 Представление результатов эксперимента	19
5.8 Пример 2. Эксперимент на гетерогенном материале	19
5.9 Общие формулы для расчетов в эксперименте	25
5.10 Пример 3. Применение общих формул	26
6 Робастные методы анализа данных	29
6.1 Области применения робастных методов анализа данных	29
6.2 Робастный анализ. Алгоритм А	31
6.3 Робастный анализ. Алгоритм S	32
6.4 Формулы. Робастный анализ для отдельного уровня в эксперименте по модели с однородными уровнями	33
6.5 Пример 4. Робастный анализ для отдельного уровня в эксперименте по модели с однородными уровнями	34
6.6 Формулы. Робастный анализ для отдельного уровня в эксперименте по модели с разделенными уровнями	37
6.7 Пример 5. Робастный анализ для отдельного уровня в эксперименте по модели с разделенными уровнями	37

ГОСТ Р ИСО 5725-5—2002

6.8 Формулы. Робастный анализ для отдельного уровня эксперимента на гетерогенном материале	39
6.9 Пример 6. Робастный анализ для отдельного уровня эксперимента на гетерогенном материале	40
Приложение А Условные обозначения и сокращения, используемые в ГОСТ Р ИСО 5725 . .	43
Приложение В Вывод факторов, используемых в Алгоритмах А и S	46
Приложение С Вывод равенств, используемых для робастного анализа	47
Приложение D Библиография	48

**ПРЕДИСЛОВИЕ К ГОСУДАРСТВЕННЫМ СТАНДАРТАМ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 — ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 ПОД ОБЩИМ ЗАГОЛОВКОМ
«ТОЧНОСТЬ (ПРАВИЛЬНОСТЬ И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ) МЕТОДОВ И РЕЗУЛЬТАТОВ
ИЗМЕРЕНИЙ»**

Целью разработки Государственных стандартов Российской Федерации ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-5—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002, далее — ГОСТ Р ИСО 5725, является прямое применение в Российской Федерации шести частей основополагающего международного стандарта ИСО 5725 под общим заголовком «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений» в практической деятельности по метрологии (разработке, аттестации и применению методик выполнения измерений), стандартизации методов контроля (испытаний, измерений, анализа), испытаниям продукции, в том числе для целей подтверждения соответствия, оценке компетентности испытательных лабораторий согласно требованиям ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2000.

ГОСТ Р ИСО 5725 представляют собой полный аутентичный текст шести частей международного стандарта ИСО 5725, в том числе:

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».

Каждая часть содержит аутентичный перевод предисловия и введения к международному стандарту ИСО 5725, а также предисловие к государственным стандартам Российской Федерации ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 — ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 и издается самостоятельно.

Пользование частями 2—6 ГОСТ Р ИСО 5725 в отдельности возможно только совместно с частью 1 (ГОСТ Р ИСО 5725-1), в которой установлены основные положения и определения, касающиеся всех частей ГОСТ Р ИСО 5725.

В соответствии с основными положениями ИСО 5725-1 (пункт 1.2) настоящий стандарт распространяется на методы измерений непрерывных (в смысле принимаемых значений в измеряемом диапазоне) величин, дающие в качестве результата измерений единственное значение. При этом это единственное значение может быть и результатом расчета, основанного на ряде измерений одной и той же величины.

Стандарты ИСО 5725 могут применяться для оценки точности выполнения измерений различных физических величин, характеризующих измеряемые свойства того или иного объекта, в соответствии со стандартизированной процедурой. При этом в пункте 1.2 стандарта ИСО 5725-1 особо отмечено, что стандарт может применяться для оценки точности выполнения измерений состава и свойств очень широкой номенклатуры материалов, включая жидкости, порошкообразные и твердые материалы — продукты материального производства или существующие в природе, при условии, что учитывают любую неоднородность материала.

Применяемый в международных стандартах термин «стандартный метод измерений» адекватен отечественному термину «стандартизованный метод измерений».

В ИСО 5725: 1994—1998 и ИСО/МЭК 17025—99 понятие «метод измерений» («measurement method») включает совокупность операций и правил, выполнение которых обеспечивает получение результатов с известной точностью. Таким образом, понятие «метод измерений» по ИСО 5725 и ИСО/МЭК 17025 адекватно понятию «методика выполнения измерений (МВИ)» по ГОСТ Р 8.563—96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений» (пункт 3.1) и соответственно значительно шире по смыслу, чем определение термина «метод

измерений» в Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 29—99 «Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения» (пункт 7.2).

Более того, в оригинале ИСО 5725 очень часто употребляется в качестве понятия «метод измерений» и английский термин «test method», перевод которого на русский язык — «метод испытаний» (см. примечание 1 к пункту 3.2 ИСО 5725-1) и который по смыслу совпадает с термином 6.2 ИСО 5725-1 «standard measurement method» (стандартизованный метод измерений). Соответственно в качестве термина «результат измерений» в оригинале стандарта чаще используется английский термин «test result» (см. пункт 3.2 ИСО 5725-1), причем в контексте как с термином «test method» (см. пункт 3.2), так и с термином «measurement method» (см. в оригинале, например, пункты 1.2 или 7.2.1 ИСО 5725-1).

При этом следует иметь в виду, что область применения ИСО 5725 — точность стандартизованных методов измерений, в том числе предназначенных для целей испытаний продукции, позволяющих количественно оценить характеристики свойств (показателей качества и безопасности) объекта испытаний (продукции). Именно поэтому во всех частях стандарта результаты измерений характеристик образцов, взятых в качестве выборки из партии изделий (или проб, отобранных из партии материала), являются основой для получения результатов испытаний всей партии (объекта испытаний). Когда объектом испытаний является конкретный образец (test specimen, sample), результаты измерений и испытаний могут совпадать. Такой подход имеет место в примерах по определению показателей точности стандартного (стандартизованного) метода измерений, содержащихся в ИСО 5725.

Следует отметить, что в отечественной метрологии точность (accuracy) и погрешность (error) результатов измерений, как правило, определяются сравнением результата измерений с истинным или действительным (условно истинным) значением измеряемой физической величины (являющимися фактически эталонными значениями измеряемых величин, выраженными в узаконенных единицах).

В условиях отсутствия необходимых эталонов, обеспечивающих воспроизведение, хранение и передачу соответствующих значений единиц величин, необходимых для оценки погрешности (точности) результатов измерений, и в отечественной, и в международной практике за действительное значение зачастую принимают общее среднее значение (математическое ожидание) установленной (заданной) совокупности результатов измерений. В ИСО 5725 эта ситуация отражена в термине «принятое опорное значение» (см. пункты 3.5 и 3.6 ГОСТ Р ИСО 5725-1) и рекомендуется стандартом ГОСТ Р ИСО 5725-1 для использования в этих случаях и в отечественной практике.

Термины «правильность» (trueness) и «прецизионность» (precision) в отечественных нормативных документах по метрологии до настоящего времени не использовались. При этом «правильность» — степень близости результата измерений к истинному или условно истинному (действительному) значению измеряемой величины или в случае отсутствия эталона измеряемой величины — степень близости среднего значения, полученного на основании большой серии результатов измерений (или результатов испытаний), к принятому опорному значению. Показателем правильности обычно является значение систематической погрешности (см. пункт 3.7 ГОСТ Р ИСО 5725-1).

В свою очередь «прецизионность» — степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных в конкретных установленных условиях. Эта характеристика зависит только от случайных факторов и не связана с истинным или условно истинным значением измеряемой величины (см. пункт 3.12 ГОСТ Р ИСО 5725-1). Мера прецизионности обычно вычисляется как стандартное (среднеквадратическое) отклонение результатов измерений, выполненных в определенных условиях. Количественные значения мер прецизионности существенно зависят от заданных условий. Экстремальные показатели прецизионности — повторяемость, сходимость (repeatability) и воспроизводимость (reproducibility) регламентируют и в отечественных нормативных документах, в том числе в большинстве государственных стандартов на методы контроля (испытаний, измерений, анализа) (см. пункты 3.12 — 3.20 ГОСТ Р ИСО 5725-1).

В соответствии с ИСО 5725 цель государственных стандартов ГОСТ Р ИСО 5725 состоит в том, чтобы:

а) изложить основные положения, которые следует иметь в виду при оценке точности (правильности и прецизионности) методов и результатов измерений при их применении, а также при планировании экспериментов по оценке различных показателей точности (ГОСТ Р ИСО 5725-1);

б) регламентировать основной способ экспериментальной оценки повторяемости (сходимости) и воспроизводимости методов и результатов измерений (ГОСТ Р ИСО 5725-2);

в) регламентировать процедуру получения промежуточных показателей прецизионности методов и результатов измерений, изложив условия их применения и методы оценки (ГОСТ Р ИСО 5725-3);

г) регламентировать основные способы определения правильности методов и результатов измерений (ГОСТ Р ИСО 5725-4);

д) регламентировать для применения в определенных обстоятельствах несколько альтернатив основным способам (ГОСТ Р ИСО 5725-2 и ГОСТ Р ИСО 5725-4) определения прецизионности и правильности методов и результатов измерений, приведенных в ГОСТ Р ИСО 5725-5;

е) изложить некоторые практические применения показателей правильности и прецизионности (ГОСТ Р ИСО 5725-6).

Представленные в виде таблицы рекомендации по применению основных положений ГОСТ Р ИСО 5725 в деятельности по метрологии, стандартизации, испытаниям, оценке компетентности испытательных лабораторий со ссылками на нормы государственных стандартов Российской Федерации, содержащих требования к выполнению соответствующих работ, приведены в приложении к предисловию в ГОСТ Р ИСО 5725-1.

Алгоритмы проведения экспериментов по оценке повторяемости, воспроизводимости, промежуточных показателей прецизионности, показателей правильности (характеристик систематической погрешности) методов и результатов измерений рекомендуется внедрять через программы экспериментальных метрологических исследований показателей точности (характеристик погрешности) результатов измерений, выполняемых по разрабатываемой МВИ, и (или) через программы контроля показателей точности применяемых МВИ.

Использование приведенных в приложениях А к каждому стандарту условных обозначений в качестве обязательных рекомендуется только для тех показателей точности, которые до настоящего времени в отечественной метрологической практике не использовались (например, для показателей по пунктам 3.9 — 3.12 ГОСТ Р ИСО 5725-1). Для остальных показателей и критериев используемые в ГОСТ Р ИСО 5725 условные обозначения, как правило, могут применяться наряду с условными обозначениями этих показателей и критериев, принятыми в действующих отечественных документах (например, предел повторяемости (сходимости) с условным обозначением r по пункту 3.16 ГОСТ Р ИСО 5725-1 наряду с условным обозначением d , принятым для этого показателя в ряде рекомендаций по метрологии, а также в государственных стандартах на методы испытаний продукции).

ПРЕДИСЛОВИЕ К МЕЖДУНАРОДНОМУ СТАНДАРТУ ИСО 5725

Международная организация по стандартизации (ИСО) является Всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов—членов ИСО). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ИСО. Каждый член ИСО, заинтересованный в деятельности соответствующего технического комитета, имеет право быть представленным в этом комитете. Правительственные и неправительственные международные организации, сотрудничающие с ИСО, также принимают участие в этой работе. ИСО тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (МЭК) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, направляются техническим комитетам—членам ИСО на голосование перед их утверждением Советом ИСО в качестве международных стандартов. Стандарты утверждаются в качестве международных в соответствии с установленными в ИСО требованиями: в случае их одобрения по меньшей мере 75% комитетов—членов ИСО, принимавших участие в голосовании.

Международный стандарт ИСО 5725-5 был подготовлен Техническим комитетом ИСО/ТК 69 «Применение статистических методов», Подкомитетом ПК 6 «Методы и результаты измерений».

ИСО 5725 состоит из следующих частей под общим заголовком «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений»:

Часть 1. Основные положения и определения

Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений

Часть 6. Использование значений точности на практике

ИСО 5725 (части 1—6) в совокупности аннулирует и заменяет ИСО 5725:1986, область распространения которого была расширена включением правильности (в дополнение к прецизионности) и условий промежуточной прецизионности (в дополнение к условиям повторяемости и воспроизводимости).

Приложение А является обязательным для настоящей части ИСО 5725, приложения В, С и D — справочные.

ВВЕДЕНИЕ К МЕЖДУНАРОДНОМУ СТАНДАРТУ ИСО 5725

0.1 В ИСО 5725 для описания точности метода измерений используют два термина: «правильность» и «прецизионность». Термин «правильность» характеризует степень близости среднего значения большого числа результатов испытаний к истинному или принятому опорному значению, термин «прецизионность» — степень близости результатов испытаний друг к другу.

0.2 Общие положения об этих понятиях представлены в ИСО 5725-1 и поэтому здесь не повторяются. Эта часть ИСО 5725 должна применяться совместно с ИСО 5725-1, поскольку в ней даны определения и общие положения.

0.3 ИСО 5725-2 посвящен методам количественной оценки прецизионности, а именно стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости посредством межлабораторных экспериментов. В нем рассматривается основной метод такой оценки, использующий эксперимент с однородными уровнями. ИСО 5725-5 описывает методы оценки, альтернативные этому основному.

а) При пользовании основным методом имеется риск, что оператор допустит, что результат измерения одной пробы повлияет на результат последующего измерения другой пробы того же материала, вызывая систематическую погрешность в оценке стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости. Когда этот риск считают значительным, модель с разделенными уровнями, описанная в ИСО 5725-5, может быть предпочтительнее, как снижающая этот риск.

б) Основной метод требует подготовки ряда идентичных проб материала для использования в эксперименте. С гетерогенными материалами это может быть невозможно, так как применение основного метода потом дает оценки стандартного отклонения воспроизводимости, которые искажаются различием между пробами. Схема для гетерогенного материала, приведенная в ИСО 5725-5, дает информацию о неоднородности проб, которая не выявляется основным методом; она может быть использована для расчетов оценки воспроизводимости, из которой исключена разница между пробами.

в) Основной метод требует проверок на наличие выбросов, чтобы идентифицировать данные, которые должны быть исключены из расчета стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости. Исключение выбросов может иногда значительно повлиять на оценку стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости; но на практике в случаях, когда применяют контроль выбросов, у аналитика есть основание принять решение, какие данные исключить. ИСО 5725-5 описывает робастные методы анализа данных, которые могут применяться для расчета стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости из данных, содержащих выбросы, без применения проверок на наличие выбросов в целях исключения таких данных, так что эти результаты больше не влияют на решение аналитика.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**ТОЧНОСТЬ (ПРАВИЛЬНОСТЬ И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ) МЕТОДОВ
И РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ****Часть 5****Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений**

Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results.

Part 5. Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method

Дата введения 2002—11—01

1 Область применения

В настоящем стандарте детально представлены альтернативы основному методу определения стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений, именуемые моделью эксперимента с разделенными уровнями и моделью эксперимента для гетерогенных материалов, а также описано использование робастных методов для анализа результатов экспериментов по оценке прецизионности без применения проверок наличия выбросов с целью их исключения из расчетов, и особенно — подробное использование одного из таких методов.

Настоящий стандарт дополняет ГОСТ Р ИСО 5725-2, описывая альтернативные методы, которые могут быть в отдельных случаях предпочтительнее основного метода, приведенного в ГОСТ Р ИСО 5725-2, и предусматривая робастный метод анализа, который дает оценки стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости, в меньшей мере зависимые от решений, принимаемых на основе данных аналитика, по сравнению с методами оценки, описанными в ГОСТ Р ИСО 5725-2.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

3 Определения

В настоящем стандарте применяют термины в соответствии с ИСО 3534-1 [1] и ГОСТ Р ИСО 5725-1.

Условные обозначения, использованные в ГОСТ Р ИСО 5725, приведены в приложении А.

4 Модель эксперимента с разделенными уровнями**4.1 Применение модели**

4.1.1 Эксперимент с однородными уровнями, описанный в ГОСТ Р ИСО 5725-2, требует по две или более идентичных проб материала для испытаний в каждой лаборатории — участнице

эксперимента на каждом уровне. При этом имеется риск, что оператор допустит влияние результата предыдущих измерений одной пробы на результат последующего измерения другой пробы того же материала. В этом случае результаты эксперимента по оценке прецизионности будут искажены: оценки стандартного отклонения повторяемости σ_r будут уменьшены, а оценки межлабораторного стандартного отклонения σ_L возрастут. В эксперименте с разделенными уровнями каждую лабораторию — участницу эксперимента снабжают двумя подобными пробами материала для каждого уровня эксперимента, а операторам сообщают, что пробы не идентичны, но не информируют о степени их различия. Эксперимент с разделенными уровнями обеспечивает, таким образом, возможность определения стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений способом, снижающим риск воздействия результата измерений, полученного на одной пробе, на результат измерений, полученный в эксперименте на другой пробе.

4.1.2 Данные, полученные на одном уровне в эксперименте с разделенными уровнями, можно представить на графике, в котором данные для одной пробы материала наносят против данных для другой пробы, относящейся к тому же уровню. Пример дан на рисунке 1. Такие графики могут помочь идентифицировать те лаборатории, которые имеют наибольшие систематические погрешности относительно других лабораторий, и исследовать источники наибольших лабораторных систематических погрешностей с целью принятия корректирующих действий.

4.1.3 В общем случае стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости метода измерений зависят от уровня измеряемой характеристики материала. Например, когда результат измерений пропорционален определяемому содержанию элемента, стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости обычно возрастают пропорционально возрастанию содержания элемента. Для эксперимента с разделенными уровнями необходимо, чтобы две пробы материала, используемые на одном уровне эксперимента, были настолько подобны, чтобы можно было ожидать тех же стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости. При этом для целей эксперимента с разделенными уровнями приемлемо, если две пробы материала, используемые на одном уровне, дают почти одинаковые результаты измерений, и не следует добиваться, чтобы эти результаты существенно отличались.

Во многих химических аналитических методах матрица с содержанием анализируемого вещества может влиять на прецизионность, тогда как для эксперимента с разделенными уровнями требуются для каждого уровня две пробы материала с одинаковыми матрицами. Подобная проба материала может иногда быть приготовлена путем добавки интересующего нас вещества. Для материалов природного или промышленного происхождения может быть трудно найти два достаточно подобных продукта, необходимых для эксперимента с разделенными уровнями: в этом случае возможным решением является использование раствора, полученного на основе двух партий одного и того же продукта. Необходимо помнить, что целью выбора материалов для эксперимента с разделенными уровнями является обеспечение операторов пробами, от эксперимента с которыми не ожидают идентичности.

4.2 План эксперимента

4.2.1 План эксперимента с разделенными уровнями показан в таблице 1.

Число лабораторий-участниц p , каждая из которых испытывает по две пробы на q уровнях.

Две пробы внутри уровня обозначены a (проба одного материала) и b (проба другого, подобного материала).

4.2.2 Данные эксперимента с разделенными уровнями обозначают y_{ijk} , где i — номер лаборатории ($i = 1, 2, \dots, p$); j — уровень ($j = 1, 2, \dots, q$); k — проба ($k = a$ или b).

4.3 Организация эксперимента

4.3.1 Руководство по планированию эксперимента с разделенными уровнями приведено в разделе 6 ГОСТ Р ИСО 5725-1. Подраздел 6.3 ГОСТ Р ИСО 5725-1 содержит формулы (использующие величину, обозначенную буквой A), необходимые для принятия решений о числе лабораторий, привлекаемых к участию в эксперименте. Соответствующие формулы для эксперимента с разделенными уровнями приведены ниже.

П р и м е ч а н и е — Формулы получены методом, описанным в примечании 24 ГОСТ Р ИСО 5725-1.

Для аналитического выражения неопределенности оценок стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости используют следующие равенства.

Для повторяемости

$$A_r = 1,96 \sqrt{1/[2(p-1)]} . \quad (1)$$

Для воспроизводимости

$$A_R = 1,96 \sqrt{[1 + 2(\gamma^2 - 1)]^2 + 1} / [8 \gamma^4 (p - 1)] , \quad (2)$$

где $\gamma = \sigma_R / \sigma_r$.

При $n = 2$ формулы (1) и (2) совпадают с формулами (9) и (10) ГОСТ Р ИСО 5725-1, за исключением того, что в них вместо p из ГОСТ Р ИСО 5725-1 появляется $p - 1$. Это небольшая разница, так что для представления неопределенности оценок стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости в эксперименте с разделенными уровнями могут быть использованы таблица 1 и рисунки В.1 и В.2 ГОСТ Р ИСО 5725-1.

Неопределенность оценки систематической погрешности метода измерений в эксперименте с разделенными уровнями рассчитывают в соответствии с формулой (13) из ГОСТ Р ИСО 5725-1 для $n = 2$ или определяют непосредственно из таблицы 2 ГОСТ Р ИСО 5725-1.

Неопределенность оценки лабораторной систематической погрешности в эксперименте с разделенными уровнями рассчитывают по уравнению (16) ГОСТ Р ИСО 5725-1 для $n = 2$. Поскольку число параллельных определений в эксперименте с разделенными уровнями равно двум, это не позволяет уменьшить неопределенность оценки лабораторной систематической погрешности увеличением числа параллельных определений. (Если необходимо снизить эту неопределенность, то необходимо использовать эксперимент с однородными уровнями).

4.3.2 Следуя руководству, приведенному в разделах 5 и 6 ГОСТ Р ИСО 5725-2, следует отнестись с вниманием к деталям организации эксперимента с разделенными уровнями. Число параллельных определений n в ГОСТ Р ИСО 5725-2 должно быть равным числу параллельных определений в эксперименте с разделенными уровнями, то есть двум.

Пробы a и b должны быть распределены среди участников случайным образом, причем процедуры рандомизации для a и b должны быть независимы. При этом необходимо, чтобы эксперты-статистики имели точную информацию о том, какие результаты были получены на материале a и какие — на материале b на каждом уровне эксперимента. Однако пробы следует зашифровать так, чтобы скрыть эту информацию от участников эксперимента.

Таблица 1 — Рекомендуемая форма для сравнения данных эксперимента с разделенными уровнями

Номер лаборатории	Уровень									
	1		2		j		q			
	a	b	a	b	a	b	a	b		
1										
2										
i										
p										

4.4 Статистическая модель

4.4.1 Основная модель, используемая в настоящем стандарте, дана равенством (1) в разделе 5 ГОСТ Р ИСО 5725-1. Там установлено, что для оценивания точности (правильности и прецизионности) метода измерений каждый результат измерения полезно представлять как сумму трех составляющих:

$$y_{ijk} = m_j + B_{ij} + e_{ijk} , \quad (3)$$

где для определенного испытуемого материала:

m_j — общее среднее значение для определенного уровня $j = 1, \dots, q$;

B_{ij} — лабораторная составляющая систематической погрешности в условиях повторяемости в определенной лаборатории $i = 1, \dots, p$ на определенном уровне $j = 1, \dots, q$;

e_{ijk} — случайная погрешность результата измерений $k = 1, \dots, n$, полученная в лаборатории i на уровне j в условиях повторяемости.

4.4.2 Для эксперимента с разделенными уровнями эта модель принимает вид

$$y_{ijk} = m_{jk} + B_{ij} + e_{ijk} . \quad (4)$$

Это неравенство отличается от равенства (3) только одной деталью: индекс k в m_{jk} означает, что в соответствии с равенством (4) общее среднее значение может теперь зависеть от материала a или b ($k = 1$ или 2) на уровне j .

Отсутствие индекса k в B_{ij} означает допущение, что систематическая ошибка, связанная с лабораторией i , не зависит от материала a или b на определенном уровне. Вот почему так важно, чтобы эти два материала были бы однородными (одинаковыми).

4.4.3 Определяют среднее значение в базовом элементе (ячейке)

$$y_{ij} = (y_{ija} + y_{ijb})/2 \quad (5)$$

и внутриэлементное расхождение (разброс)

$$D_{ij} = y_{ija} - y_{ijb} . \quad (6)$$

4.4.4 Общее среднее значение для уровня j в эксперименте с разделенными уровнями может быть определено как

$$m_j = (m_{ja} + m_{jb})/2 . \quad (7)$$

4.5 Статистический анализ данных эксперимента с разделенными уровнями

4.5.1 Данные эксперимента сводят в таблицу (см. таблицу 1). Каждая комбинация лаборатории и уровня дает базовый элемент (ячейку) в этой таблице, а также содержит два результата y_{ija} и y_{ijb} .

Рассчитывают D_{ij} — расхождения в элементах и сводят их в таблицу (см. таблицу 2). Метод анализа требует, чтобы все расхождения были рассчитаны с сохранением знака разности

$$a - b.$$

Рассчитывают средние значения y_{ij} и сводят их в таблицу (см. таблицу 3).

4.5.2 Если элемент в таблице 1 не содержит двух результатов измерений (например потому, что пробы были испорчены или данные исключены в последующем как выбросы), то соответствующие элементы в таблицах 2 и 3 оставляют пустыми.

4.5.3 Для каждого уровня j эксперимента рассчитывают среднее D_j и стандартное s_{Dj} отклонения расхождений в графе j таблицы 2 по формулам:

$$D_j = \sum D_{ij}/p , \quad (8)$$

$$s_{Dj} = \sqrt{\sum (D_{ij} - D_j)^2 / (p - 1)}, \quad (9)$$

где \sum — знак суммирования по всем лабораториям $i = 1, 2, \dots, p$.

Если в таблице 2 имеются пустые элементы, то p теперь становится числом элементов в графе j таблицы 2, содержащих данные, и суммирование выполняют без пустых элементов.

4.5.4 Для каждого уровня j в эксперименте рассчитывают среднее y_j и стандартное s_{yj} отклонения средних значений в графе j таблицы 3, используя формулы:

$$y_j = \sum y_{ij}/p , \quad (10)$$

$$s_{yj} = \sqrt{\sum (y_{ij} - y_j)^2 / (p - 1)}, \quad (11)$$

где \sum — знак суммирования по всем лабораториям $i = 1, 2, \dots, p$.

Если в таблице 3 имеются пустые элементы, то p теперь становится числом элементов в графе j , содержащих данные, и суммирование выполняют без пустых элементов.

4.5.5 Для проверки совместимости данных и наличия выбросов, как описано в 4.6, используют таблицы 2, 3 и статистики, рассчитанные по формулам (8 — 11). При исключении данных пересчитывают статистики.

4.5.6 Рассчитывают стандартные отклонения повторяемости s_{rj} и воспроизводимости s_{Rj} по формулам:

$$s_{rj} = s_{Dj} / \sqrt{2}, \quad (12)$$

$$s_{Rj}^2 = s_{y_j}^2 + s_{rj}^2 / 2. \quad (13)$$

4.5.7 Исследуют, зависят ли s_{rj} и s_{Rj} от среднего y_j , и, если это так, находят соответствующие функциональные соотношения, используя методы, описанные в 7.5 ГОСТ Р ИСО 5725-2.

Т а б л и ц а 2 — Рекомендуемая форма табулирования расхождений в базовых элементах для эксперимента с разделенными уровнями

Номер лаборатории	Уровень					
	1	2		j		q
1						
2						
i						
p						

Т а б л и ц а 3 — Рекомендуемая форма табулирования средних значений в базовых элементах для эксперимента с разделенными уровнями

Номер лаборатории	Уровень					
	1	2		j		q
1						
2						
i						
p						

4.6 Исследование данных на совместимость и наличие выбросов

4.6.1 Проверяют данные на совместимость, используя статистику h , описанную в 7.3.1 ГОСТ Р ИСО 5725-2.

Чтобы проконтролировать совместимость расхождений в базовых элементах, рассчитывают серию для статистики h по формуле

$$h_{ij} = (D_{ij} - D_j) / s_{Dj}. \quad (14)$$

Для контроля совместимости средних значений в базовых элементах рассчитывают серию для статистики h по формуле

$$h_{ij} = (y_{ij} - y_j) / s_{y_j}. \quad (15)$$

Для оценки различий лабораторий с точки зрения совместимости полученных данных, наносят на график обе серии в порядке возрастания уровней, но сгруппировав их по лабораториям, как

показано на рисунках 2 и 3. Интерпретация этих графиков подробно рассмотрена в 7.3.1 ГОСТ Р ИСО 5725-2. Если лаборатория получила худшую повторяемость по сравнению с другими, это будет видно по необычно большому числу больших значений h на графике, построенном по расхождениям в элементах. Если данные лаборатории, в основном, содержат систематическую погрешность, то это будет видно по значениям h на графике, построенном для средних значений в элементах: большинство из них расположится в одном направлении. В любом случае лаборатория должна изучить причины расхождений и доложить о них организатору эксперимента.

4.6.2 Для контроля данных на наличие квазивыбросов и выбросов используют критерий Граббса, описанный в 7.3.4 ГОСТ Р ИСО 5725-2.

Для контроля наличия квазивыбросов и выбросов во внутриэлементных расхождениях, применяют тестирование по критерию Граббса к значениям в каждой графе таблицы 2 по очереди.

Для контроля наличия квазивыбросов и выбросов в средних значениях элементов применяют тестирование по критерию Граббса к значениям в каждой графе таблицы 3 по очереди.

Интерпретация результатов тестирования полностью рассмотрена в 7.3.2 ГОСТ Р ИСО 5725-2. Их используют для идентификации результатов, которые настолько не соответствуют остальным данным эксперимента, что в случае их включения в расчеты стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости они окажут существенное влияние на значения этих статистик. Обычно данные, идентифицированные как выбросы, исключают из расчетов, а данные, идентифицированные как квазивыбросы, включают в расчеты, если не имеется серьезных оснований для принятия других решений. Если результаты тестирования показывают, что данные в одной из таблиц 2 или 3 должны быть исключены из расчетов стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости, то соответствующие значения в другой таблице также должны быть исключены.

4.7 Представление результатов эксперимента

4.7.1 В 7.7 ГОСТ Р ИСО 5725-2 даны рекомендации по:

- созданию совета экспертов специально для организации эксперимента и рассмотрения его результатов;

- представлению результатов статистического анализа совету экспертов;

- решениям, принимаемым советом экспертов по результатам рассмотрения;

- подготовке полного отчета.

4.7.2 Рекомендации по форме представления установленных стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений даны в 7.1 ГОСТ Р ИСО 5725-1.

4.8 Пример 1. Эксперимент с разделенными уровнями

4.8.1 Таблица 4 содержит данные эксперимента [2] по определению содержания протеина в кормах методом сжигания. Число лабораторий-участниц — девять, эксперимент содержал 14 уровней. В каждом уровне использовались две пробы кормов с одинаковой массовой долей протеина.

Т а б л и ц а 4 — Пример 1. Определение массовой доли протеина в кормах (в процентах)

Номер лаборатории	Уровень									
	1		2		3		4		5	
	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>a</i>	<i>b</i>
1	11,11	10,34	10,91	9,81	13,74	13,48	13,79	13,00	15,89	15,26
2	11,12	9,94	11,38	10,31	14,00	13,12	13,44	13,06	15,69	15,10
3	11,26	10,46	10,95	10,51	13,38	12,70	13,54	13,18	15,83	15,73
4	11,07	10,41	11,66	9,95	13,01	13,16	13,58	12,88	15,08	15,63
5	10,69	10,31	10,98	10,13	13,24	13,33	13,32	12,59	15,02	14,90
6	11,73	11,01	12,31	10,92	14,01	13,66	14,04	13,64	16,43	15,94
7	11,13	10,36	11,38	10,44	12,94	12,44	13,63	13,06	15,75	15,56
8	11,21	10,51	11,32	10,84	13,09	13,76	13,85	13,49	15,98	15,89
9	11,80	11,21	11,35	9,88	13,85	14,46	13,96	13,77	16,51	15,72

Продолжение таблицы 4

Номер лаборатории	Уровень									
	6		7		8		9		10	
	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>a</i>	<i>b</i>
1	20,14	19,78	20,33	20,06	46,45	44,42	52,05	49,40	65,84	59,14
2	19,25	20,25	20,36	19,94	46,69	44,62	51,94	48,81	66,31	59,19
3	20,48	19,86	20,56	20,11	46,90	44,56	52,18	48,90	66,06	58,52
4	21,54	20,06	20,64	20,46	47,13	45,29	51,73	48,56	65,93	58,93
5	19,90	19,66	20,56	19,24	45,83	43,73	50,84	47,91	64,19	57,94
6	20,31	20,27	20,85	20,63	46,86	43,96	52,18	49,03	65,73	58,77
7	20,00	20,56	20,25	20,19	46,25	44,31	52,25	49,44	66,06	59,19
8	20,43	20,69	20,85	20,27	47,11	44,40	52,44	48,81	65,66	59,38
9	20,64	21,01	20,78	20,89	47,09	45,15	52,19	48,46	66,33	59,47

Окончание таблицы 4

Номер лаборатории	Уровень							
	11		12		13		14	
	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>a</i>	<i>b</i>
1	84,16	80,86	85,38	81,71	87,64	88,23	90,24	82,10
2	84,50	81,06	85,56	82,44	88,81	88,38	89,88	81,44
3	82,26	79,43	85,26	82,15	88,58	88,12	89,48	81,67
4	84,39	80,08	85,20	81,76	88,47	87,98	90,04	80,73
5	81,71	79,01	83,58	79,74	86,43	86,19	88,59	80,46
6	82,85	81,16	84,44	80,90	87,78	86,89	89,40	80,88
7	86,25	81,00	84,88	81,44	88,06	88,00	89,31	81,38
8	84,59	81,16	84,96	81,71	88,50	87,98	89,94	81,56
9	83,05	80,93	84,73	81,94	88,24	88,05	89,75	81,35

4.8.2 Таблицы 5 и 6 содержат средние значения и внутриэлементные расхождения, рассчитанные, как описано в 4.5.1, только для уровня 14 ($j = 14$) этого эксперимента.

Использование уравнений (8) и (9) по 4.5.3 для определения расхождений, приведенных в таблице 5, дает:

$$D_{14} = 8,34 \%,$$

$$s_{D14} = 0,4361 \%,$$

а применяя уравнения (10) и (11) в 4.5.4 к средним значениям, приведенным в таблице 6, получим:

$$y_{14} = 85,46 \%,$$

$$s_{14} = 0,4534 \%,$$

и тогда стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости, согласно уравнениям (12) и (13), равны:

$$s_{r14} = 0,31 \%,$$

$$s_{R14} = 0,50 \%.$$

Т а б л и ц а 5 — Пример 1. Расхождения в элементах для уровня 14

Номер лаборатории	Расхождение, %	Статистика h
1	8,14	—0,459
2	8,44	0,229
3	7,81	—1,215
4	9,31	2,224
5	8,13	—0,482
6	8,52	0,413
7	7,93	—0,940
8	8,38	0,092
9	8,40	0,138

Т а б л и ц а 6 — Пример 1. Средние значения в элементах для уровня 14

Номер лаборатории	Расхождение, %	Статистика h
1	86,170	1,576
2	85,660	0,451
3	85,575	0,263
4	85,385	—0,156
5	84,525	—2,052
6	85,140	—0,696
7	85,345	—0,244
8	85,750	0,649
9	85,550	0,208

Таблица 7 дает результаты расчетов и для других уровней.

Т а б л и ц а 7 — Пример 1. Средние значения, средние расхождения и стандартные отклонения, рассчитанные по данным для 14 уровней из таблицы 4

Уровень j	Число лабораторий p	Общее среднее значение y_j , %	Среднее расхождение D_j , %	Стандартные отклонения, %			
				s_{yj}	s_{Dj}	s_{rj}	s_{Rj}
1	9	10,87	0,73	0,35	0,21	0,15	0,36
2	9	10,84	1,05	0,36	0,43	0,30	0,42
3	9	13,41	0,13	0,44	0,55	0,39	0,52
4	9	13,43	0,50	0,30	0,21	0,15	0,32
5	9	15,66	0,27	0,39	0,40	0,29	0,44
6	9	20,27	0,06	0,40	0,73	0,52	0,54
7	9	20,39	0,38	0,30	0,41	0,29	0,37
8	9	45,60	2,21	0,44	0,37	0,26	0,47
9	9	50,40	3,16	0,44	0,35	0,25	0,47
10	9	62,37	6,84	0,53	0,40	0,28	0,57
11	9	82,14	3,23	1,01	1,08	0,77	1,15
12	9	83,17	3,45	0,74	0,46	0,33	0,77
13	9	87,91	0,30	0,69	0,41	0,29	0,72
14	9	85,46	8,34	0,45	0,44	0,31	0,50

4.8.3 На рисунке 1 для уровня 14 представлены результаты для проб a из таблицы 4, расположенных напротив соответствующих результатов, полученных для проб b , в виде так называемой диаграммы Юдена («Youden plot»). Лаборатория № 5 дает точку в нижнем левом углу рисунка, а лаборатория № 1 — в верхнем правом углу. Это означает, что лаборатория № 5 имеет согласованную отрицательную систематическую погрешность по пробам a и b ; данные лаборатории № 1 имеют согласованную положительную систематическую погрешность по двум пробам. Представление данных эксперимента с разделенными уровнями в виде подобных диаграмм является обычным для нахождения таких отклонений (как показано на рисунке 1). Рисунок также показывает, что результаты лаборатории № 4 необычны, так как точка этой лаборатории сравнительно далеко отстоит от

линии равенства (баланса) для двух проб. Другие лаборатории формируют группу результатов в середине графика. Этот рисунок, таким образом, указывает, что целесообразно исследовать источники систематических погрешностей в трех лабораториях.

Примечание — Относительно интерпретации диаграмм Юдена, см. [2] и [3].

4.8.4 Значения статистики h , рассчитанные согласно 4.6.1, представлены в таблицах 5 и 6 только для уровня 14. Значения для всех остальных уровней представлены на рисунках 2 и 3.

Из рисунка 3, где представлена статистика h для средних значений элементов, видно, что лаборатория № 5 дала отрицательные значения статистики h на всех уровнях, что указывает на согласованную отрицательную систематическую погрешность ее данных. На этом же рисунке значения статистики h для лабораторий № 8 и № 9 почти всегда положительны, что указывает на согласованные положительные систематические погрешности их данных (меньшие, чем отрицательная систематическая погрешность в лаборатории № 5). Для лабораторий № 1, 2 и 6 статистика h свидетельствует о том, что в каждой из этих лабораторий систематическая погрешность изменяется в зависимости от уровня. Такая взаимосвязь между лабораториями и уровнями может стать ключом к пониманию источников лабораторных систематических погрешностей.

Рисунок 2 не обнаруживает достойных внимания отклонений или зависимостей.

4.8.5 Значения статистики Граббса даны в таблице 8. Эти данные вновь свидетельствуют, что результаты, полученные от лаборатории № 5, сомнительны.

4.8.6 На этом этапе анализа эксперт по статистике должен инициировать исследования в лаборатории № 5 по поиску возможных причин получения сомнительных данных перед дальнейшим анализом. Если причина не может быть установлена, то в этом случае целесообразно исключить все данные лаборатории № 5 из расчетов стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости. Анализ потом можно продолжить в направлении исследования возможной функциональной зависимости между стандартными отклонениями повторяемости и воспроизводимости и общим средним (по уровню). Этот вопрос рассмотрен уже в ГОСТ Р ИСО 5725-2, поэтому здесь он не рассматривается.

Таблица 8 — Пример 1. Значения статистики Граббса

Уровень	Статистика Граббса для расхождений			
	Одно наименьшее	Два наименьших	Два наибольших	Одно наибольшее
1	1,653	0,5081	0,3139	2,125
2	1,418	0,3945	0,4738	1,535
3	1,462	0,3628	0,5323	1,379
4	1,490	0,5841	0,4771	1,414
5	2,033	0,3485	0,6075	1,289
6	1,456	0,5490	0,3210	1,947
7	1,185	0,6820	0,1712	2,296* (5)
8	0,996	0,7571	0,1418* (6; 8)	1,876
9	1,458	0,5002	0,3092	1,602
10	1,474	0,3360	0,4578	1,737
11	1,422	0,5089	0,2943	1,865
12	1,418	0,6009	0,2899	1,956
13	2,172	0,2325	0,6326	1,444
14	1,215	0,6220	0,2362	2,224* (4)

Окончание таблицы 8

Уровень	Статистика Граббса для средних значений			
	Одно наименьшее	Два наименьших	Два наибольших	Одно наибольшее
1	1,070	0,6607	0,1291* (6; 9)	1,832
2	1,318	0,6288	0,2118	2,165
3	1,621	0,4771	0,4077	1,680
4	1,591	0,5339	0,3807	1,429
5	1,794	0,4018	0,5009	1,333
6	1,291	0,4947	0,4095	1,386
7	1,599	0,5036	0,4391	1,470
8	1,872	0,3753	0,4536	1,404
9	2,328* (5)	0,1317* (4; 5)	0,7417	1,025
10	2,456** (5)	—	—	1,000
11	1,756	0,2469	0,5759	1,472
12	2,037	0,1063* (5; 6)	0,7116	1,130
13	2,308* (5)	0,0733** (5; 6)	0,7777	0,994
14	2,052	0,2781	0,5486	1,576

Примечание — в скобках указаны номера лабораторий, давших квазивыбросы или выбросы. Ниже приведены критические значения статистики Граббса для девяти лабораторий, применяемые как к расхождениям, так и к средним значениям.

	* Квазивыброс	** Выброс
Для одного выброса	2,215 0	2,387 0
Для пары выбросов	0,149 2	0,085 1

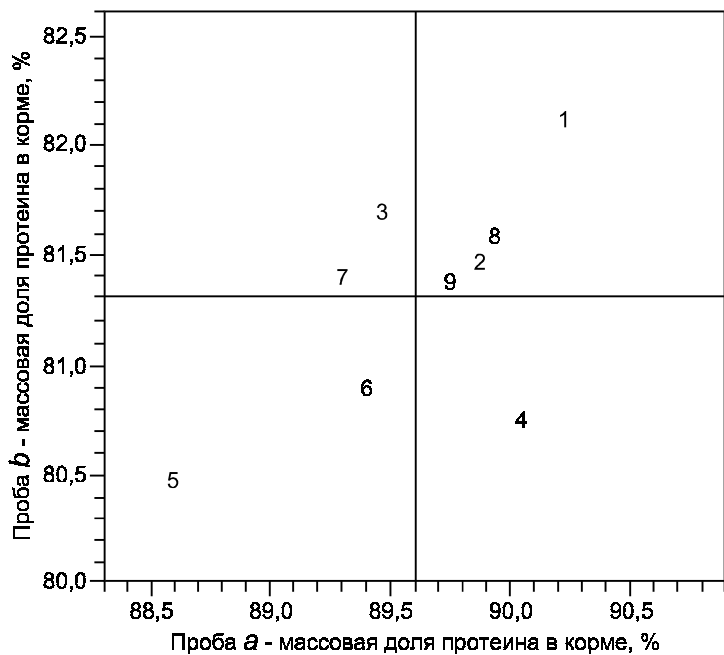


Рисунок 1 — Пример 1. Данные, полученные на уровне 14

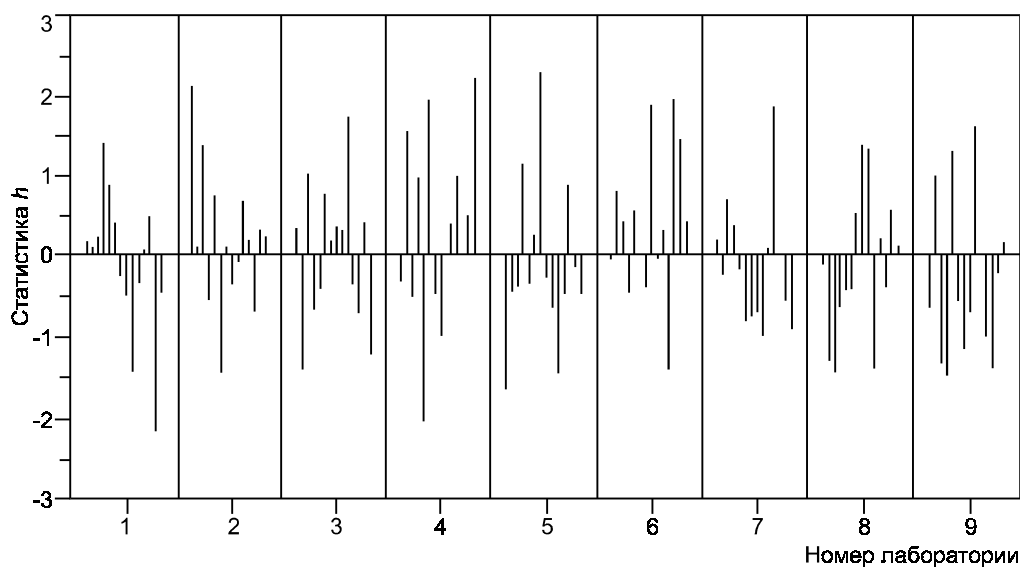


Рисунок 2 — Пример 1. Проверка совместимости по внутриэлементным расхождениям (сгруппированным по лабораториям)

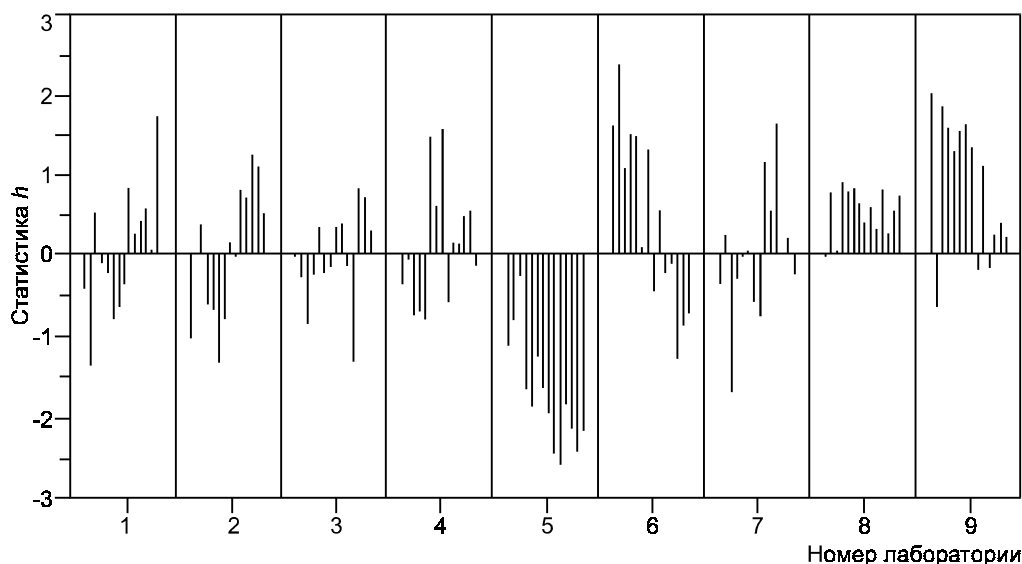


Рисунок 3 — Пример 1. Проверка совместимости по средним значениям в элементах (сгруппированным по лабораториям)

5 Модель эксперимента для гетерогенного материала

5.1 Применение модели

5.1.1 Примером гетерогенного материала является кожа. Нет двух одинаковых шкур, а свойства кожи существенно меняются в пределах одной шкуры. Обычное испытание, которое применяют для кожи, это испытание на прочность по BS 3144 [4]. Испытание проводят на вырезанных из шкуры фрагментах (BS 3144 определяет число таких фрагментов, а также их расположение и ориентацию по шкуре так, чтобы естественным определением «пробы» при испытаниях кожи стала вся шкура). Если эксперимент по оценке прецизионности выполняют по модели с однородными уровнями, описанной в ГОСТ Р ИСО 5725-2, в соответствии с которой в каждую лабораторию посылают по

одной шкуре для каждого уровня эксперимента и получают по два результата по каждой шкуре, то различия между шкурами будут добавляться к межлабораторной вариации, таким образом увеличивая стандартное отклонение воспроизводимости. Однако если в каждую лабораторию посылают по две шкуры для каждого уровня и получают два результата по каждой шкуре, то эти данные могут быть использованы для оценки расхождений между шкурами и по ним может быть рассчитано стандартное отклонение воспроизводимости метода испытаний, из значения которого различие между самими шкурами исключено.

5.1.2 Другим примером гетерогенного материала является гравий (который может быть использован, например, для производства бетона). Обычно под воздействием ветра или воды в нижнем пласте содержится гравий различных фракций, и их распределение по размеру представляет особый интерес. В технологии производства бетона распределение гравия по фракциям контролируют ситовым анализом (например, согласно BS 812-103 [5]). Для испытаний сначала отбирают пробу гравия определенного объема, затем из нее готовят одну или более порций для испытаний. Типичными являются проба массой около 10 кг и навески для испытаний около 200 г. Естественная неоднородность материала приводит всегда к некоторым различиям между объемами проб, отобранных из одного и того же продукта. Отсюда, по аналогии с кожей, если эксперимент проводят по модели с однородными уровнями, в каждую лабораторию посылают пробы одного объема для каждого уровня, и тогда расхождения между пробами будут увеличивать рассчитанное стандартное отклонение воспроизводимости метода испытаний, но если в лаборатории посылают по две пробы для каждого уровня, тогда значения стандартного отклонения воспроизводимости могут быть рассчитаны так, что эти различия между пробами будут исключены.

5.1.3 Вышеприведенные примеры также ставят на первый план характеристику неоднородности гетерогенных материалов, так как из-за неоднородности материала (образца) приготовленные для испытаний фрагменты или порции могут быть важным источником расхождений. Так, в примере с кожей процесс вырезки фрагментов шкуры может оказать заметное влияние на измеряемое усилие при вырезке. Аналогично при испытаниях гравия на сите процесс приготовления навесок для испытаний из всего объема пробы обычно является главным источником расхождений результатов. Если образцы или навески (пробы) готовят для эксперимента по оценке прецизионности с отклонениями от нормальной практики (в попытке приготовить идентичные «пробы»), то значения стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости, полученные в эксперименте, не будут представлять различие между образцами, имеющее место на практике. Иногда желательно приготовить «идентичные» пробы, чтобы исключить, насколько это возможно, неоднородность материала (например для квалификационного испытания или когда эксперимент по оценке прецизионности используют как часть программы по исследованию метода измерений). Однако, когда целью эксперимента по оценке прецизионности является установление расхождения, которое будет иметь место на практике (например, когда поставщик и покупатель испытывают пробы одного и того же продукта), тогда расхождение, возникающее вследствие гетерогенности материала, необходимо включать в оценку прецизионности метода измерений.

Необходимо также предусмотреть, чтобы каждый результат в эксперименте был получен с соблюдением процедуры испытаний, независимо от других испытаний. Это будет не так, если отдельные стадии приготовления образцов будут выполняться совместно для нескольких образцов таким образом, что систематические или случайные погрешности, обусловленные стадией приготовления образцов, будут иметь общее влияние на результаты испытаний, полученные на этих образцах.

5.1.4 Модель для гетерогенных материалов, предложенная в пункте 5.1, дает информацию о различиях между пробами, которые не могут быть получены по модели с однородными уровнями, описанной в ГОСТ Р ИСО 5725-2. Конечно, неизбежны расходы, связанные с получением дополнительной информации, так как предлагаемая модель требует большего количества проб для испытаний. Но эта дополнительная информация может быть ценной. В примере с кожей, рассмотренном в 5.1.1, информация о неоднородности шкур может быть использована для принятия решения о том, сколько шкур необходимо для испытаний при отправке товара, или же, что лучше — испытывать больше шкур с небольшим количеством фрагментов от каждой шкуры или испытывать шкур поменьше, но с большим количеством фрагментов от каждой шкуры. В примере с гравием, рассмотренном в 5.1.2, информация о различиях между пробами может быть использована для решения, является ли процедура отбора проб из большого объема удовлетворительной или нуждается в совершенствовании.

5.1.5 Модель, описанная в этом пункте, применима к экспериментам, включающим три

фактора, расположенных в такой последовательности: «лаборатории» — как высочайший уровень в иерархии, фактор «пробы внутри лабораторий» — как следующий уровень в иерархии и фактор «результаты испытаний в пределах проб» — самый низкий уровень в иерархии. Другой случай, с которым можно столкнуться на практике, — трехфакторная иерархия: «лаборатории» — как высочайший уровень, «результаты испытаний в пределах лабораторий» — как следующий уровень и «результаты параллельных определений в результатах испытаний» — как наинизший уровень. Этот случай может возникнуть, если лабораториям — участницам эксперимента по оценке прецизионности посылают по одной пробе гомогенного материала с просьбой о выполнении двух (возможно — более) испытаний на каждой пробе и если каждое испытание включает в себя некоторое число определений, а результаты испытаний рассчитывают как средние значения этих определений. К значениям, полученным в таком эксперименте, применимы формулы, приведенные в 5.5, 5.6 и 5.9, но стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости должны быть рассчитаны несколько иным способом, который приведен в примечании 2 к 5.5.5. Необходимо также правильно задавать число определений, подлежащих усреднению, для выдачи результата испытаний, так как это влияет на значения стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости.

5.2 План эксперимента

5.2.1 План эксперимента для гетерогенного материала представлен в таблице 9.

Каждую лабораторию из числа p , участвующую в эксперименте, обеспечивают двумя пробами на каждом из q уровней и получают два результата измерений по каждой пробе. Таким образом каждый элемент (ячейка) в эксперименте содержит четыре результата измерений (по два результата измерений для каждой из двух проб).

Эту простую модель можно обобщить на случай использования более чем двух проб на лабораторию и уровень или получение более чем двух результатов измерений по каждой пробе. Расчеты по более общей модели значительно сложнее, чем в случаях с двумя результатами измерений по каждой пробе или с двумя пробами на лабораторию и уровень. Однако принципы более общей модели остаются теми же, как и в случае простой модели, поэтому расчеты будут изложены здесь детально для простой модели. Формулы для расчетов стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости при использовании общей модели даны ниже в 5.9, а пример по их применению — в 5.10.

5.2.2 Данные эксперимента для гетерогенного материала обозначают y_{ijk} , где i — номер лаборатории ($i = 1, 2, \dots, p'$); j — уровень ($j = 1, 2, \dots, q$); t — проба ($t = 1, 2, \dots, g$); k — результат измерений ($k = 1, 2, \dots, n$).

Обычно $g = 2$ и $n = 2$. В большинстве общих моделей $g > 2$ и $n > 2$ или оба — более двух.

Примечание — В ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р ИСО 5725-2 p используют как число лабораторий и как индекс в таблицах критических значений для критерия Кохрена: для модели эксперимента с однородными уровнями это одно и то же число. В модели для гетерогенного материала индекс для критерия Кохрена может быть кратен числу лабораторий, поэтому p' используют здесь для обозначения числа лабораторий, а p — для индекса критерия Кохрена.

5.3 Организация эксперимента

5.3.1 При планировании эксперимента с гетерогенным материалом необходимо следовать руководству, изложенному в разделе 6 ГОСТ Р ИСО 5725-1. Дополнительный вопрос, который должен быть рассмотрен: сколько проб должно быть подготовлено для каждой лаборатории на каждом уровне?

Обычно с учетом затрат, потребуется две пробы для каждой лаборатории на каждом уровне.

Формулы, таблицы и рисунки в разделе 6 и приложении В ГОСТ Р ИСО 5725-1 могут быть использованы при выборе числа лабораторий, проб и параллельных определений, но с модификациями, изложенными в 5.3.2 до 5.3.5.

5.3.2 Неопределенность оценки стандартного отклонения повторяемости, полученной из эксперимента на гетерогенном материале, может быть оценена расчетом величины A_r (см. 6.3 ГОСТ Р ИСО 5725-1) по формуле

$$A_r = 1,96 \sqrt{1/[2 p' g (n - 1)]} \quad (16)$$

вместо определенной равенством (9) ГОСТ Р ИСО 5725-1. Однако вышеприведенная формула может быть получена заменой p в уравнении (9) ГОСТ Р ИСО 5725-1 на $p' \times g$. Значит, на рисунке В.1 данные для повторяемости под A_r в таблице 1 ГОСТ Р ИСО 5725-1 могут быть использованы для эксперимента с гетерогенным материалом внесением на рисунок или в таблицу величины

$p = p' \times g$. В общем случае, когда $g = 2$, пробы, подготовленные для каждой лаборатории и каждого уровня, вносят в таблицу или на рисунок в ГОСТ Р ИСО 5725-1 с $p = 2 p'$.

Примечание — Формулы (16) для A_r и (17) для A_R получены методом, описанным в примечании 24 ГОСТ Р ИСО 5725-1.

5.3.3 Неопределенность оценки стандартного отклонения воспроизводимости, полученной из эксперимента на гетерогенном материале, может быть оценена вычислением величины A_R (см. 6.3 ГОСТ Р ИСО 5725-1) по формуле

$$A_R = 1,96 \quad (17)$$

вместо определенной уравнением (10) ГОСТ Р ИСО 5725-1,

где $D_1 = [(\gamma^2 - 1) + (\Phi^2/g) + 1/ng]^2 / (p' - 1)$;

$$D_2 = [(\Phi^2/g) + (1/ng)]^2 / [p'(g - 1)] ;$$

$$D_3 = 1 / [p' g (n - 1)] ;$$

$\Phi = \sigma_H / \sigma_r$ (σ_H определено в 5.4.1).

$$\gamma = \sigma_R / \sigma_r \quad (18)$$

Величины Φ и γ могут быть выведены из предварительных оценок стандартных отклонений σ_H , σ_R и σ_r , полученных в процессе стандартизации метода измерения.

5.3.4 Детальную организацию эксперимента с гетерогенным материалом осуществляют в соответствии с руководством, изложенным в разделах 5 и 6 ГОСТ Р ИСО 5725-2.

Подпункт 5.1.2 ГОСТ Р ИСО 5725-2 содержит требования для «группы из n испытаний» или «группы из n измерений» (например требование, что группа из n испытаний должна проводиться с соблюдением условий повторяемости). В эксперименте на гетерогенном материале эти требования относят к группе $g \times n$ испытаний в элементе, то есть ко всем испытаниям в одной лаборатории на одном уровне.

В эксперименте на гетерогенном материале число проб, которое должно быть приготовлено для каждого уровня, равно $p' \times g$ (то есть $2 p'$ в обычном случае, когда $g = 2$). Важно разместить эти $p' \times g$ проб по лабораториям-участницам случайным образом.

5.4 Статистическая модель эксперимента с гетерогенным материалом

5.4.1 Основная модель, использованная в настоящем стандарте, описана в 4.1.1 равенством (3). Для эксперимента с гетерогенным материалом эта модель принимает вид

$$y_{ijk} = m_j + B_{ij} + H_{ijt} + e_{ijk} . \quad (19)$$

Члены m , B и e имеют те же значения, как и в равенстве (3), но равенство (19) содержит особый член H_{ijt} , который означает различие между пробами (неоднородность проб), а индекс t — номер пробы в лабораториях (значения других индексов даны в 5.2.2).

Естественно полагать, что различие между пробами является случайной величиной, не зависящей от лаборатории, но оно может зависеть от уровня в эксперименте. Тогда член H_{ijt} имеет нулевое математическое ожидание и дисперсию

$$\text{Var}(H_{ijt}) = \sigma_{Hj}^2 . \quad (20)$$

5.4.2 В обычном случае с двумя пробами для лаборатории и двумя результатами измерений для пробы ($g = n = 2$), определяют:

а) среднее для пробы и расхождения между результатами испытаний для лаборатории i , уровня j и пробы t ($t = 1$ или 2)

$$y_{ijt} = (y_{ijt1} + y_{ijt2}) / 2, \quad (21)$$

$$w_{ijt} = |y_{ijt1} - y_{ijt2}| ; \quad (22)$$

б) среднее для элемента и различие между пробами для лаборатории i и уровня j

$$y_{ij} = (y_{ij1} + y_{ij2}) / 2, \quad (23)$$

$$w_{ij} = |y_{ij1} - y_{ij2}|; \quad (24)$$

с) общее среднее и стандартное отклонение средних для элементов на уровне j

$$y_j = \sum_{i=1}^q y_{ij}/p', \quad (25)$$

$$s_{yj} = \sqrt{\sum_{i=1}^q (y_{ij} - y_j)^2 / (p' - 1)}, \quad (26)$$

где суммирование осуществляют по всем лабораториям $i = 1, 2, \dots, p'$.

5.5 Статистический анализ данных эксперимента

5.5.1 В этом пункте детально рассматривают случай, когда для каждой лаборатории на каждом уровне приготовлены по две пробы и на каждой пробе получены два результата измерений (общий случай рассматривают в 5.9 и 5.10).

Группируют полученные данные в таблицу (см. таблицу 9). Каждая комбинация лаборатории и уровня образует «элемент» в этой таблице, содержащий четыре результата измерений.

Используя уравнения (21) — (26):

а) рассчитывают расхождения между результатами измерений и сводят их в таблицу (см. таблицу 10);

б) рассчитывают расхождения между пробами и сводят их в таблицу (см. таблицу 11);

с) рассчитывают средние для элементов и сводят их в таблицу (см. таблицу 12);

Записывают расхождения как положительные величины (то есть игнорируя знак).

Т а б л и ц а 9 — Рекомендуемая форма для сопоставления данных эксперимента для гетерогенного материала

Номер лаборатории	Номер пробы	Уровень							
		1		2		j		q	
		Номер результата измерений							
		1	2	1	2	1	2	1	2
1	1 2								
2	1 2								
i	1 2								
p'	1 2								

Т а б л и ц а 10 — Рекомендуемая форма для табулирования расхождений между результатами измерений в эксперименте для гетерогенного материала

Номер лаборатории	Номер пробы	Уровень					
		1	2		<i>j</i>		<i>q</i>
1	1 2						
2	1 2						
<i>i</i>	1 2						
<i>p'</i>	1 2						

Т а б л и ц а 11 — Рекомендуемая форма для табулирования расхождений между пробами в эксперименте для гетерогенного материала

Номер лаборатории	Уровень					
	1	2		<i>j</i>		<i>q</i>
1						
2						
<i>i</i>						
<i>p'</i>						

Т а б л и ц а 12 — Рекомендуемая форма для табулирования средних значений по элементам в эксперименте для гетерогенного материала

Номер лаборатории	Уровень					
	1	2		<i>j</i>		<i>q</i>
1						
2						
<i>i</i>						
<i>p'</i>						

5.5.2 Если элемент в таблице 9 содержит менее четырех результатов измерений (например, по причине порчи проб или исключения данных после применения методов контроля наличия выбросов, описанных ниже), тогда:

- а) либо используют формулы для общего случая, приведенные ниже;

б) либо игнорируют все данные в элементе.

Альтернатива а) является предпочтительной. Выбор б) — бросовые данные, допускает применение простых формул.

5.5.3 Для каждого уровня j эксперимента рассчитывают:

а) сумму квадратов расхождений между результатами измерений в графе j таблицы 10 (суммируют по p' лабораториям и двум пробам)

$$SS_{rj} = \sum_{i=1}^{p'} \sum_{t=1}^2 w_{ijt}^2, \quad (27)$$

б) сумму квадратов расхождений между пробами в графе j таблицы 11 (суммируют все p' лабораторий)

$$SS_{Hj} = \sum_{i=1}^{p'} w_{ij}^2, \quad (28)$$

с) среднее значение и стандартное отклонение средних для элементов в графе j таблицы 12 с использованием уравнений (25) и (26).

5.5.4 Используют таблицы 10 — 12 и статистические результаты, рассчитанные по 5.5.3, чтобы оценить данные на однородность и наличие выбросов, как описано в 5.6. Если какие-то данные исключают, пересчитывают статистические результаты.

5.5.5 Рассчитывают стандартные отклонения повторяемости s_{rj} и воспроизводимости s_{Rj} , пользуясь формулами:

$$s_{rj}^2 = SS_{rj} / (4 p'), \quad (29)$$

$$s_{Rj}^2 = s_{yj}^2 + (SS_{rj} - SS_{Hj}) / (4 p'). \quad (30)$$

Если это дает

$$s_{Rj} < s_{rj}, \quad (31)$$

тогда устанавливают

$$s_{Rj} = s_{rj}. \quad (32)$$

Рассчитывают оценку стандартного отклонения s_{Hj} , являющегося мерой расхождения между пробами, по формуле

$$s_{Hj}^2 = SS_{Hj} / (2 p') - SS_{rj} / (8 p'). \quad (33)$$

П р и м е ч а н и я

1 Может показаться интересным выполнить испытание на значимость, чтобы определить, является ли расхождение между пробами статистически значимым, однако это не является необходимой частью анализа. Некорректно использовать такое испытание, чтобы решить, можно ли пренебречь расхождением между пробами в анализе (так как результаты измерений в каждом элементе обрабатывают так, как если бы они все были получены на одной и той же пробе). Это внесло бы систематическую погрешность в оценку стандартного отклонения повторяемости, поскольку утверждение о том, что расхождение между пробами не является статистически значимым, не доказывает, что этим расхождением можно пренебречь.

2 В случае, описанном в 5.1.5 (когда имеются три фактора: «лаборатории», «испытания внутри лабораторий» и «параллельные определения при выполнении испытаний»), стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости должны рассчитываться по формулам:

$$s_{rj}^2 = SS_{Hj} / (2p'), \quad s_{Rj}^2 = s_{yj}^2 + SS_{Hj} / (4p').$$

Эти формулы применяют, когда результаты испытаний рассчитывают как среднее результатов двух определений.

5.5.6 Исследуют зависимость s_{rj} и s_{Rj} от общего среднего y_i и, если она есть, определяют функциональные соотношения, используя методы, описанные в 7.5 ГОСТ Р ИСО 5725-2.

5.6 Исследование данных на совместимость и наличие выбросов

5.6.1 При проверке данных на совместимость используют статистики h и k , описанные в 7.3.1 ГОСТ Р ИСО 5725-2.

Для контроля совместимости средних значений в элементах рассчитывают статистику h по формуле

$$h_{ij} = (y_{ij} - \bar{y}_j) / s_{yj} \quad (34)$$

Наносят статистические данные на график, чтобы показать, в каких лабораториях имеет место несовместимость, выстраивают данные по уровням, а также группируют их по лабораториям.

Для контроля совместимости расхождений между пробами рассчитывают статистику k по формуле

$$k_{ij} = w_{ij} / \sqrt{SS_{Hj} / p'}. \quad (35)$$

Наносят статистические данные на график, чтобы показать, в каких лабораториях имеет место несовместимость, выстраивают данные по уровням, а также группируют их по лабораториям.

Для контроля совместимости расхождений между результатами измерений, рассчитывают статистику k по формуле

$$k_{ijt} = w_{ijt} / \sqrt{SS_{rj} / 2 p'}. \quad (36)$$

Наносят эти статистические данные на график, чтобы показать, в каких лабораториях имеет место несовместимость, выстраивают данные по уровням, а также группируют их по лабораториям.

Интерпретация графиков полностью описана в 7.3.1 ГОСТ Р ИСО 5725-2. Если лаборатория сообщает результаты с систематическими погрешностями, то для нее большинство данных по статистике h для средних значений в элементах на соответствующем графике будет большим и иметь одно направление. Если лаборатория не провела измерение внутри уровней с соблюдением условий повторяемости (и допустила наличие посторонних факторов, увеличивших расхождение между пробами), то на соответствующем графике для статистики k будут видны необычно большие статистические данные для расхождений между пробами. Если лаборатория имеет плохую повторяемость, это проявится на графике в виде необычно больших значений статистики k для расхождений между результатами измерений.

5.6.2 Исследуют данные эксперимента с точки зрения наличия квазивыбросов и выбросов по критериям Кохрена и Граббса, как это описано в 7.3.3 и 7.3.4 ГОСТ Р ИСО 5725-2.

Для проверки наличия квазивыбросов и выбросов в расхождениях между результатами измерений рассчитывают значения статистики Кохрена для каждого уровня j по формуле

$$C = w_{\max}^2 / SS_{rj}, \quad (37)$$

где w_{\max} — наибольшее расхождение между результатами измерений w_{ijt} для уровня j .

Для пользования таблицей критических значений подпункта 8.1 ГОСТ Р ИСО 5725-2 следует в таблице найти ряд, соответствующий $p = 2p'$, на краю слева и в графе $n = 2$.

Чтобы проверить наличие квазивыбросов и выбросов в расхождениях между пробами, рассчитывают значения статистики Кохрена для каждого уровня j по формуле

$$C = w_{\max}^2 / SS_{Hj}, \quad (38)$$

где w_{\max} — теперь наибольшее расхождение между пробами w_{ij} для уровня j .

Для пользования таблицей критических значений в ГОСТ Р ИСО 5725-2 следует в таблице найти ряд, соответствующий $p = p'$, на краю слева и в графе $n = 2$.

Чтобы проверить на наличие квазивыбросов и выбросов средние значения в элементах для каждого уровня j , рассчитывают по этим значениям статистику Граббса, как это показано в 7.3.4 ГОСТ Р ИСО 5725-2 (где s — это s_{yj} , определенное формулой (26) согласно 5.4.2).

Интерпретация этих проверок полностью описана в 7.3.2 ГОСТ Р ИСО 5725-2. В эксперименте на гетерогенном материале результаты этих проверок должны быть использованы в следующем порядке. Сначала нужно применить тест Кохрена к расхождениям между результатами измерений. Если на основе этого анализа решено, что расхождение между результатами измерений является выбросом и должно быть исключено, тогда оба результата измерений, которые дали выброс, должны быть исключены при расчетах стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости (но при этом другие результаты измерений в элементе должны быть оставлены). Далее применяют тест

Кохрана к расхождениям между пробами и, наконец, — тесты Граббса к средним значениям в элементах. Если решено, что расхождение между пробами или среднее значение в элементе является выбросом и что результаты, которые стали источником таких выбросов, подлежат исключению, тогда все экспериментальные данные для соответствующих элементов исключают из расчетов стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости.

5.7 Представление результатов эксперимента

Рекомендации, предложенные в 4.7, в равной степени применимы к эксперименту на гетерогенном материале.

5.8 Пример 2. Эксперимент на гетерогенном материале

5.8.1 Агрегатированные частицы материалов (связанный цемент или битум), служащие для покрытия аэродромов и дорог, должны обладать определенной влаго- и морозостойкостью. Метод, который применяют для измерения этих их возможностей, — это испытание на прочность с использованием сульфата магния согласно BS 812-12 [6], при котором испытываемую навеску материала подвергают пропитке (в несколько циклов) в насыщенном растворе сульфата магния с последующей сушкой. Изначально навеску готовят из остатка на сите с отверстиями 10 мм после отсева. В процессе испытаний частицы измельчают, и результатом измерения является массовая доля от испытываемой навески, которая проходит через сито с отверстиями 10 мм. Высокий результат (свыше 10 % до 20 % по массе) означает агрегатное состояние с плохой прочностью.

Т а б л и ц а 13 — Пример 2. Определение прочности с помощью сульфата магния, %

Номер лаборатории	Номер пробы	Уровень							
		1		2		3		4	
		Номер результата измерений							
		1	2	1	2	1	2	1	2
1	1	69,2	67,0	7,4	8,0	4,1	3,5	10,4	10,1
	2	69,7	71,7	6,6	5,7	10,5	13,1	13,9	13,8
2	1	66,5	64,1	1,9	2,1	3,0	3,2	8,7	6,7
	2	65,7	65,8	4,2	3,3	1,9	1,1	8,3	4,8
3	1	68,7	69,5	6,3	5,8	2,4	2,9	11,7	7,0
	2	67,7	77,7	9,7	5,3	2,1	3,3	7,9	12,0
4	1	77,5	75,3	2,0	3,6	2,4	1,4	9,4	7,1
	2	76,3	77,2	4,7	3,8	6,4	2,3	10,7	7,7
5	1	55,4	63,2	3,8	4,1	1,3	0,8	3,7	6,3
	2	65,9	54,7	2,1	3,1	0,7	1,7	3,3	3,7
6	1	64,8	70,9	8,4	6,1	6,0	9,7	16,5	12,3
	2	78,2	73,4	8,3	10,6	12,4	9,8	13,2	16,8
7	1	64,8	63,4	4,3	5,7	2,9	3,0	7,5	9,3
	2	67,0	63,4	7,7	3,9	4,3	6,4	11,1	8,3
8	1	64,9	68,4	4,4	2,8	1,3	2,8	5,7	6,8
	2	65,4	65,5	5,4	6,7	2,7	2,8	4,8	5,5
9	1	—	—	—	—	1,1	0,0	6,6	7,0
	2	—	—	—	—	0,7	3,7	4,9	6,3
10	1	57,0	57,7	3,3	0,4	2,1	2,4	5,5	5,8
	2	57,1	52,7	4,2	2,3	3,6	3,5	3,9	5,7
11	1	70,6	75,2	5,3	6,4	5,7	1,9	9,5	7,2
	2	77,9	68,2	3,5	7,1	1,4	3,0	8,1	7,4

Окончание таблицы 13

Номер лаборатории	Номер пробы	Уровень							
		1		2		3		4	
		Номер результата измерений							
		1	2	1	2	1	2	1	2
1	1	8,9	7,4	31,1	28,5	38,7	41,7	4,2	4,1
	2	7,6	9,1	23,0	23,1	44,2	41,1	7,3	4,4
2	1	3,2	3,5	16,5	15,4	36,6	45,2	3,2	5,4
	2	2,8	4,0	10,3	12,8	43,2	40,5	1,7	2,5
3	1	4,4	6,1	24,3	16,7	38,9	43,1	3,7	7,7
	2	6,0	6,0	20,8	22,2	46,1	47,4	3,5	5,6
4	1	2,7	3,1	20,2	16,2	32,0	35,5	2,9	2,2
	2	2,3	2,9	20,0	11,9	26,5	35,7	3,2	2,3
5	1	1,3	1,4	13,8	15,1	36,7	39,5	1,1	1,2
	2	1,5	1,3	11,5	13,3	37,6	34,1	0,6	1,7
6	1	8,2	4,2	20,3	24,7	49,4	50,6	11,9	18,5
	2	3,7	4,6	21,0	18,9	48,2	52,4	14,9	8,1
7	1	3,1	5,5	27,2	23,3	38,9	29,9	—	1,7
	2	5,6	5,5	21,5	22,7	34,4	38,3	2,2	5,0
8	1	1,8	2,2	13,6	12,0	27,0	37,0	0,3	2,2
	2	4,0	4,0	15,6	16,7	39,7	34,6	3,6	3,7
9	1	3,8	3,8	17,7	17,1	33,4	33,1	1,8	2,0
	2	3,5	2,8	21,4	16,8	26,5	25,2	2,5	1,6
10	1	3,5	3,0	21,7	23,9	35,3	26,5	0,5	4,3
	2	3,2	3,5	27,0	32,5	18,0	18,2	2,0	2,1
11	1	3,5	2,5	11,0	18,4	27,0	33,5	5,1	3,9
	2	2,0	2,8	16,4	8,1	35,4	29,3	2,1	5,0

5.8.2 Данные, представленные в таблице 13, были получены в эксперименте, в котором пары проб, отобранные от восьми образцов материала, были направлены в 11 лабораторий, и на каждой пробе были получены два результата измерений на прочность с применением сульфата магния. Пробы были массой около 100 кг (они использовались в ряде других испытаний), а испытываемые навески были массой около 350 г.

5.8.3 Таблицы 14—16 показывают расхождения между результатами измерений, различия между пробами и средние значения в элементах, рассчитанные с использованием равенств (21) — (24), только для уровня 6 эксперимента.

Подставляя в равенства (27) и (28) расхождения между результатами измерений из таблицы 14 и между пробами из таблицы 15, получаем

$$SS_{r6} = 381,66 (\%)^2, \quad SS_{H6} = 160,5300 (\%)^2.$$

Применяя уравнения (25) и (26) к средним значениям в элементах из таблицы 16, получаем

$$y_6 = 19,0 \% \text{ (общее среднее)}, \quad s_{y6} = 5,03 \%.$$

Так что, используя уравнения (29) — (33), для стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости и стандартного отклонения, которое измеряет расхождение между пробами, получим:

$$S_{r6} = 2,95 \%, \quad s_{R6} = 5,51 \%, \quad s_{H6} = 1,72 \%.$$

Т а б л и ц а 14 — Пример 2. Расхождения между результатами измерений для уровня б

Номер лаборатории	Номер пробы	Расхождение между результатами измерений, %	Статистика <i>k</i>
1	1	2,6	0,624
	2	0,1	0,024
2	1	1,1	0,264
	2	2,5	0,600
3	1	7,6	1,825
	2	1,4	0,336
4	1	4,0	0,960
	2	8,1	1,945
5	1	1,3	0,312
	2	1,8	0,432
6	1	4,4	1,056
	2	2,1	0,504
7	1	3,9	0,936
	2	1,2	0,288
8	1	1,6	0,384
	2	1,1	0,264
9	1	0,6	0,144
	2	4,6	1,104
10	1	2,2	0,528
	2	5,5	1,320
11	1	7,4	1,777
	2	8,1	1,945

Т а б л и ц а 15 — Пример 2. Расхождения между пробами для уровня б

Номер лаборатории	Расхождение между пробами, %	Статистика <i>k</i>
1	6,75	1,767
2	4,40	1,152
3	1,00	0,262
4	2,25	0,589
5	2,05	0,537
6	2,55	0,668
7	3,15	0,825
8	3,35	0,877
9	1,70	0,445
10	6,95	1,819
11	2,55	0,668

Т а б л и ц а 16 — Пример 2. Средние значения в элементах для уровня б

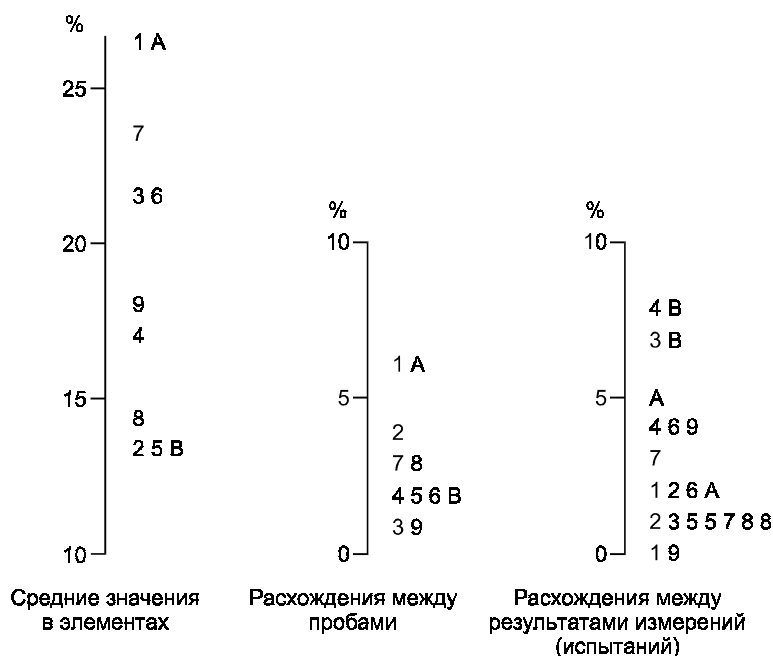
Номер лаборатории	Среднее элемента, %	Статистика <i>h</i>
1	26,425	1,475
2	13,750	−1,043
3	21,000	0,397
4	17,075	−0,382
5	13,425	−1,108
6	21,225	0,442
7	23,675	0,929
8	14,475	−0,899
9	18,250	−0,149
10	26,275	1,445
11	13,425	−1,108

Таблица 17 дает результаты расчетов по другим уровням.

Т а б л и ц а 17 — Пример 2. Значения средних, сумм квадратов расхождений и стандартные отклонения, рассчитанные по данным всех восьми уровней в таблице 13 (исключая элементы с опущенными данными)

Уровень j	Число лабораторий p'	Общее среднее $y_j, \%$	Суммы квадратов расхождений, $\%^2$		Стандартные отклонения, $\%$			
			SS_{rj}	SS_{Hj}	s_{yj}	s_{rj}	s_{Rj}	s_{Hj}
3	11	3,7	82,99	96,3725	2,62	1,37	2,56	1,85
5	11	4,0	34,70	11,2550	1,88	0,89	2,01	0,34
8	10	4,1	155,39	29,4225	3,49	1,97	3,92	0,00
2	10	5,0	83,51	25,2375	1,95	1,44	2,29	0,47
4	11	8,2	131,07	23,5775	3,10	1,73	3,47	0,00
6	11	19,0	381,66	160,5300	5,03	2,95	5,51	1,72
7	11	36,5	636,19	305,4775	7,28	3,80	7,78	2,58
1	10	67,4	529,71	92,9225	6,23	3,64	7,05	0,00

5.8.4 Рисунок 4 представляет гистограммы расхождений между результатами измерений, расхождений между пробами и средних значений в элементах для уровня 6. Графики такого типа позволяют легко определить расхождения, возникающие от различных источников (между результатами измерений, пробами и лабораториями). Рисунок 4 показывает, что в этом эксперименте на уровне 6 имеется широкая вариация в средних значениях по элементам, так что, если метод испытаний будет соответствовать спецификации, то, вероятно, будут возникать разногласия между продавцом и покупателем из-за расхождений в результатах. Расхождения между пробами, которые меньше расхождений между результатами измерений (испытаний), означают, что разница между пробами на уровне 6 не является значительной.



А, В — лаборатории № 10 и 11 соответственно.

Рисунок 4 — Пример 2. Гистограммы расхождений и средних значений из таблиц 14—16 для уровня 6

5.8.5 Значения статистик h и k , рассчитанные согласно 5.6.1, также представлены в таблицах 14—16 лишь для уровня 6. Для всех уровней эти значения изображены графически на рисунках 5—7; порядок уровней изменен так, чтобы общие средние по уровню располагались в порядке их возрастания, как показано в таблице 17. Рисунок 5 показывает, что лаборатория № 6 получила несколько высоких значений статистики k для расхождений между результатами измерений, что свидетельствует о ее худшей повторяемости по сравнению с остальными лабораториями. Рисунок 6 показывает, что три лаборатории (№ 1, 6 и 10) получили высокие значения статистики k для расхождений между пробами, что могло произойти из-за отклонений от рекомендованной процедуры подготовки испытуемых навесок из проб. Рисунок 7 показывает устойчивые положительные или отрицательные значения статистики h в большинстве лабораторий (в лабораториях № 1, 6 и 10 вновь достигнуты наибольшие значения). Это прямое доказательство того, что в большинстве лабораторий имеется систематическая погрешность, свидетельствующая, что метод измерений (испытаний) неадекватно реализуется.

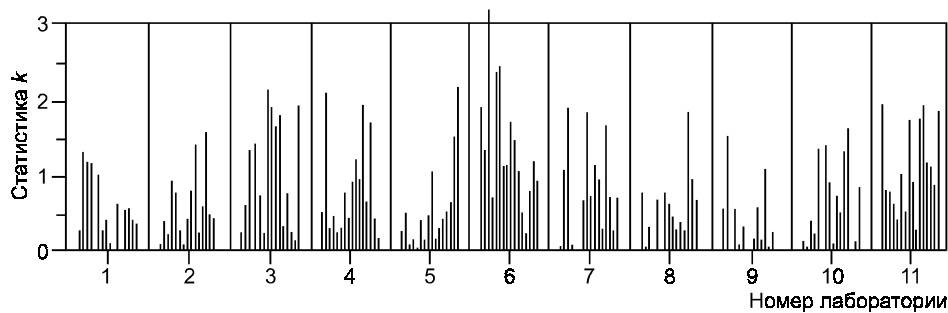


Рисунок 5 — Пример 2. Проверка совместимости расхождений между результатами измерений (сгруппированных по лабораториям)

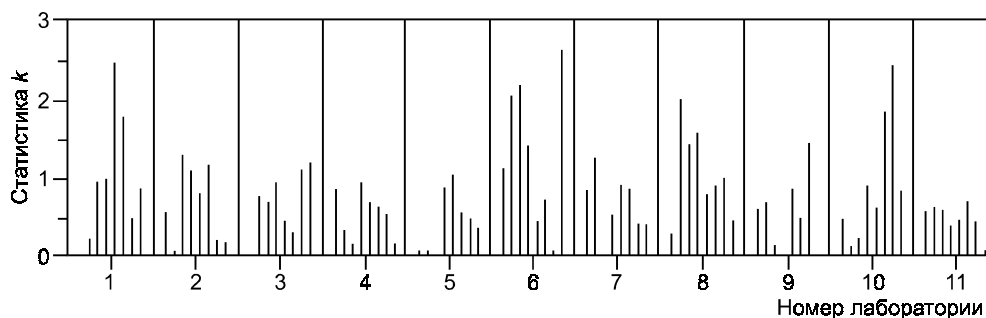


Рисунок 6 — Пример 2. Проверка совместимости расхождений между пробами (сгруппированных по лабораториям)

5.8.6 Применение анализа данных по критериям Кохрена и Граббса, как описано в 5.6.2, дает результаты, представленные в таблице 18. Установлены два выброса. В отсутствие другой информации, данные, ответственные за это, должны быть исключены, а расчеты повторены. Анализ может быть затем продолжен в направлении исследования функциональных связей таким же способом, как в эксперименте по модели с однородными уровнями, рассмотренном в ГОСТ Р ИСО 5725-2.

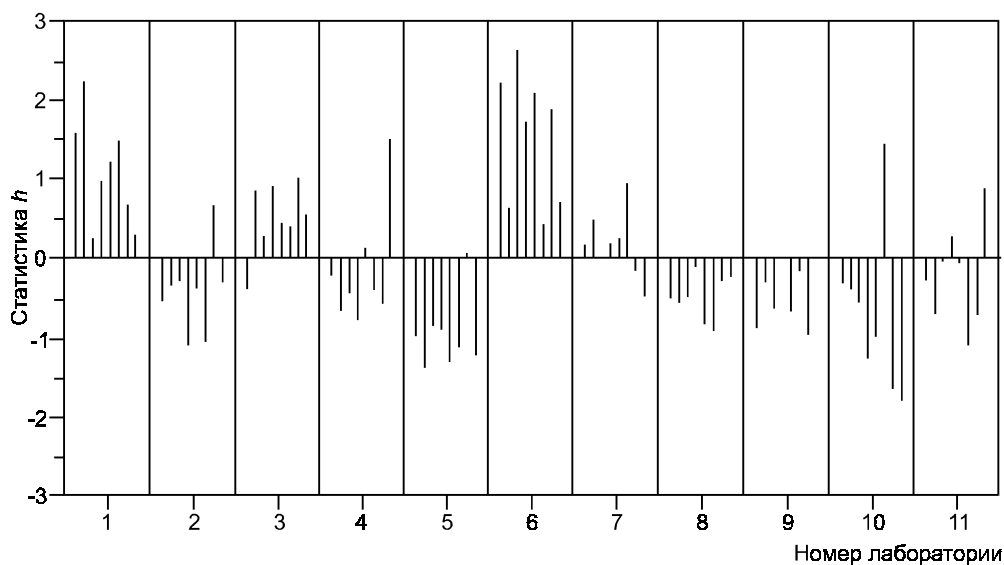


Рисунок 7 — Пример 2. Проверка совместимости средних значений в элементах (сгруппированных по лабораториям)

Таблица 18 — Пример 2. Значения статистик Кохрена и Граббса

Уровень j	Число лабораторий p'	Статистика Кохрена для расхождений между результатами измерений	Статистика Кохрена для расхождений между пробами		
3	11	0,203	0,664* (1)		
5	11	0,461** (6)	0,374		
8	10	0,298	0,465		
2	10	0,232	0,238		
4	11	0,169	0,550		
6	11	0,172	0,301		
7	11	0,157	0,536		
1	10	0,237	0,680* (6)		
Статистика Граббса для средних значений в элементах					
Уровень j	Число лабораторий p'	Одно наименьшее	Два наименьших	Два наибольших	Одно наибольшее
3	11	0,970	0,791	0,098** (1; 6)	2,219
5	11	1,396	0,709	0,302	2,266
8	10	0,849	—	—	2,643** (6)
2	10	1,259	0,614	0,466	1,713

Окончание таблицы 18

Уровень j	Число лабораторий p'	Одно наименьшее	Два наименьших	Два наибольших	Одно наибольшее
4	11	1,290	0,681	0,294	2,082
6	11	1,108	0,700	0,479	1,475
7	11	1,649	0,562	0,453	1,875
1	10	1,808	0,345	0,590	1,476

Примечание — Числа в скобках указывают лаборатории, которые обусловили квазивыбросы или выбросы.

Статистический критерий		Число лабораторий	Индекс в таблице ГОСТ Р ИСО 5725-2	Критические значения следующие:	
				*Квазивыброс	**Выброс
Тест Кохрена	Расхождения между результатами измерений	p'	p		
		10	20	0,389	0,480
		11	22	0,365	0,450
Тест Кохрена	Расхождения между пробами	10	10	0,602	0,718
		11	11	0,570	0,684
Тест Граббса: - для одиночного выброса	Средние значения в элементах	10	10	2,290	2,482
		11	11	2,355	2,564
- для пары выбросов	Средние значения в элементах	10	10	0,186 4	0,115 0
		11	11	0,221 3	0,144 8

5.9 Общие формулы для расчетов в эксперименте

Для каждого уровня j вычисляют следующие статистики.

а) Общее среднее (суммирование по i , t и k)

$$m_j = \sum \sum \sum y_{ijk} / n_j, \quad (39)$$

где n_j — число результатов измерений, включенных в сумму.

б) «Вклады» лабораторий для каждой i (суммирование по t и k)

$$B_{ij} = \sum \sum (y_{itk} - m_j) / n_{ij}, \text{ то есть равно среднему лаборатории} \\ \text{минус общее среднее,} \quad (40)$$

где n_{ij} — число результатов измерений, включенных в сумму.

с) «Вклады» проб для каждых i и t (суммирование по k)

$$H_{ijt} = \sum (y_{itk} - m_j - B_{ij}) / n_{ijt}, \text{ то есть равно среднему пробы} \\ \text{минус среднее лаборатории,} \quad (41)$$

где n_{ijt} — число результатов измерений, включенных в сумму.

д) Остатки для каждых i , t и k

$$z_{ijk} = y_{ijk} - m_j - B_{ij} - H_{ijt}, \text{ то есть равно результату} \\ \text{измерения минус среднее пробы.} \quad (42)$$

е) Сумма квадратов для проб (суммирование по i)

$$SS_{Lj} = \sum n_{ij} B_{ij}^2, \quad (43)$$

ф) Сумма квадратов для проб (суммирование по i и t)

$$SS_{Hj} = \sum \sum n_{ijt} H_{ijt}^2. \quad (44)$$

г) Сумма квадратов для повторяемости (суммирование по i , t и k)

$$SS_{rj} = \sum \sum \sum z_{ijk}^2. \quad (45)$$

h) Степени свободы:

$$v_{Lj} = p'_j - 1, \quad v_{Hj} = g_j - p'_j, \quad v_{rj} = n_j - g_j, \quad (46)$$

где p'_j — число лабораторий, представивших хотя бы один результат измерений;

g_j — число проб, для которых представлен по крайней мере один результат измерений;

n_j — общее число результатов измерений.

i) Факторы для каждого i (суммирование по t):

$$n_{ij} = \sum n_{ijt}, \quad (47)$$

$$K_{ij} = \sum n_{ijt}^2. \quad (48)$$

j) Факторы (суммирование по i):

$$K_j = \sum n_{ij}^2, \quad (49)$$

$$K'_j = \sum K_{ij}, \quad (50)$$

$$K''_j = \sum K_{ij} / n_{ij}. \quad (51)$$

к) Стандартные отклонения повторяемости s_{rj} , между пробами s_{Hj} , между лабораториями s_{Lj} и воспроизводимости s_{Rj} , определяемые по формулам:

$$s_{rj}^2 = SS_{rj} / v_{rj}, \quad (52)$$

$$s_{Hj}^2 = [SS_{Hj} - v_{Hj} \times s_{rj}^2] / (n_j - K''_j), \quad (53)$$

$$s_{Lj}^2 = [SS_{Lj} - (K''_j - K'_j / n_j) \times s_{Hj}^2 - v_{Lj} \times s_{rj}^2] / (n_j - K_j / n_j), \quad (54)$$

$$s_{Rj}^2 = s_{rj}^2 + s_{Lj}^2. \quad (55)$$

Примечание — Формулы (52 — 55) были получены с использованием статистической теории, разработанной Шеффе [7].

5.10 Пример 3. Применение общих формул

5.10.1 В качестве примера применения общих формул, необходимость которого возникает в связи с исключением некоторых результатов измерений, использованы данные примера 2 — уровень 4 (см. таблицу 19). Формулы, представленные в 5.9, дают общее среднее, указанное в таблице 19, а также суммы квадратов, степени свободы и факторы, приведенные в таблицах 20—22.

5.10.2 Применяя уравнения (52) — (55), получим:

$$s_{rj}^2 = SS_{rj} / v_{rj} = 36,8950 / 16 \%^2,$$

тогда

$$s_{rj}^2 = 1,52 \%,$$

и
$$s_{Hj}^2 = [SS_{Hj} - v_{Hj} \times s_{rj}^2] / (n_j - K_j'') = [29,9075 - 9 \times 1,5185^2] / (36 - 19,667) \%^2,$$

тогда

$$s_{Hj} = 0,75 \%,$$

и

$$s_{Lj}^2 = [SS_{Lj} - (K_j'' - K_j' / n_j) \times s_{Hj}^2 - v_{Lj} \times s_{rj}^2] / (n_j - K_j / n_j) =$$

$$= [378,8531 - (19,6667 - 68/36) \times 0,7487^2 - 10 \times 1,5185^2] / (36 - 130/36),$$

тогда

$$s_{Lj} = 3,27 \%,$$

и

$$s_{Rj} = \sqrt{1,52^2 + 3,27^2} = 3,61 \%.$$

Т а б л и ц а 19 — Пример 3. Определение прочности с использованием сульфата магния для уровня 4

Номер лаборатории <i>i</i>	Номер пробы <i>t</i>	Результат измерения, %	
		<i>k</i> = 1	<i>k</i> = 2
1	1	—	10,1
	2	13,9	13,8
2	1	—	—
	2	8,3	4,8
3	1	—	7,0
	2	—	12,0
4	1	9,4	—
	2	—	—
5	1	3,7	6,3
	2	3,3	3,7
6	1	16,5	12,3
	2	13,2	16,8
7	1	7,5	9,3
	2	11,1	8,3
8	1	5,7	6,8
	2	4,8	5,5
9	1	6,6	7,0
	2	4,9	6,3
10	1	5,5	5,8
	2	3,9	5,7
11	1	9,5	7,2
	2	8,1	7,4
Общее среднее $m_j = 8,1111 \%$. Число результатов измерений $n_j = 36$.			

Т а б л и ц а 20 — Пример 3. Расчет суммы квадратов для лабораторий

Номер лаборатории <i>i</i>	Среднее лаборатории, %	Число результатов измерений n_{ij}	«Вклад» лабораторий B_{ij} , %	Фактор K_{ij}
1	12,600	3	4,4889	5
2	6,550	2	—1,5611	4
3	9,500	2	1,3889	2
4	9,400	1	1,2889	1
5	4,250	4	—3,8611	8

Окончание таблицы 20

Номер лаборатории i	Среднее лаборатории, %	Число результатов измерений n_{ij}	«Вклад» лабораторий B_{ij} , %	Фактор K_{ij}
6	14,700	4	6,588 9	8
7	9,050	4	0,938 9	8
8	5,700	4	−2,411 1	8
9	6,200	4	−1,911 1	8
10	5,225	4	−2,886 1	8
11	8,050	4	−0,061 1	8

Сумма квадратов для лабораторий $SS_{Lj} = 378,853 1 \text{ \%}^2$.

Степени свободы для лабораторий $\nu_{Lj} = 11 - 1 = 10$

Факторы $K_j = 130$, $K'_j = 68$, $K''_j = 19,666 7$.

Т а б л и ц а 21 — Пример 3. Расчет суммы квадратов для проб

Номер лаборатории i	Номер пробы t	Среднее пробы, %	Число результатов измерений n_{ijt}	«Вклад» пробы H_{ijt} , %
1	1	10,10	1	−2,500
	2	13,85	2	1,250
2	1	—	0	—
	2	6,55	2	0,000
3	1	7,00	1	−2,500
	2	12,00	1	2,500
4	1	9,40	1	0,000
	2	—	0	—
5	1	5,00	2	0,750
	2	3,50	2	−0,750
6	1	14,40	2	−0,300
	2	15,00	2	0,300
7	1	8,40	2	−0,650
	2	9,70	2	0,650
8	1	6,25	2	0,550
	2	5,15	2	−0,550
9	1	6,80	2	0,600
	2	5,60	2	−0,600
10	1	5,65	2	0,425
	2	4,80	2	−0,425
11	1	8,35	2	0,300
	2	7,75	2	−0,300

Сумма квадратов для проб $SS_{Hj} = 29,907 5 \text{ \%}^2$.

Степени свободы для проб $\nu_{Hj} = 20 - 11 = 9$.

Т а б л и ц а 22 — Пример 3. Расчет суммы квадратов для повторяемости

Номер лаборатории <i>i</i>	Номер пробы <i>t</i>	Результат измерений, %	
		<i>k</i> = 1	<i>k</i> = 2
1	1	—	0,00
	2	0,05	—0,05
2	1	—	—
	2	1,75	—1,75
3	1	—	0,00
	2	—	0,00
4	1	0,00	—
	2	—	—
5	1	—1,30	1,30
	2	—0,20	0,20
6	1	2,10	—2,10
	2	—1,80	1,80
7	1	—0,90	0,90
	2	1,40	—1,40
8	1	—0,55	0,55
	2	—0,35	0,35
9	1	—0,20	0,20
	2	—0,70	0,70
10	1	—0,15	0,15
	2	—0,90	0,90
11	1	1,15	—1,15
	2	0,35	—0,35

Сумма квадратов для повторяемости $SS_{ij} = 36,895 \%^2$.

Степени свободы для повторяемости $\nu_{ij} = 36 - 20 = 16$.

6 Робастные методы анализа данных

6.1 Области применения робастных методов анализа данных

6.1.1 В ГОСТ Р ИСО 5725-2 данные, полученные в эксперименте по оценке прецизионности, рекомендуют проверять двумя тестами на наличие выбросов: тестами Кохрена и Граббса; при этом любые данные, которые увеличивают тестовую статистику в том или ином из этих тестов до значений, превышающих критические на уровне 1 % значимости, должны быть отброшены (если у статистика нет обоснованного повода оставить эти данные). На практике применить эту процедуру часто нелегко. Рассмотрим результаты теста на выбросы в примере 1 в 4.8, представленные в таблице 8. Лаборатория № 5 дает только одно среднее значение в элементе (на уровне 10), достаточно экстремальное, чтобы по критерию Граббса квалифицировать его как выброс, но также дает три других квазивыброса, а данные на рисунке 3 прямо указывают, что в этой лаборатории что-то не в порядке. В этой ситуации специалист по статистике должен принять одно из решений:

- сохранить все данные по лаборатории № 5;
- отбросить только данные из уровня 10 по лаборатории № 5;

с) отбросить все данные лаборатории № 5.

Решение специалиста будет иметь существенное влияние на рассчитываемые значения стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости. В обычной практике анализа результатов экспериментов по оценке прецизионности данные, лежащие на линии, разделяющей квазивыбросы и выбросы, обнаруживаются достаточно часто, что может повлиять на результаты расчетов, что нежелательно. Робастные методы, описываемые в этом пункте, позволяют проанализировать полученные данные таким способом, при котором не требуется принимать решения, влияющие на результаты расчетов. Таким образом, если имеется основание ожидать, что результаты эксперимента по оценке прецизионности могут содержать выбросы, робастные методы могут быть предпочтительнее.

6.1.2 Основная модель, рассмотренная в разделе 5 ГОСТ Р ИСО 5725-1, содержит допущение по обоснованности установления общего значения для стандартного отклонения повторяемости для всех лабораторий, применяющих подтвержденный метод измерений. На практике часто оказывается, что некоторые лаборатории имеют худшую повторяемость, чем другие. Посмотрим, например, рисунок 5 для примера 2 в 5.8. Очевидно, что лаборатория № 6 имеет намного худшую повторяемость, чем лаборатория № 9 в этом эксперименте, так что допущение, что они достигли одинаковой повторяемости не кажется достоверным в этом случае. Некоторые участники эксперимента по оценке прецизионности могут получать плохую повторяемость, когда метод измерений подвергается такому эксперименту впервые или когда они имеют небольшой опыт в реализации этого метода измерений. В этих ситуациях использование робастных методов будет особенно предпочтительным.

6.1.3 Примером применения робастных методов [8] является случай, когда при анализе данных эксперимента по оценке прецизионности, значения стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости рассчитывают таким образом, что на них не влияет наличие выбросов. Если всех участников эксперимента можно разделить на два класса: производящих данные хорошего и плохого качества, то робастные методы дадут значения стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости, которые действительно для класса с хорошим качеством данных, и не окажут воздействия на данные плохого качества (при условии, что класс данных плохого качества не слишком велик).

6.1.4 Использование робастных методов для анализа данных не влияет на планирование, организацию или выполнение эксперимента по оценке прецизионности. Решение об использовании робастных методов или методов выявления и удаления выбросов должно приниматься экспертом по статистике и представляться в совет экспертов. При использовании робастных методов в ходе обработки данных необходимо, как и в других случаях, проводить тесты на наличие выбросов, проверку совместимости (однородности), как это описано в ГОСТ Р ИСО 5725-2 или ГОСТ Р ИСО 5725-5, а также исследовать причины отдельных выбросов или графики по статистикам h и k . Однако сами исходные данные не должны исключаться как результаты этих измерений и проверок.

6.1.5 Знаменатели в формулах для статистик h и k являются стандартными отклонениями, которые в соответствии с методами расчета этих статистик, описанными в ГОСТ Р ИСО 5725-2, рассчитывают на основе представленных данных. Присутствие выбросов в этих данных будет изменять знаменатели, что приведет к искажениям в графиках этих статистик. Например, если на каком-то уровне эксперимента одна лаборатория выдает, что среднее значение в элементе является необычно большим выбросом, так что его величина намного больше, чем у любых других выбросов на том же уровне, то на графике статистики h это будет выглядеть в виде непомерно большого значения h для этого уровня. Однако значение статистики h для всех других лабораторий на этом же уровне будет малым, даже если несколько других лабораторий имеют выбросы. К подобному эффекту в расчетах статистики h может привести и использование общего среднего. В то же время использование робастных оценок стандартных отклонений как знаменателей в статистиках h и k и робастных оценок общих средних в расчете статистики h позволяет избежать этого искажения. Поэтому их и рекомендуется использовать для этих целей.

6.1.6 Данные эксперимента по оценке прецизионности позволяют рассчитать статистики двух типов:

- a) средние значения в элементах, по которым рассчитывают стандартное отклонение, определяющее оценку межлабораторного расхождения;
- b) стандартные отклонения или расхождения в пределах элементов (в том числе расхождения в эксперименте с распределенными уровнями), которые объединяют, чтобы получить оценку внутрिलाбораторного расхождения (вариации).

Робастные методы, описанные здесь, не подменяют эти средние значения в элементах, стан-

дартные отклонения или расхождения (или вариации), различия, а обеспечивают альтернативные способы их сочетания для получения статистик, используемых для расчетов стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости.

Например, для значений одного уровня в эксперименте по модели с однородными уровнями, рассмотренном в ГОСТ Р ИСО 5725-2, первым этапом анализа является расчет среднего и стандартного отклонений результатов измерений в каждом элементе. Средние значения в элементах затем используют для расчетов стандартного отклонения, которое является оценкой межлабораторного расхождения. Когда используют робастные методы, изложенные в этом пункте, расчет выполняют с использованием Алгоритма А и средние значения в элементах не исключают из расчетов в результате применения к ним критерия Граббса. Также по этой модели эксперимента стандартные отклонения в элементах объединяют, чтобы оценить стандартное отклонение повторяемости. Если при этом использовать робастный анализ, то применяют Алгоритм S, который позволяет не исключать стандартные отклонения в элементах в результате использования критерия Кохрена. С любым подходом (описанным либо в ГОСТ Р ИСО 5725-2, либо здесь) обе эти оценки затем одинаковым образом используют для расчетов оценок стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости.

Более сложный пример шестифакторного ступенчато вложенного эксперимента приведен в приложении С ГОСТ Р ИСО 5725-3. Согласно этой модели первым этапом анализа является расчет средних значений по данным для каждой лаборатории (на каждом уровне), обозначаемых $y_{i(1)}, \dots, y_{i(5)}$, и серий расхождений, обозначаемых $w_{i(1)}, \dots, w_{i(5)}$, которые содержат информацию о вариабельности, присущей различным факторам, контролируемым в эксперименте. Для анализа данных описанными здесь робастными методами применяют Алгоритм А к средним значениям элементов, а Алгоритм S — к каждой серии расхождений по очереди. Статистики, полученные в результате этих операций, используют затем для оценок стандартных отклонений повторяемости, промежуточной прецизионности и воспроизводимости таким же образом, как и в методе анализа, описанном в ГОСТ Р ИСО 5725-3.

6.1.7 Робастные методы, включенные в эту часть ГОСТ Р ИСО 5725, были выбраны потому, что они могут быть применимы ко всем экспериментальным моделям, приведенным в частях 2—5 ГОСТ Р ИСО 5725, а также потому, что предлагаемые в них расчеты относительно просты. Необходимо заметить, однако, что при этом обеспечиваются робастные способы объединения лишь средних значений, стандартных отклонений и расхождений в элементах. Описанные робастные методы не объединяют индивидуальные результаты измерений (испытаний), то есть они начинают с арифметических средних и стандартных отклонений в элементах. Имеются, однако, методы, которые объединяют результаты измерений (испытаний) в пределах элементов робастным способом, но они могут быть более сложными при применении на практике.

6.2 Робастный анализ. Алгоритм А

6.2.1 Этот алгоритм дает робастные величины среднего и стандартного отклонений данных, к которым он применяется, а именно:

- а) средним значениям в элементах для любой модели;
- б) расхождениям в элементах для модели с распределенными уровнями.

6.2.2 Обозначим индексом p общее число данных, расположенных в порядке возрастания: $x_1, x_2, \dots, x_i, \dots, x_p$.

Обозначим робастные среднее и стандартное отклонения этих данных x^* и s^* .

6.2.3 Рассчитаем первоначальные значения для x^* и s^* в виде:

$$x^* = \text{медиана от } x_i \ (i = 1, 2, \dots, p), \quad (56)$$

$$s^* = 1,483 \times \text{медиана от } |x_i - x^*| \ (i = 1, 2, \dots, p). \quad (57)$$

6.2.4 Обновим значения x^* и s^* , как показано ниже.

Рассчитаем

$$\phi = 1,5 s^*. \quad (58)$$

Для каждого значения x_i ($i = 1, 2, \dots, p$) рассчитывают:

$$x_i^* = \begin{cases} x^* - \phi, & \text{если } x_i < x^* - \phi, \\ x^* + \phi, & \text{если } x_i > x^* + \phi, \\ x_i & \text{в остальных случаях.} \end{cases} \quad (59)$$

Рассчитывают новые значения x^* и s^* по формулам:

$$x^* = \sum_{i=1}^p x_i^*/p, \quad (60)$$

$$s^* = 1,134 \sqrt{\sum_{i=1}^p (x_i^* - x^*)^2 / (p-1)}. \quad (61)$$

6.2.5 Робастные оценки x^* и s^* могут быть получены итеративным расчетом, то есть повторением расчетов по 6.2.4 несколько раз, до тех пор, пока изменения в оценках x^* и s^* от одного расчета до следующего станут минимальными. Этот метод прост для программирования на компьютере.

6.2.6 Альтернативный метод без итерации легко применим для расчетов вручную с использованием уравнений (60), (61), которые можно представить в виде:

$$x^* = x' + 1,5 \times (u_U - u_L) s^* / (p - u_L - u_U), \quad (62)$$

$$(s^*)^2 = (p - u_L - u_U - 1) \times (s')^2 / [(p-1) / (1,134^2 - 1,5^2 (pu_L + pu_U - 4u_L u_U) / (p - u_L - u_U))], \quad (63)$$

где u_L — число значений элементов x_i , для которых $x_i < x^* - \phi$;

u_U — число значений элементов x_i , для которых $x_i > x^* + \phi$;

x' и s' — средние значения и стандартные отклонения ($p - u_L - u_U$) значений элементов x_i , для которых $|x_i - x^*| \leq \phi$.

Эти данные можно использовать, чтобы прямо рассчитать x^* и s^* , если известны u_L и u_U . Один из способов — проверить различные возможности, систематизировав их (то есть попытаться получить $u_L = 0, u_U = 0$; затем $u_L = 0, u_U = 1$; затем $u_L = 1, u_U = 0$; затем $u_L = 1, u_U = 1$ и так далее) до нахождения правильного решения, в котором фактическое количество элементов, отличающихся от x^* более чем на $1,5 s^*$, равно значениям u_L и u_U , использованным для расчета s^* и x^* . На практике аналитик может использовать гистограммы, подобные приведенным на рисунке 4, чтобы установить значения, которые вероятно отличаются от x^* более чем на $1,5 s^*$, и таким образом найти решение, оценив малое число вариантов.

Еще одна возможность состоит в том, чтобы использовать итеративный метод для нахождения приближенного, а затем точного решения, с помощью уравнений (62) и (63). Этот подход использован в примерах, приведенных ниже.

6.3 Робастный анализ. Алгоритм S

6.3.1 Этот алгоритм применяют для внутрилабораторного стандартного отклонения (или внутрилабораторных расхождений) в любой модели эксперимента. Он дает робастное среднеквадратичное значение для стандартных отклонений или расхождений, к которым применен.

6.3.2 Обозначим индексом p общее число данных, расположенных в порядке возрастания: $w_1, w_2, \dots, w_i, \dots, w_p$.

(Это могут быть расхождения или стандартные отклонения).

Обозначим робастные среднеквадратичные значения w^* , а число степеней свободы, связанных с каждым w_i , через v . (Когда w_i — расхождение, $v = 1$. Когда w_i — стандартное отклонение из n результатов, $v = n - 1$). В таблице 23 находим соответствующие значения ξ и η , необходимые для использования алгоритма.

6.3.3 Найдем первоначальное значение для w^* в виде

$$w^* = \text{медиана (середица по индексам) от } w_i \text{ (} i = 1, 2, \dots, p \text{)}. \quad (64)$$

6.3.4 Обновляют величины w^* следующим образом.

Рассчитывают

$$\psi = \eta \times w^*. \quad (65)$$

Для каждого w_i ($i = 1, 2, \dots, p$) рассчитывают

$$w_i^* = \begin{cases} \psi, & \text{если } w_i > \psi, \\ w_i & \text{в остальных случаях} \end{cases} \quad (66)$$

Рассчитывают новое значение w^* по формуле

$$w^* = \xi \sqrt{\sum_{i=1}^p (w_i^*)^2 / p}. \quad (67)$$

6.3.5 Робастная оценка w^* может быть получена итеративным способом повторением расчетов по 6.3.4 несколько раз, пока изменение оценки w^* от первого расчета до последующего станет минимальным. Это простой метод для программирования на компьютере.

6.3.6 Альтернативный метод без использования итерации легко применим для расчетов вручную, аналогично описанному в 6.2.6. Уравнение (67) может быть представлено в виде

$$(w^*)^2 = [\xi^2 / p] \times [\sum' (w_i^*)^2 + u_U \times (\eta w^*)^2], \quad (68)$$

где \sum' — суммирование тех w_i , для которых $w_i \leq \psi$;

u_U — число w_i , для которых $w_i > \psi$.

Это можно решить подбором, положив $u_U = 0$, $u_U = 1$, $u_U = 2$ и так далее до момента, при котором действительное количество значений w_i , превышающих $\eta \times w^*$, станет равным u_U . На практике аналитик может использовать гистограммы, подобные приведенным на рисунке 4, чтобы установить расхождения, которые вероятно превышают $\eta \times w^*$, и таким образом найти решение, оценив небольшое число вариантов.

Подход, который используют в примерах, приведенных ниже, состоит в использовании итеративного метода для приближенного решения, а затем в вычислении уравнения (68) для нахождения точного решения.

Т а б л и ц а 23 — Факторы, необходимые для робастного анализа. Алгоритм S

Степень свободы ν	Ограничительный фактор η	Согласующий фактор ξ
1	1,645	1,097
2	1,517	1,054
3	1,444	1,039
4	1,395	1,032
5	1,359	1,027
6	1,332	1,024
7	1,310	1,021
8	1,292	1,019
9	1,277	1,018
10	1,264	1,017

П р и м е ч а н и е — Значения η и ξ выведены согласно приложению В.

6.4 Формулы. Робастный анализ для отдельного уровня в эксперименте по модели с однородными уровнями

6.4.1 Робастная оценка стандартного отклонения повторяемости s_r для какого-либо уровня этой модели может быть получена применением алгоритма S к расхождениям или стандартным отклонениям в элементах для получения робастного значения w^* из уравнения (67). Если алгоритм S применяют к стандартным отклонениям в элементах, то

$$s_r = w^*. \quad (69)$$

Если в элементе имеются два результата измерений и алгоритм S применяют к расхождениям в элементах, то

$$s_r = w^* / \sqrt{2}. \quad (70)$$

6.4.2 Робастная оценка стандартного отклонения средних значений в элементах s_d для некото-

рого уровня может быть получена применением к ним Алгоритма А, получением робастного значения s^* из уравнения (61), а затем использованием равенства

$$s_d = s^*. \quad (71)$$

6.4.3 Затем может быть получено межлабораторное стандартное отклонение s_L на основе равенства

$$s_L = \sqrt{s_d^2 - (s_r^2/n)}, \quad (72)$$

где n — число результатов измерений в элементе.

Если выражение под корнем отрицательное, тогда принимают

$$s_L = 0. \quad (73)$$

Стандартное отклонение воспроизводимости для определенного уровня равно

$$s_R = \sqrt{s_L^2 + s_r^2}. \quad (74)$$

6.5 Пример 4. Робастный анализ для отдельного уровня в эксперименте по модели с однородными уровнями

6.5.1 Пример 3 в ГОСТ Р ИСО 5725-2 иллюстрирует модель с однородными уровнями, в котором данные содержат квазивыбросы и выбросы. Уровень 5 в этом примере представляет определенный интерес, поскольку лаборатория № 1 дала среднее значение в элементах, близкое к квазивыбросу по критерию Граббса, а лаборатория № 6 — по критерию Кохрена. Эти данные представлены в таблице 24.

Т а б л и ц а 24 — Пример 4. Термометрическое титрование креозотного масла (% креозота)

Номер лаборатории i	Данные		Среднее значение в элементе	Расхождение в элементе
1	24,28	24,00	24,140	0,28
2	20,40	19,91	20,155	0,49
3	19,30	19,70	19,500	0,40
4	20,30	20,30	20,300	0,00
5	20,53	20,88	20,705	0,35
6	18,56	16,58	17,570	1,98
7	19,70	20,50	20,100	0,80
8	21,10	20,78	20,940	0,32
9	20,71	21,66	21,185	0,95

6.5.2 Если сохранить данные всех лабораторий, то стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости могут быть оценены с использованием формул по 7.4 ГОСТ Р ИСО 5725-2, которые дают:

$$p = 9;$$

$$m = 20,511;$$

$$s_r = 0,585;$$

$$s_d = 1,727;$$

$$s_L = 1,677;$$

$$s_R = 1,776.$$

6.5.3 Однако, согласно ГОСТ Р ИСО 5725-2, аналитик использовал информацию по другим уровням в эксперименте и сомневается в идентичности проб, испытанных лабораторией № 6, чтобы оправдать исключение обеих лабораторий № 1 и № 6 из расчетов, получая:

$$\begin{aligned}
 p &= 7; \\
 m &= 20,412; \\
 s_r &= 0,393; \\
 s_d &= 0,573; \\
 s_L &= 0,501; \\
 s_R &= 0,637.
 \end{aligned}$$

Ясно, что решение об исключении данных двух лабораторий оказало существенное влияние на оценки стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости.

6.5.4 Первым этапом в анализе является получение робастной оценки стандартного отклонения повторяемости. Расчеты могут быть представлены согласно таблице 25, в которой расхождения в элементах рассортированы в порядке возрастания. Применяя алгоритм S, использующий итерацию, получим результаты, представленные в этой таблице. В этом примере число степеней свободы каждого расхождения в элементах составляет $\nu = 1$, тогда $\xi = 1,097$ и $\eta = 1,645$. Из четырех итераций, приведенных в таблице, ясно, что робастное значение $w^* = 0,7$, и только одно расхождение в элементе ($w_9^* = 1,98$) превышает ψ . Если бы расчеты выполнялись на компьютере, то процесс можно было бы продолжить до тех пор, пока изменение значения w^* от одной итерации к следующей не станет минимальным.

Т а б л и ц а 25 — Пример 4. Применение Алгоритма S к расхождениям в элементах (% креозота) ($\nu = 1$; $\xi = 1,097$; $\eta = 1,645$)

Итерация	0 ¹⁾	1	2	3	4
ψ	—	0,66	0,86	1,00	1,09
w_1^*	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
w_2^*	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28
w_3^*	0,32	0,32	0,32	0,32	0,32
w_4^*	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
w_5^*	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
w_6^*	0,49	0,49	0,49	0,49	0,49
w_7^*	0,80	0,66	0,80	0,80	0,80
w_8^*	0,95	0,66	0,86	0,95	0,95
w_9^*	1,98	0,66	0,86	1,00	1,09
Среднеквадратичные w	0,83	0,47	0,56	0,60	0,62
Новые w^*	0,40 ²⁾	0,52	0,61	0,66	0,68

1) Значения получены из таблицы 24 после перестановки в порядке возрастания.
2) Медианное (срединное) расхождение [см. уравнение (64)].

Решение может быть также прямо получено следующим образом. Используя уравнение (68), в котором:

$$\begin{aligned}
 u_U &= 1, \\
 \sum_{i=1}^p (w_i^*)^2 / p &= 0,2495,
 \end{aligned}$$

получаем

$$(w^*)^2 = 1,097^2 \times 0,2495 + (1,097 \times 1,645 w^*)^2 / 9,$$

что дает решение (если предположение, что $u_U = 1$, корректно):

$$w^* = 0,69 \text{ \% креозота.}$$

Можно затем подтвердить, что это значение дает $\psi = 1,645 \times 0,69 = 1,14$, как и предполагалось, только w_9^* превышает ψ , и с последующей заменой w_9^* на 1,14 получаем снова $w^* = 0,63 \times 1,097 = 0,69$; значит, представленное решение правильно.

Следовательно, оценка стандартного отклонения повторяемости равна $s_r = 0,69 / \sqrt{2} = 0,49 \text{ \% креозота.}$

Это значение лежит между двумя оценками, полученными в 6.5.2 и 6.5.3.

6.5.5 Следующим этапом в анализе является получение робастной оценки стандартного отклонения средних значений в элементах. Применяя алгоритм А к средним значениям, получим результаты, представленные в таблице 26, где средние значения в элементах рассортированы в порядке возрастания. Из четырех итераций, представленных в таблице, ясно, что робастными значениями являются $x^* = 20,412$ и $s^* \approx 1,1$ и что только два экстремальных средних значения в элементах ($x_{1}^* = 17,570$, $x_{9}^* = 24,140$) отличаются от x^* более чем на ϕ . Если бы расчеты выполнялись на компьютере, процесс мог бы быть продолжен, пока изменения в значениях x^* и s^* от одной итерации до следующей стали бы минимальными.

Т а б л и ц а 26 — Пример 4. Применение Алгоритма А к средним значениям в элементах (% креозота)

Итерация	0 ¹⁾	1	2	3	4
ϕ	—	1,424	1,478	1,514	1,539
$x^* - \phi$	—	18,876	18,909	18,893	18,872
$x^* + \phi$	—	21,724	21,865	21,921	21,950
x_1^*	17,570	18,876	18,909	18,893	18,872
x_2^*	19,500	19,500	19,500	19,500	19,500
x_3^*	20,100	20,100	20,100	20,100	20,100
x_4^*	20,155	20,155	20,155	20,155	20,155
x_5^*	20,300	20,300	20,300	20,300	20,300
x_6^*	20,705	20,705	20,705	20,705	20,705
x_7^*	20,940	20,940	20,940	20,940	20,940
x_8^*	21,185	21,185	21,185	21,185	21,185
x_9^*	24,140	21,724	21,865	21,921	21,950
Среднее	20,511	20,387	20,407	20,411	20,412
Стандартное отклонение	1,727	0,869	0,890	0,905	0,916
Новые x^*	20,300 ²⁾	20,387	20,407	20,411	20,412
Новые s^*	0,949 ²⁾	0,985	1,009	1,026	1,039

¹⁾ Значения получены из таблицы 24 после перестановки в порядке возрастания.
²⁾ Получены по формулам (56) и (57).

При расчете вручную аналитик должен использовать прямой метод, описанный в 6.2.6, например $u_L = u_U = 1$.

Это дает $x' = 20,412$ и $s' = 0,573 \text{ \% креозота.}$

Отсюда из уравнений (62) и (63)

$$(s^*)^2 = 6 \times (0,573)^2 / [8/1,134^2 - 1,5^2(9 + 9 - 4)/7]$$

получаем $s^* = 1,070$ % креозота и $x^* = x' = 20,412$ % креозота.

Можно затем подтвердить, что значение s^* дает $\phi = 1,605$ (тогда как предполагалось, что только x^*_1 и x^*_9 отличаются от $x^* = 20,412$ более чем на ϕ) и что замена x^*_1 на 18,807 и x^*_9 на 22,017 дает новое значение $x^* = 20,412$, а новое значение $s^* = 0,944 \times 1,134 = 1,070$, так что представленное решение является правильным.

Оценку межлабораторного стандартного отклонения проводят по формуле (72):

$$s_L = \sqrt{1,070^2 - (0,49^2/2)} = 1,012 \text{ % креозота,}$$

а оценку стандартного отклонения воспроизводимости — по формуле (74):

$$s_R = \sqrt{1,012^2 + 0,49^2} = 1,124 \text{ % креозота.}$$

Снова это значение располагается между двумя оценками, полученными в 6.5.2 и 6.5.3.

6.6 Формулы. Робастный анализ для отдельного уровня в эксперименте по модели с разделенными уровнями

6.6.1 Применительно к модели с разделенными уровнями робастная оценка стандартного отклонения повторяемости s_r для отдельного уровня может быть получена обработкой данных о расхождениях в элементах на определенном уровне по Алгоритму А с нахождением робастного значения s^* из уравнения (61), а затем определением s_r по формуле

$$s_r = s^* \sqrt{2}. \quad (75)$$

6.6.2 Робастная оценка стандартного отклонения средних значений s_y в элементах для уровня может быть получена применением Алгоритма А снова к средним значениям в элементах для определенного уровня, нахождением робастного значения s^* из уравнения (61), а потом получением s_y , с использованием равенства

$$s_y = s^*. \quad (76)$$

Для оценки стандартного отклонения воспроизводимости на определенном уровне модели можно использовать формулы, приведенные в 4.5.6.

6.7 Пример 5. Робастный анализ для отдельного уровня в эксперименте по модели с разделенными уровнями

6.7.1 Данные примера 1 в 4.8 содержали несколько квазивыбросов и один выброс (см. таблицу 8). Кроме того, на рисунке 3 видна отрицательная систематическая погрешность в результатах лаборатории № 5. Если аналитик не может выявить источники этих аномалий, он попадает в трудное положение при принятии решения, какие данные следует исключить из расчетов стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости. Для иллюстрации результатов робастного анализа здесь использованы данные уровня 14 (см. таблицу 4).

6.7.2 Для получения робастной оценки стандартного отклонения повторяемости расхождений в элементах применяют Алгоритм А (см. таблицу 5), что приводит к результатам, показанным в таблице 27, в которой расхождения в элементах рассортированы в порядке возрастания. Из четырех итераций, представленных в таблице, видно, что робастные значения равны $x^* = 8,29$, $s^* = 0,36$, и что только x^*_9 отличается от x^* более чем на ϕ .

Применяя метод, описанный в 6.2.6 при $u_L = 0$ и $u_U = 1$, получаем

$$x' = 8,219 \text{ и } s' = 0,257 \text{ % протеина.}$$

Тогда уравнения (62) и (63) в 6.2.6 можно записать в виде

$$x^* = 8,219 + 1,5 \times s^*/8$$

и

$$(s^*)^2 = 7 \times (0,257)^2 / [8/1,134^2 - 1,5^2(0 + 9 - 0)/8],$$

что дает $s^* = 0,354$ % протеина,

а, используя уравнение (75), получим $s_r = 0,354/\sqrt{2} = 0,250$ % протеина.

Таблица 27 — Пример 5. Применение Алгоритма А к расхождениям в элементах (% протеина)

Итерация	0	1	2	3	4
φ	—	0,53	0,56	0,55	0,54
$x^* - \varphi$	—	7,85	7,74	7,74	7,75
$x^* + \varphi$	—	8,91	8,86	8,84	8,83
x_1^*	7,81	7,85	7,81	7,81	7,81
x_2^*	7,93	7,93	7,93	7,93	7,93
x_3^*	8,13	8,13	8,13	8,13	8,13
x_4^*	8,14	8,14	8,14	8,14	8,14
x_5^*	8,38	8,38	8,38	8,38	8,38
x_6^*	8,40	8,40	8,40	8,40	8,40
x_7^*	8,44	8,44	8,44	8,44	8,44
x_8^*	8,52	8,52	8,52	8,52	8,52
x_9^*	9,31	8,91	8,86	8,84	8,83
Среднее	8,340	8,300	8,290	8,288	8,287
Стандартное отклонение	0,436	0,326	0,322	0,317	0,315
Новые x^*	8,380 ¹⁾	8,300	8,290	8,288	8,287
Новые s^*	0,356 ¹⁾	0,370	0,365	0,359	0,357

¹⁾ Получено по формулам (56) и (57).

Робастное среднее значение для расхождений в элементах составляет

$$x^* = 8,219 + 1,5 \times 0,354/8 = 8,285 \text{ \% протеина.}$$

При этих значениях x^* и s^*

$$\varphi = 1,5 \times 0,354 = 0,531.$$

Тогда $x^* - \varphi = 7,754$ и $x^* + \varphi = 8,816$ % протеина.

Это подтверждает, что в расчетах x^* и s^* только x_9^* было вне этих пределов. Можно сделать заключение, что это тот самый случай, когда действительно найдено правильное решение.

6.7.3 Применение Алгоритма А к средним значениям в элементах (из таблицы 6) дает результаты, представленные в таблице 28, в которой средние значения в элементах расположены в порядке возрастания. Ситуация подобна представленной в таблице 26, а именно x_1^* и x_9^* отличаются более чем на φ от x^* и x^* устремляется к среднему значению от x_2^* до x_8^* , равному 85,486. Применяя вновь метод из 6.2.6, но со значениями $u_L = u_U = 1$, получим, что среднее значение и стандартное отклонение от x_2^* до x_8^* составят:

$$x' = 85,486 \text{ и } s' = 0,209.$$

Значит, на основе уравнения (63) может быть получено s^* из равенства

$$(s^*)^2 = 6 \times (0,209)^2 / [8/1,134^2 - 1,5^2(9 + 9 - 4)/7],$$

откуда $s^* = 0,390$ % протеина.

Теперь можно вычислить x^* по формуле (62) в 6.2.6, что дает $x^* = 85,486$ % протеина.

Для контроля правильности решения, рассчитывают

$$\varphi = 1,5 \times 0,390 = 0,585, \quad x^* - \varphi = 84,901, \quad x^* + \varphi = 86,071 \text{ \% протеина.}$$

Таблица 28 — Пример 5. Применение Алгоритма А к средним значениям в элементах (% протеина)

Итерация	0	1	2	3	4
ϕ	—	0,446	0,492	0,519	0,537
$x^* - \phi$	—	85,104	85,009	84,971	84,950
$x^* + \phi$	—	85,996	85,993	86,009	86,024
x_1^*	84,525	85,104	85,009	84,971	84,950
x_2^*	85,140	85,140	85,140	85,140	85,140
x_3^*	85,345	85,345	85,345	85,345	85,345
x_4^*	85,385	85,385	85,385	85,385	85,385
x_5^*	85,550	85,550	85,550	85,550	85,550
x_6^*	85,575	85,575	85,575	85,575	85,575
x_7^*	85,660	85,660	85,660	85,660	85,660
x_8^*	85,750	85,750	85,750	85,750	85,750
x_9^*	86,170	85,996	85,993	86,009	86,024
Среднее	85,456	85,501	85,490	85,487	85,487
Стандартное отклонение	0,453	0,289	0,305	0,316	0,324
Новые x^*	85,550 ¹⁾	85,501	85,490	85,487	85,487
Новые s^*	0,297 ¹⁾	0,328	0,346	0,358	0,367

¹⁾ Получено по формулам (56) и (57).

Очевидно, что, как и предполагалось, только x_1^* и x_9^* выпадают из этих пределов.

Для получения стандартного отклонения воспроизводимости используют уравнение (76) в 6.6.2, которое дает $s_y = 0,390$ % протеина, а затем уравнение (13) в 4.5.6, чтобы получить $s_R = 0,410$ % протеина.

Из этого примера следует, что робастный метод дает несколько меньшие оценки s_r и s_R , чем значения, получаемые при использовании всех представленных данных (см. в таблице 7).

6.8 Формулы. Робастный анализ для отдельного уровня эксперимента на гетерогенном материале

6.8.1 В модели для гетерогенного материала в обычном случае, когда две пробы подготовлены для каждой из p' лабораторий на каждом уровне и при этом получают по два результата испытаний на каждой пробе, робастные оценки стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости могут быть получены троекратным применением Алгоритмов А и S, как описано ниже.

а) Применяют Алгоритм S к расхождениям между результатами испытаний, чтобы получить робастное значение w^* из уравнения (67), и определяют

$$SS_r = 2 p' (w^*)^2. \quad (77)$$

б) Применяют Алгоритм S к расхождениям между пробами, чтобы получить другое робастное значение w^* из уравнения (67), и определяют

$$SS_H = p' (w^*)^2. \quad (78)$$

в) Применяют Алгоритм А к средним значениям в элементах, чтобы получить робастное значение s^* из уравнения (61), и находят

$$s_y = s^*. \quad (79)$$

Эти расчеты могут быть удобно представлены в табличной форме, с размещением в первой графе значений расхождений или средних значений в порядке возрастания, как это показано на примерах, описанных ниже.

6.8.2 Затем для расчетов оценок стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости и стандартного отклонения s_H , которое оценивает различие между пробами, могут быть использованы формулы подраздела 5.5.

6.9 Пример 6. Робастный анализ для отдельного уровня эксперимента на гетерогенном материале

6.9.1 Данные для уровня 6 в примере 2 (см. 5.8) не содержат выбросов или квазивыбросов, и они были использованы для иллюстрации результатов, которые получают робастным анализом в таком случае.

6.9.2 Применение Алгоритма S к расхождениям между результатами измерений (из таблицы 14) иллюстрируется данными, представленными в таблице 29. Здесь число степеней свободы $\nu = 1$, так что $\eta = 1,645$, $\xi = 1,097$ и число индексированных значений $p = 2p' = 22$. Из четырех итераций, представленных в таблице, видно, что робастным значением является $w^* \approx 4,5$ и что значения от w_{19}^* до w_{22}^* превышают ψ . Определив \sum' и u_U , как в 6.3.6, имеем

$$u_U = 4,$$

$$\sum' (w_i^*)^2 / p = 137,92 / 22 = 6,2691,$$

так что уравнение (68) принимает вид

$$(w^*)^2 = 1,097^2 \times 6,2691 + 4(1,097 \times 1,645 w^*)^2 / 22.$$

Отсюда получаем $w^* = 4,30$ %.

Т а б л и ц а 29 — Пример 6. Применение Алгоритма S к расхождениям между результатами измерений ($\nu = 1$; $\xi = 1,097$; $\eta = 1,645$)

Итерация	0	1	2	3	4
ψ	—	3,9	5,1	5,9	6,4
w_1^*	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
w_2^*	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
w_3^*	1,1	1,1	1,1	1,1	1,1
w_4^*	1,1	1,1	1,1	1,1	1,1
w_5^*	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
w_6^*	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3
w_7^*	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4
w_8^*	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6
w_9^*	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8
w_{10}^*	2,1	2,1	2,1	2,1	2,1
w_{11}^*	2,2	2,2	2,2	2,2	2,2
w_{12}^*	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
w_{13}^*	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6
w_{14}^*	3,9	3,9	3,9	3,9	3,9
w_{15}^*	4,0	3,9	4,0	4,0	4,0
w_{16}^*	4,4	3,9	4,4	4,4	4,4
w_{17}^*	4,6	3,9	4,6	4,6	4,6
w_{18}^*	5,5	3,9	5,1	5,5	5,5
w_{19}^*	7,4	3,9	5,1	5,9	6,4
w_{20}^*	7,6	3,9	5,1	5,9	6,4
w_{21}^*	8,1	3,9	5,1	5,9	6,4
w_{22}^*	8,1	3,9	5,1	5,9	6,4
Новые w	4,17	2,80	3,29	3,55	3,70
Новые w^*	2,35 ¹⁾	3,07	3,61	3,89	4,06

¹⁾ Получено по формуле (64).

Подтверждением правильности решения по определению w^* является то, что если $w^* = 4,3 \%$, то $\psi = 7,1$ и четыре значения от w_{19}^* до w_{22}^* превышают ψ .

Используя уравнение (77), получим

$$SS_r = 22 \times 4,30^2 = 406,78 \% ^2 .$$

6.9.3 Применяя второй раз Алгоритм S к расхождениям между пробами (из таблицы 15), получаем результаты, приведенные в таблице 30. Из четырех итераций, представленных в этой таблице, видно, что робастным значением является $w^* = 40$ и что w_{10}^* и w_{11}^* превышают ψ . Определив \sum' и u_U , как в 6.3.6, в этом случае имеем:

$$u_U = 2,$$

$$\sum' (w_i^*)^2 / p' = 66,665 / 11 = 6,0605,$$

так что уравнение (68) принимает вид

$$(w^*)^2 = 1,097^2 \times 6,0605 + 2 (1,097 \times 1,645 w^*)^2 / 11.$$

Отсюда получаем $w^* = 4,23 \%$.

Т а б л и ц а 30 — Пример 6. Применение Алгоритма S к расхождениям между пробами ($v = 1$; $\xi = 1,097$; $\eta = 1,645$)

Итерация	0	1	2	3	4
ψ	—	4,19	5,43	6,10	6,45
w_1^*	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
w_2^*	1,70	1,70	1,70	1,70	1,70
w_3^*	2,05	2,05	2,05	2,05	2,05
w_4^*	2,25	2,25	2,25	2,25	2,25
w_5^*	2,55	2,55	2,55	2,55	2,55
w_6^*	2,55	2,55	2,55	2,55	2,55
w_7^*	3,15	3,15	3,15	3,15	3,15
w_8^*	3,35	3,35	3,35	3,35	3,35
w_9^*	4,40	4,19	4,40	4,40	4,40
w_{10}^*	6,75	4,19	5,43	6,10	6,45
w_{11}^*	6,95	4,19	5,43	6,10	6,45
Новые w	3,82	3,01	3,38	3,58	3,69
Новые w^*	2,55 ¹⁾	3,30	3,71	3,92	4,05

¹⁾ Получено по формуле (64).

К сожалению, этому соответствует значение $\psi = 1,645 \times 4,23 = 6,96$, и это — недействительное решение, так как w_{10}^* и w_{11}^* не превышают 6,96. Значит, для нахождения действительного решения нужно испытать $u_U = 1$ и $u_U = 0$.

Приняв $u_U = 1$, получаем

$$\sum' (w_i^*)^2 / p' = 112,2275 / 11 = 10,2025.$$

Тогда уравнение (68) примет вид

$$(w^*)^2 = 1,097^2 \times 10,2025 + (1,097 \times 1,645 w^*)^2 / 11.$$

Отсюда получаем $w^* = 4,18 \%$.

Теперь $\psi = 1,645 \times 4,18 = 6,88$, и можно убедиться в действительности решения, так как только w_{11}^* превышает это значение.

Используя уравнение (78) в 6.8.1, получим

$$SS_H = 11 \times 4,18^2 = 192,20 \%^2.$$

6.9.4 Применяя Алгоритм А к средним значениям в элементах (из таблицы 16), получим результаты, представленные в таблице 31. Расчеты сошлись после двух итераций и дали $s^* = 5,70$ (при этом ни одно x^*_i не отличается от x^* более чем на ϕ).

Т а б л и ц а 31 — Пример 6. Применение Алгоритма А к средним значениям в элементах (%)

Итерация	0	1	2	3	4
ϕ	—	10,005	8,550		
$x^* - \phi$	—	8,245	10,450		
$x^* + \phi$	—	28,255	27,550		
x^*_1	13,425	13,425	13,425		
x^*_2	13,425	13,425	13,425		
x^*_3	13,750	13,750	13,750		
x^*_4	14,475	14,475	14,475		
x^*_5	17,075	17,075	17,075		
x^*_6	18,250	18,250	18,250		
x^*_7	21,000	21,000	21,000		
x^*_8	21,225	21,225	21,225		
x^*_9	23,675	23,675	23,675		
x^*_{10}	26,275	26,275	26,275		
x^*_{11}	26,425	26,425	26,425		
Среднее	19,00	19,00	19,00		
Стандартное отклонение	5,03	5,03	5,03		
Новые x^*	18,25 ¹⁾	19,00	19,00		
Новые s^*	6,67 ¹⁾	5,70	5,70		

¹⁾ Получено по формулам (56) и (57).

Используя уравнение (79), получим

$$s_y = 5,70 \%.$$

6.9.5 С использованием результатов, полученных в 6.9.2 — 6.9.4, уравнения (29) — (33) в 5.5.5 теперь дают:

$$s_r^2 = 406,78/44 \%^2,$$

$$s_R^2 = 5,70^2 + (406,78 - 192,20)/44 \%^2,$$

$$s_H^2 = 192,20/22 - 406,78/88 \%^2.$$

Тогда

$$s_r^2 = 3,04 \%,$$

$$s_R^2 = 6,11 \%,$$

$$s_H^2 = 2,03 \%.$$

Следовательно, в этом примере робастный метод дает оценки s_r , s_R и s_H , которые незначительно больше значений, полученных при использовании всех представленных данных (содержащихся в 5.8.3 и таблице 17).

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Условные обозначения и сокращения, используемые в ГОСТ Р ИСО 5725

a	Отсекаемый на оси ординат отрезок в соотношении $s = a + bm$
A	Показатель, используемый для расчета неопределенности оценки
b	Угловой коэффициент прямой в соотношении $s = a + bm$
B	Лабораторная составляющая систематической погрешности измерений при реализации конкретного метода — разность между систематической погрешностью лаборатории при реализации конкретного метода измерений (конкретной МВИ) и систематической погрешностью метода измерений
B_0	Составляющая величины B , представляющая все факторы, которые не изменяются в условиях промежуточной прецизионности
$B_{(1)}, B_{(2)}$ и т.д.	Составляющие величины B , представляющие факторы, которые изменяются в условиях промежуточной прецизионности
c	Отсекаемый на оси ординат отрезок в соотношении $\lg s = c + d \lg m$
C, C', C''	Тестовые статистики
$C_{crit}, C'_{crit}, C''_{crit}$	Критические значения для статистик
CD_P	Критическая разность для вероятности P
CR_P	Критический диапазон для вероятности P
d	Угловой коэффициент прямой в соотношении $\lg s = c + d \lg m$
e	Составляющая результата измерений, представляющая случайную погрешность каждого результата измерений
f	Коэффициент критического диапазона
$F_p(v_1, v_2)$	p -квантиль F -распределения с v_1 и v_2 степенями свободы
G	Статистика Граббса
h	Статистика Манделя для межлабораторной совместимости
k	Статистика Манделя для внутрिलाбораторной совместимости
LCL	Нижний предел контроля (действия либо предупреждения)
m	Общее среднее значение измеряемой характеристики; уровень
M	Количество факторов, рассматриваемых в условиях промежуточной прецизионности
N	Количество повторений (итераций)
n	Количество результатов измерений, полученных в одной лаборатории на одном уровне (т.е. в пределах ячейки — базового элемента)
p	Количество лабораторий, участвующих в межлабораторном эксперименте
P	Вероятность
q	Количество уровней измеряемой характеристики в межлабораторном эксперименте
r	Предел повторяемости (сходимости)
R	Предел воспроизводимости
RM	Стандартный образец
\hat{s}	Оценка стандартного (среднеквадратического) отклонения
$\hat{\hat{s}}$	Прогнозируемое стандартное (среднеквадратическое) отклонение
T	Итог или сумма какого-либо выражения

t	Количество объектов испытаний или групп объектов
UCL	Верхний предел контроля (действия либо предупреждения)
W	Весовой коэффициент, используемый при расчете взвешенной регрессии
w	Диапазон изменения выборки результатов измерений
x	Заданная величина, используемая для критерия Граббса
y	Результат измерений (или результат испытаний)
\bar{y}	Среднее арифметическое значение результатов измерений (или результатов испытаний)
$\underline{\bar{y}}$	Общее среднее значение результатов измерений (или результатов испытаний)
α	Уровень значимости
β	Вероятность ошибки второго рода
γ	Отношение стандартного отклонения воспроизводимости к стандартному отклонению повторяемости (сходимости) (σ_R / σ_r)
Δ	Систематическая погрешность лаборатории при реализации конкретного стандартного метода измерений (конкретной МВИ)
$\widehat{\Delta}$	Оценка Δ
δ	Систематическая погрешность метода измерений
$\widehat{\delta}$	Оценка δ
λ	Поддающаяся обнаружению разность между систематическими погрешностями двух лабораторий при реализации одного и того же метода измерений или систематическими погрешностями двух методов измерений (МВИ) одного и того же назначения на идентичных образцах
μ	Истинное или принятое опорное значение измеряемой величины (характеристики)
ν	Число степеней свободы
ρ	Поддающееся обнаружению соотношение между стандартными отклонениями повторяемости (сходимости) для методов В и А
σ	Истинное (действительное) значение стандартного отклонения
τ	Составляющая результата измерений, представляющая собой изменение, обусловленное временем, прошедшим с момента последней калибровки
φ	Поддающееся обнаружению соотношение между квадратными корнями из межлабораторных средних квадратов для методов В и А
$\chi_p^2(\nu)$	p -квантиль χ^2 -распределения с ν степенями свободы

Символы, используемые в качестве подстрочных индексов

C	Различие, определяемое калибровкой
E	Различие, определяемое оборудованием
i	Идентификатор для конкретной лаборатории
$I()$	Идентификатор для промежуточных мер прецизионности; в скобках — идентификация типа промежуточной ситуации
j	Идентификатор для уровня (ГОСТ Р ИСО 5725-2)
	Идентификатор для группы испытаний или для фактора (ГОСТ Р ИСО 5725-3)
k	Идентификатор для конкретного результата испытаний в лаборатории i на уровне j
L	Межлабораторный
m	Идентификатор для поддающейся обнаружению систематической погрешности
M	Различие, обусловленное неидентичностью проб (образцов)
O	Различие, определяемое сменой оператора
P	Вероятность
r	Повторяемость
R	Воспроизводимость
T	Различие, обусловленное периодом (временем), в течение которого проводят измерения или оценочный эксперимент
W	Внутрилабораторный
1, 2, 3...	Для результатов измерений, нумеруемых в порядке их получения
(1), (2), (3) ...	Для результатов измерений (или результатов испытаний), нумеруемых в порядке возрастания измеряемой величины

**Дополнительные условные обозначения и сокращения, использованные
в ГОСТ Р ИСО 5725-5**

<i>D</i>	Расхождение в пределах базового элемента в эксперименте с разделенными уровнями
<i>g</i>	Число проб (образцов), испытанных в лаборатории на одном уровне
<i>H</i>	Составляющая погрешности результата измерения, представляющая случайную погрешность, вызванную неоднородностью (различиями) проб (пробы)
<i>K</i>	Функция числа результатов измерений в элементах
<i>p'</i>	Число лабораторий, участвующих в межлабораторном эксперименте
<i>SS</i>	Сумма квадратов
<i>u_L</i>	Число значений ниже нижнего предела в робастном анализе
<i>u_U</i>	Число значений выше верхнего предела в робастном анализе
<i>z</i>	Остаток
Φ	Отношение стандартных отклонений
ϕ	Предел, используемый в робастном анализе (Алгоритм А)
η	Ограничивающий фактор, используемый в робастном анализе (Алгоритм S)
ψ	Предел, используемый в робастном анализе (Алгоритм S)
ξ	Согласующий фактор, используемый в робастном анализе (Алгоритм S)

**Дополнительные условные обозначения, используемые в качестве подстрочных индексов
в ГОСТ Р ИСО 5725-5**

<i>a, b</i>	Идентификаторы для проб в эксперименте по модели с разделенными уровнями
<i>i</i>	Идентификатор для пробы в лаборатории <i>i</i> на уровне <i>j</i>
<i>H</i>	Между пробами

**Дополнительное условное обозначение, используемое в качестве надстрочного индекса
в ГОСТ Р ИСО 5725-5**

*	Робастная оценка
---	------------------

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(справочное)

Вывод факторов, используемых в Алгоритмах А и S

В.1 Введение

Использование робастных методов анализа данных экспериментов по оценке прецизионности предложено Комитетом аналитических методов Королевского Химического Общества Соединенного Королевства [8]. Алгоритм А в настоящем стандарте взят из публикации так же, как и коэффициент 1,134, использованный для расчета s^* в Алгоритме А (это значение $1/\sqrt{\Theta}$ для случая $c = 1,5$).

Алгоритм S схож с процедурой, приведенной в [8] для специального случая, в котором каждая лаборатория представляет $n = 2$ измерений для каждого уровня. Это делает удобным применение метода робастного анализа в экспериментах по оценке прецизионности с более чем двумя факторами (такими, как эксперимент для гетерогенного материала в разделе 5 настоящего стандарта и модели в ГОСТ Р ИСО 5725-3). Вывод факторов, используемых в алгоритме S, приведен ниже.

В.2 Условные обозначения, применяемые в настоящем приложении

σ — истинное (действительное) стандартное отклонение,
 s — стандартное отклонение, дающее оценку σ ,
 ν — число степеней свободы для s ,
 $\omega = \nu + 2$,
 ξ — согласующий фактор для алгоритма S,
 η — ограничительный фактор для алгоритма S,
 χ^2_ν — распределение χ^2 с ν степенями свободы

$$s^* = \begin{cases} s, & \text{если } s \leq \eta \sigma, \\ \eta \sigma, & \text{если } s > \eta \sigma. \end{cases}$$

В.3 Вывод ограничительного фактора η и согласующего фактора ξ

Согласующий фактор ξ определен как значение, необходимое для регулирования s^* таким образом, чтобы $(s^*)^2$ давала несмещенную оценку σ^2 , не отягощенную систематической погрешностью, то есть

$$E \{ (\xi \times s^*)^2 \} = \sigma^2. \quad (\text{B.1})$$

Это требование может быть записано в виде

$$E \{ \nu (s^*/\sigma)^2 \} = \nu/\xi^2, \quad (\text{B.2})$$

где случайная величина в фигурных скобках, тесно связанная с $\nu (s^*/\sigma)^2$, имеет распределение χ^2_ν .

Плотность вероятности распределения χ^2_ν равна

$$f(x) = e^{-x/2} x^{(\nu/2-1)} 2^{-\nu/2} / \Gamma(\nu/2), \quad (\text{B.3})$$

так что

$$E \{ \nu (s^*/\sigma)^2 \} = \int_0^{\nu \eta^2} x f(x) dx + \int_{\nu \eta^2}^{\infty} \nu \eta^2 f(x) dx, \quad (\text{B.4})$$

потому что предел $s \leq \eta \sigma$ эквивалентен $\nu (s/\sigma)^2 \leq \nu \eta^2$.

Второй член в правой части (B.4) равен

$$\nu \eta^2 \times P(\chi^2_\nu > \nu \eta^2) = \nu \eta^2 \times P(x > \eta \sigma). \quad (\text{B.5})$$

Для Алгоритма S ограничительный фактор η выбран так, что параметр $\eta \sigma$ является верхней 10 %-ной точкой распределения s , то есть

$$P(s > \eta \sigma) = 0,1. \quad (\text{B.6})$$

Биометрические таблицы для распределения χ^2 дают значения η , представленные в таблице 23 настоящего стандарта. Равенства (В.5) и (В.6) означают, что второй член в правой части уравнения (В.4) равен $0,1 v \eta^2$. Заметим, что η зависит от числа степеней свободы для s .

Первый член в правой части уравнения (В.4) можно представить в виде

$$\int_0^{v \eta^2} x e^{-x/2} x^{v/2-1} 2^{-v/2} / \Gamma(v/2) dx.$$

При $\omega = v + 2$ хорошо известное свойство гамма-функции имеет вид

$$\Gamma(\omega/2) = \Gamma(v/2 + 1) = (v/2) \times \Gamma(v/2).$$

Тогда этот первый член можно переписать в виде

$$\int_0^{v \eta^2} v e^{-x/2} x^{\omega/2-1} 2^{-\omega/2} / \Gamma(\omega/2) dx = v \times P(\chi_{\omega}^2 < v \eta^2) = v \times z. \quad (\text{В.7})$$

Следовательно, для данного числа степеней свободы v фактор η может быть рассчитан, как это описано выше, и тогда z может быть оценен снова с использованием значений χ^2 , приведенных в биометрических таблицах. Таким образом, оба члена правой части уравнения (В.4) могут быть оценены.

Подстановка равенств (В.2), (В.5), (В.6) и (В.7) в (В.4) дает

$$v/\xi^2 = v \times z + 0,1 v \eta^2$$

или

$$\xi = 1 \sqrt{z + 0,1 \eta^2}. \quad (\text{В.8})$$

Это равенство может быть использовано для получения значений согласующего фактора ξ , представленных в таблице 23 настоящего стандарта.

ПРИЛОЖЕНИЕ С (справочное)

Вывод равенств, используемых для робастного анализа

Равенства (62) и (63), используемые для расчета робастных величин среднего значения и стандартного отклонения методом, описанным в 6.2.6, могут быть получены из соотношений (60) и (61) Алгоритма А следующим образом.

С обозначениями, принятыми в 6.2.4 и 6.2.6:

$$x^* = \sum x_i^* / p, \quad (\text{С.1})$$

$$x' = \sum' x_i / (p - u_L - u_U) \quad (\text{С.2})$$

и

$$s' = \sqrt{\sum' (x_i - x')^2 / (p - u_L - u_U - 1)}, \quad (\text{С.3})$$

где \sum' — суммирование $(p - u_L - u_U)$ значений по пунктам x_i , для которых $|x_i - x_i^*| \leq \phi$.

Значит, уравнение (С.1) может быть записано в виде

$$p \times x^* = \sum x_i^* = \sum' x_i + u_L \times (x^* - 1,5 s^*) + u_U \times (x^* + 1,5 s^*).$$

Тогда

$$(p - u_L - u_U) \times x^* = (p - u_L - u_U) \times x' + 1,5 (u_U - u_L) \times s^*$$

или

$$x^* = x' + 1,5 (u_U - u_L) s^* / (p - u_L - u_U), \quad (\text{C.4})$$

что является равенством (62).

Для получения уравнения (63) из уравнения (61) заметим, что сумма в уравнении (61) может быть представлена следующим образом:

$$\sum (x_i^* - x^*)^2 = \sum (x_i - x^*)^2 + (u_L + u_U) \times (1,5 s^*)^2. \quad (\text{C.5})$$

Подставляя x^* в сумму в правой части выражения для x^* , после некоторых алгебраических преобразований получим

$$\sum (x_i^* - x^*)^2 = \sum (x_i - x')^2 + (1,5 s^*)^2 \times (pu_L + pu_U - 4 u_L u_U) / (p - u_L - u_U). \quad (\text{C.6})$$

Используя определение s' в уравнении (C.3), можно записать

$$\sum (x_i^* - x^*)^2 = (p - u_L - u_U - 1) \times (s')^2 + (1,5 s^*)^2 \times (pu_L + pu_U - 4 u_L u_U) / (p - u_L - u_U). \quad (\text{C.7})$$

Подставив уравнение (C.7) в уравнение (61), получим уравнение (63).

ПРИЛОЖЕНИЕ D (справочное)

Библиография

- [1] ISO 3534-1:1993 Statistics-Vocabulary and symbols — Part1: Statistical methods. Terms and definitions
- [2] Youden, W.J. The Youden plot. Industrial Quality Control
- [3] Mandel, J. and Lashof, T.W. Interpretation and Generalization of Youden's Two-Sample Diagram. Journal of Quality Technology
- [4] BS 3144:1968, Methods of sampling and physical testing of leather. British Standards Institution
- [5] BS 812-103:1985, Testing aggregates — Part 103: Methods for determination of particle size distribution. British Standards Institution
- [6] BS 812-121:1989, Testing aggregates — Part 121: Methods for determination of soundness. British Standards Institution
- [7] Scheffe, H. The analysis of variance. Wiley, New York, 1959
- [8] Analytical Methods Committee. Robust statistics — How not to reject outliers. Part 1: Basic concepts. Part 2: Inter-laboratory trials. The Analyst
- [9] SWEENEY, An inter-laboratory study of the determination of protein by combustion in feeds. Journal of the Association of Official Analytical Chemists

УДК 389.14:006.354

ОКС 17.020

T80

ОКСТУ 0008

Ключевые слова: измерение, испытания, метод измерений, стандартизация метода измерений, результаты измерений, результаты испытаний, точность, правильность, прецизионность, систематическая погрешность, повторяемость, воспроизводимость, статистический анализ, робастные методы анализа данных, статистическая модель эксперимента с гетерогенным материалом

Редактор *В.П. Огурицов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартымяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 05.06.2002. Подписано в печать 19.08.2002. Усл. печ. л. 6,98.
Уч.-изд. л. 5,90. Тираж 1200 экз. С 7091. Зак. 687.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

**ТОЧНОСТЬ
(ПРАВИЛЬНОСТЬ И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ)
МЕТОДОВ И РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ**

Часть 6

Использование значений точности на практике

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» Госстандарта России (ВНИИМС), Всероссийским научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИСтандарт), Всероссийским научно-исследовательским институтом классификации, терминологии и информации по стандартизации и качеству (ВНИИКИ) Госстандарта России

ВНЕСЕН Управлением метрологии и Научно-техническим управлением Госстандарта России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 23 апреля 2002 г. № 161-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 5725-6:1994 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

Предисловие к государственным стандартам Российской Федерации ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 — ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 под общим заголовком «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений»	IV
Предисловие к международному стандарту ИСО 5725	VII
Введение к международному стандарту ИСО 5725	VIII
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Определения	2
4 Нахождение пределов	2
4.1 Пределы повторяемости и воспроизводимости	2
4.2 Сопоставления на основании произвольного количества значений (более двух)	2
5 Методы проверки приемлемости результатов измерений (испытаний) и установления окончательного результата	4
5.1 Общие положения	4
5.2 Методы проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости	4
5.3 Методы проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях как повторяемости, так и воспроизводимости	10
6 Методы контроля стабильности результатов измерений в пределах лаборатории	11
6.1 Основные положения	11
6.2 Методы контроля стабильности	12
7 Использование стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости при оценке деятельности лабораторий	24
7.1 Метод оценки	24
7.2 Оценка качества применения метода измерений лабораторией, не проходившей прежде процедуру оценки ее деятельности	25
7.3 Текущая оценка ранее признанных компетентными лабораторий	28
8 Сопоставление альтернативных методов измерений	32
8.1 Источники причин появления альтернативных методов измерений	32
8.2 Цель сопоставления методов измерений	33
8.3 Метод В, предлагаемый в качестве альтернативного стандартному методу измерений	33
8.4 Эксперимент по оценке точности	34
8.5 Метод В, как кандидат в повседневно используемые (рутинные) методы	39
Приложение А Условные обозначения и сокращения, используемые в ГОСТ Р ИСО 5725	41
Приложение В Библиография	42

**ПРЕДИСЛОВИЕ К ГОСУДАРСТВЕННЫМ СТАНДАРТАМ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 —ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002
ПОД ОБЩИМ ЗАГОЛОВКОМ «ТОЧНОСТЬ (ПРАВИЛЬНОСТЬ И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ)
МЕТОДОВ И РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ»**

Целью разработки Государственных стандартов Российской Федерации ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-5—2002, ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, далее — ГОСТ Р ИСО 5725, является прямое применение в Российской Федерации шести частей основополагающего международного стандарта ИСО 5725 под общим заголовком «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений» в практической деятельности по метрологии (разработке, аттестации и применению методик выполнения измерений), стандартизации методов контроля (испытаний, измерений, анализа), испытаниям продукции, в том числе для целей подтверждения соответствия, оценке компетентности испытательных лабораторий согласно требованиям ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2000.

ГОСТ Р ИСО 5725 представляет собой полный аутентичный текст шести частей международного стандарта ИСО 5725, в том числе:

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».

Каждая часть содержит аутентичный перевод предисловия и введения к международному стандарту ИСО 5725, а также предисловие к государственным стандартам Российской Федерации ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 — ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и издается самостоятельно.

Пользование частями 2—6 ГОСТ Р ИСО 5725 в отдельности возможно только совместно с частью 1 (ГОСТ Р ИСО 5725-1), в которой установлены основные положения и определения, касающиеся всех частей ГОСТ Р ИСО 5725.

В соответствии с основными положениями ИСО 5725-1 (пункт 1.2) настоящий стандарт распространяется на методы измерений непрерывных (в смысле принимаемых значений в измеряемом диапазоне) величин, дающие в качестве результата измерений единственное значение. При этом это единственное значение может быть и результатом расчета, основанного на ряде измерений одной и той же величины.

Стандарты ИСО 5725 могут применяться для оценки точности выполнения измерений различных физических величин, характеризующих измеряемые свойства того или иного объекта, в соответствии со стандартизованной процедурой. При этом в пункте 1.2 ИСО 5725-1 особо отмечено, что стандарт может применяться для оценки точности выполнения измерений состава и свойств очень широкой номенклатуры материалов, включая жидкости, порошкообразные и твердые материалы — продукты материального производства или существующие в природе, при условии, что учитывают любую неоднородность материала.

Применяемый в международных стандартах термин «стандартный метод измерений» адекватен отечественному термину «стандартизованный метод измерений».

В ИСО 5725: 1994—1998 и ИСО/МЭК 17025—99 понятие «метод измерений» («measurement method») включает совокупность операций и правил, выполнение которых обеспечивает получение результатов с известной точностью. Таким образом, понятие «метод измерений» по ИСО 5725 и ИСО/МЭК 17025 адекватно понятию «методика выполнения измерений (МВИ)» по ГОСТ Р 8.563—96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения изме-

рений» (пункт 3.1) и соответственно значительно шире по смыслу, чем определение термина «метод измерений» в Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 29—99 «Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения» (пункт 7.2).

Более того, в оригинале ИСО 5725 очень часто употребляется в качестве понятия «метод измерений» и английский термин «test method», перевод которого на русский язык — «метод испытаний» (см. примечание 1 к пункту 3.2 ИСО 5725-1) и который по смыслу совпадает с термином 6.2 ИСО 5725-1 «standard measurement method» (стандартизованный метод измерений). Соответственно в качестве термина «результат измерений» в оригинале стандарта чаще используется английский термин «test result» (см. пункт 3.2 ИСО 5725-1), причем в контексте как с термином «test method» (см. пункт 3.2), так и с термином «measurement method» (см. в оригинале, например, пункты 1.2 или 7.2.1 ИСО 5725-1).

При этом следует иметь в виду, что область применения ИСО 5725 — точность стандартизованных методов измерений, в том числе предназначенных для целей испытаний продукции, позволяющих количественно оценить характеристики свойств (показателей качества и безопасности) объекта испытаний (продукции). Именно поэтому во всех частях стандарта результаты измерений характеристик образцов, взятых в качестве выборки из партии изделий (или проб, отобранных из партии материала), являются основой для получения результатов испытаний всей партии (объекта испытаний). Когда объектом испытаний является конкретный образец (test specimen, sample), результаты измерений и испытаний могут совпадать. Такой подход имеет место в примерах по определению показателей точности стандартного (стандартизованного) метода измерений, содержащихся в ИСО 5725.

Следует отметить, что в отечественной метрологии точность (accuracy) и погрешность (error) результатов измерений, как правило, определяются сравнением результата измерений с истинным или действительным (условно истинным) значением измеряемой физической величины (являющимися фактически эталонными значениями измеряемых величин, выраженными в узаконенных единицах).

В условиях отсутствия необходимых эталонов, обеспечивающих воспроизведение, хранение и передачу соответствующих значений единиц величин, необходимых для оценки погрешности (точности) результатов измерений, и в отечественной, и в международной практике за действительное значение зачастую принимают общее среднее значение (математическое ожидание) установленной (заданной) совокупности результатов измерений. В ИСО 5725 эта ситуация отражена в термине «принятое опорное значение» (см. пункты 3.5 и 3.6 ГОСТ Р ИСО 5725-1) и рекомендуется ГОСТ Р ИСО 5725-1 для использования в этих случаях и в отечественной практике.

Термины «правильность» (trueness) и «прецизионность» (precision) в отечественных нормативных документах по метрологии до настоящего времени не использовались. При этом «правильность» — степень близости результата измерений к истинному или условно истинному (действительному) значению измеряемой величины или в случае отсутствия эталона измеряемой величины — степень близости среднего значения, полученного на основании большой серии результатов измерений (или результатов испытаний) к принятому опорному значению. Показателем правильности обычно является значение систематической погрешности (см. пункт 3.7 ГОСТ Р ИСО 5725-1).

В свою очередь «прецизионность» — степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных в конкретных установленных условиях. Эта характеристика зависит только от случайных факторов и не связана с истинным или условно истинным значением измеряемой величины (см. пункт 3.12 ГОСТ Р ИСО 5725-1). Мера прецизионности обычно вычисляется как стандартное (среднеквадратическое) отклонение результатов измерений, выполненных в определенных условиях. Количественные значения мер прецизионности существенно зависят от заданных условий. Экстремальные показатели прецизионности — повторяемость, сходимость (repeatability) и воспроизводимость (reproducibility) регламентируют и в отечественных нормативных документах, в том числе в большинстве государственных стандартов на методы контроля (испытаний, измерений, анализа) (см. пункты 3.12 — 3.20 ГОСТ Р ИСО 5725-1).

В соответствии с ИСО 5725 цель государственных стандартов ГОСТ Р ИСО 5725 состоит в том, чтобы:

а) изложить основные положения, которые следует иметь в виду при оценке точности (правильности и прецизионности) методов и результатов измерений при их применении, а также

при планировании экспериментов по оценке различных показателей точности (ГОСТ Р ИСО 5725-1);

б) регламентировать основной способ экспериментальной оценки повторяемости (сходимости) и воспроизводимости методов и результатов измерений (ГОСТ Р ИСО 5725-2);

в) регламентировать процедуру получения промежуточных показателей прецизионности методов и результатов измерений, изложив условия их применения и методы оценки (ГОСТ Р ИСО 5725-3);

г) регламентировать основные способы определения правильности методов и результатов измерений (ГОСТ Р ИСО 5725-4);

д) регламентировать для применения в определенных обстоятельствах несколько альтернатив основным способам (ГОСТ Р ИСО 5725-2 и ГОСТ Р ИСО 5725-4) определения прецизионности и правильности методов и результатов измерений, приведенных в ГОСТ Р ИСО 5725-5;

е) изложить некоторые практические применения показателей правильности и прецизионности (ГОСТ Р ИСО 5725-6).

Представленные в виде таблицы рекомендации по применению основных положений ГОСТ Р ИСО 5725 в деятельности по метрологии, стандартизации, испытаниям, оценке компетентности испытательных лабораторий со ссылками на нормы государственных стандартов Российской Федерации, содержащих требования к выполнению соответствующих работ, приведены в приложении к предисловию в ГОСТ Р ИСО 5725-1.

Алгоритмы проведения экспериментов по оценке повторяемости, воспроизводимости, промежуточных показателей прецизионности, показателей правильности (характеристик систематической погрешности) методов и результатов измерений рекомендуется внедрять через программы экспериментальных метрологических исследований показателей точности (характеристик погрешности) результатов измерений, выполняемых по разрабатываемой МВИ, и (или) через программы контроля показателей точности применяемых МВИ.

Использование приведенных в приложениях А к каждому стандарту условных обозначений в качестве обязательных рекомендуется только для тех показателей точности, которые до настоящего времени в отечественной метрологической практике не использовались (например, для показателей по пунктам 3.9 — 3.12 ГОСТ Р ИСО 5725-1). Для остальных показателей и критериев используемые в ГОСТ Р ИСО 5725 условные обозначения, как правило, могут применяться наряду с условными обозначениями этих показателей и критериев, принятых в действующих отечественных документах (например, предел повторяемости (сходимости) с условным обозначением r по пункту 3.16 ГОСТ Р ИСО 5725-1 наряду с условным обозначением d , принятым для этого показателя в ряде рекомендаций по метрологии, а также в государственных стандартах на методы испытаний продукции).

ПРЕДИСЛОВИЕ К МЕЖДУНАРОДНОМУ СТАНДАРТУ ИСО 5725

Международная организация по стандартизации (ИСО) является Всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов — членов ИСО). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ИСО. Каждый член ИСО, заинтересованный в деятельности соответствующего технического комитета, имеет право быть представленным в этом комитете. Правительственные и неправительственные международные организации, сотрудничающие с ИСО, также принимают участие в этой работе. ИСО тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (МЭК) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, направляются техническим комитетам — членам ИСО на голосование перед их утверждением Советом ИСО в качестве международных стандартов. Стандарты утверждаются в качестве международных в соответствии с установленными в ИСО требованиями: в случае их одобрения по меньшей мере 75% комитетов — членов ИСО, принимавших участие в голосовании.

Международный стандарт ИСО 5725-6 был подготовлен Техническим комитетом ИСО/ТК 69 «Применение статистических методов», Подкомитетом ПК 6 «Методы и результаты измерений».

ИСО 5725 состоит из следующих частей под общим заголовком «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений»:

Часть 1. Основные положения и определения

Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений

Часть 6. Использование значений точности на практике

ИСО 5725 (части 1—6) в совокупности аннулирует и заменяет ИСО 5725:1986, область распространения которого была расширена включением правильности (в дополнение к прецизионности) и условий промежуточной прецизионности (в дополнение к условиям повторяемости и воспроизводимости).

Приложение А является обязательным для настоящей части стандарта ИСО 5725, приложение В — справочное.

ВВЕДЕНИЕ К МЕЖДУНАРОДНОМУ СТАНДАРТУ ИСО 5725

0.1 В ИСО 5725 для описания точности метода измерений используются два термина: «правильность» и «прецизионность». Термин «правильность» характеризует степень близости среднего арифметического значения большого числа результатов измерений к истинному или принятому опорному значению, термин «прецизионность» — степень близости результатов измерений друг к другу.

0.2 Необходимость рассмотрения «прецизионности» возникает из-за того, что измерения, выполняемые на предположительно идентичных материалах при предположительно идентичных обстоятельствах, не дают, как правило, идентичных результатов. Это объясняется неизбежными случайными погрешностями, присущими каждой измерительной процедуре; факторы, оказывающие влияние на результат измерения, не поддаются полному контролю. При практической интерпретации данных измерений эта изменчивость должна учитываться. Например, нельзя установить фактическое отклонение полученного результата измерений от некоторого определенного значения измеряемой величины, если он лежит в области неизбежных случайных погрешностей измерительной процедуры. Аналогичным образом, сопоставление результатов измерений измеряемых характеристик двух партий материала не выявит какого-либо существенного различия в качестве, если расхождение между результатами лежит в вышеупомянутой области.

0.3 В частях 1 — 5 ИСО 5725 обсуждаются подходы и приводятся методы оценки прецизионности (выраженной через стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости) и правильности (выраженной через различные составляющие систематической погрешности) измерений, выполняемых стандартным методом. Такая оценка, однако, была бы бесцельной, если бы ее результаты нельзя было использовать на практике.

0.4 Исходя из того, что точность метода измерений установлена, в настоящей части ИСО 5725 даны области применения значений точности на практике, например в области продвижения коммерческих сделок или контроля показателей работы лабораторий и признания их технической компетентности.

**ТОЧНОСТЬ (ПРАВИЛЬНОСТЬ И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ) МЕТОДОВ
И РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ****Часть 6****Использование значений точности на практике**

Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 6. Use in practice of accuracy values

Дата введения 2002—11—01

1 Область применения

1.1 Цель настоящего стандарта — дать общее представление о некоторых способах использования данных о точности в различных практических ситуациях, а именно:

а) представить стандартный метод расчета пределов повторяемости (сходимости), воспроизводимости и других пределов, используемых при рассмотрении результатов измерений, полученных при реализации стандартного метода измерений;

б) обеспечить способы проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости или воспроизводимости;

в) описать способ оценки стабильности результатов, получаемых в пределах одной лаборатории за определенный период времени, и таким образом внедрить метод «контроля качества» операций в пределах этой лаборатории;

г) описать подходы к оценке способности данной лаборатории правильно применять (реализовывать) данный стандартный метод измерений;

д) описать способы сопоставления альтернативных методов измерений.

1.2 Настоящий стандарт относится исключительно к методам измерений непрерывных (в смысле принимаемых значений в измеряемом диапазоне) величин, дающим в качестве результата измерений единственное значение. При этом единственное значение может быть и результатом расчета, основанного на ряде измерений одной и той же величины.

1.3 Предполагается, что оценки правильности и прецизионности были получены в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1 — ГОСТ Р ИСО 5725-5.

1.4 Дополнительная информация, относящаяся к сфере применения значений точности на практике, будет представляться в начале каждого раздела.

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 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

Издание официальное

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 50779.42—99 (ИСО 8258—91) Статистические методы. Контрольные карты Шухарта

3 Определения

В настоящем стандарте применяют термины с определениями, представленные в ИСО 3534-1 [1] и ГОСТ Р ИСО 5725-1.

Условные обозначения, используемые в ГОСТ Р ИСО 5725, приведены в приложении А.

4 Нахождение пределов

4.1 Пределы повторяемости и воспроизводимости

4.1.1 В ГОСТ Р ИСО 5725-2 основное внимание было сосредоточено на оценке стандартных отклонений при работе в условиях повторяемости или воспроизводимости. Однако в обычной лабораторной практике требуется рассмотрение различий между двумя или большим числом результатов измерений, и для этого требуется некая мера, близкая скорее к критическому различию, чем к стандартному отклонению.

4.1.2 Мера, основывающаяся на суммах или разностях из n независимых случайных величин, каждая из которых характеризуется стандартным отклонением σ , будет иметь стандартное отклонение $\sigma\sqrt{n}$. Предел воспроизводимости (R) или предел повторяемости (r) — расхождения между двумя результатами измерений; для них стандартное отклонение составит $\sigma\sqrt{2}$.

Обычно в статистике для рассмотрения различия между этими двумя случайными величинами используют множитель f перед стандартным отклонением, то есть $f\sigma\sqrt{2}$. Величина f (называемая коэффициентом критического диапазона) зависит от доверительного уровня вероятности и закона распределения случайной величины. Для пределов воспроизводимости и повторяемости доверительный уровень вероятности составляет 95 %, и в ГОСТ Р ИСО 5725 делается допущение, что лежащее в основе распределение является приблизительно нормальным. Для нормального распределения на уровне вероятности 95 % коэффициент f равен 1,96, и $f\sqrt{2}$ тогда равен 2,77.

Поскольку цель настоящего стандарта — дать несколько простых правил для применения не статистиками при рассмотрении результатов измерений, представляется целесообразным использовать округленное значение 2,8 вместо $f\sqrt{2}$.

4.1.3 Процедура оценки прецизионности основывается на оценке истинных стандартных отклонений, в то время как сами истинные стандартные отклонения остаются неизвестными. Следовательно, в статистической практике они должны быть обозначены скорее через s , чем через σ . Однако, если при этом предусматривается использование процедур, данных в ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р ИСО 5725-2, то эти оценки будут основываться на существенном количестве результатов измерений и дадут наилучшую информацию, которую можно иметь об истинных значениях стандартных отклонений. В других рассматриваемых ниже случаях для оценок стандартных отклонений, основанных на более ограниченных данных, используют символ s (оценка стандартного отклонения). Таким образом, лучше использовать символ σ для обозначения значений, полученных из полного эксперимента по оценке прецизионности, и воспринимать его как истинное стандартное отклонение, с которым будут сопоставляться другие оценки (s).

4.1.4 Исходя из 4.1.1 — 4.1.3, сопоставление разностей двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости или воспроизводимости, должно осуществляться с пределом повторяемости $r = 2,8\sigma_r$ или с пределом воспроизводимости $R = 2,8\sigma_R$.

4.2 Сопоставления на основании произвольного количества значений (более двух)

4.2.1 Две группы измерений в одной лаборатории

Если в одной лаборатории в условиях повторяемости выполнено две группы измерений: первая группа, давшая n_1 результатов измерений со средним арифметическим значением \bar{y}_1 , и вторая группа, давшая n_2 результатов измерений со средним арифметическим значением \bar{y}_2 , — то стандартное отклонение разности ($\bar{y}_1 - \bar{y}_2$) составит

$$\sigma = \sqrt{\sigma_r^2 \left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right)},$$

и критическая разность для $|\bar{y}_1 - \bar{y}_2|$ будет выглядеть следующим образом

$$CD = 2,8\sigma_r \sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}}$$

на уровне вероятности 95%.

Примечание 1 — Если n_1 и n_2 равны единице, то, как и должно быть, получим $r = 2,8\sigma_r$.

4.2.2 Две группы измерений в двух лабораториях

Если первая из лабораторий получает n_1 результатов измерений со средним арифметическим значением \bar{y}_1 , а вторая — n_2 результатов измерений со средним арифметическим значением \bar{y}_2 , причем в каждом случае — в условиях повторяемости, то стандартное отклонение разности $(\bar{y}_1 - \bar{y}_2)$ составит:

$$\sigma = \sqrt{\sigma_L^2 + \frac{1}{n_1} \sigma_r^2 + \sigma_L^2 + \frac{1}{n_2} \sigma_r^2} = \sqrt{2\sigma_L^2 + \sigma_r^2 \left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right)} = \sqrt{2(\sigma_L^2 + \sigma_r^2) - 2\sigma_r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2} \right)},$$

и критическая разность для $|\bar{y}_1 - \bar{y}_2|$ будет выглядеть следующим образом:

$$CD = \sqrt{(2,8\sigma_R)^2 - (2,8\sigma_r)^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2} \right)}$$

на уровне вероятности 95%.

Примечание 2 — Если n_1 и n_2 равны единице, то, как и должно быть, получим $R = 2,8\sigma_R$.

4.2.3 Сопоставление с опорным значением для одной лаборатории

Если в пределах одной лаборатории в условиях повторяемости получено n результатов измерений со средним арифметическим значением \bar{y} , затем выполнено сопоставление с данным опорным значением μ_0 , то в отсутствие конкретных данных по лабораторной составляющей систематической погрешности стандартное отклонение интересующей нас разности $(\bar{y} - \mu_0)$ (где μ_0 — принятое опорное значение) равно

$$\sigma = \sqrt{\sigma_L^2 + \frac{1}{n} \sigma_r^2} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{2(\sigma_L^2 + \sigma_r^2) - 2\sigma_r^2 \left(1 - \frac{1}{n} \right)} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{2(\sigma_L^2 + \sigma_r^2) - 2\sigma_r^2 \left(\frac{n-1}{n} \right)},$$

и критическая разность для $|\bar{y} - \mu_0|$ составит

$$CD = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(2,8\sigma_R)^2 - (2,8\sigma_r)^2 \left(\frac{n-1}{n} \right)}.$$

4.2.4 Сопоставление с опорным значением более чем для одной лаборатории

Если p лабораториями было получено n_i результатов измерений со средними арифметическими значениями \bar{y}_i (в каждом случае — в условиях повторяемости), общее среднее значение $\bar{\bar{y}}$, рассчитывают по формуле

$$\bar{\bar{y}} = \frac{1}{p} \sum \bar{y}_i,$$

и это общее среднее сравнивают с опорным значением μ_0 ; в таком случае стандартное отклонение для $(\bar{\bar{y}} - \mu_0)$ составит:

$$\begin{aligned} \sigma &= \sqrt{\frac{1}{p} \sigma_L^2 + \frac{1}{p^2} \sigma_r^2 \sum \frac{1}{n_i}} = \frac{1}{\sqrt{2p}} \sqrt{2(\sigma_L^2 + \sigma_r^2) - 2\sigma_r^2 + \frac{2\sigma_r^2}{p} \sum \frac{1}{n_i}} = \\ &= \frac{1}{\sqrt{2p}} \sqrt{2(\sigma_L^2 + \sigma_r^2) - 2\sigma_r^2 \left(1 - \frac{1}{p} \sum \frac{1}{n_i} \right)}, \end{aligned}$$

и критическая разность для $|\bar{\bar{y}} - \mu_0|$ будет выглядеть следующим образом

$$CD = \frac{1}{\sqrt{2p}} \sqrt{(2,8\sigma_R)^2 - (2,8\sigma_r)^2 \left(1 - \frac{1}{p} \sum \frac{1}{n_i} \right)},$$

на уровне вероятности 95%.

4.2.5 Трактовка результатов сопоставления

Если абсолютное расхождение превышает соответствующий предел, приведенный в предыдущих пунктах, то разность должна рассматриваться в качестве подозрительной, и, следовательно, все измерения, которые в результате дали эту разность, должны считаться подозрительными и подлежать дополнительному изучению.

5 Методы проверки приемлемости результатов измерений (испытаний) и установления окончательного результата

5.1 Общие положения

5.1.1 Методы проверки, описанные в настоящем разделе, должны применяться только в том случае, когда измерение выполняют в точном соответствии со стандартным методом измерений, стандартные отклонения которого σ_r и σ_R известны. При этом, когда диапазон N результатов измерений превышает соответствующий предел, заданный в разделе 4, считают, что один, два или все N результатов измерений являются отклонениями. Рекомендуется, чтобы причина возникновения отклонений была изучена с технической точки зрения. Тем не менее по соображениям коммерческого характера может оказаться необходимым получение некоторого приемлемого значения и в этих случаях, и тогда с результатами измерений необходимо обращаться в соответствии с положениями настоящего раздела.

5.1.2 Настоящий раздел был подготовлен в предположении, что результаты измерений были получены в условиях повторяемости и воспроизводимости, и что доверительный уровень вероятности составляет 95 %. Если результаты измерений были получены в промежуточных условиях (см. ГОСТ Р ИСО 5725-3), то σ_r необходимо заменить соответствующей промежуточной мерой.

5.1.3 В некоторых случаях, там, где процедуры, описываемые в 5.2, приводят к медиане как к конечному результату, более предпочтительным мог бы оказаться отказ от таких данных.

5.2 Методы проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Примечание 3 — Ссылки в 5.2.2.1 и 5.2.2.2 относятся к измерениям, являющимся или не являющимся дорогостоящими, и должны истолковываться не только с финансовой точки зрения, но и исходя из того, является ли измерение сложным, затруднительным или трудоемким (требующим много времени на выполнение).

5.2.1 Единичный результат измерений

Получение только одного результата измерений не является общепринятым в производственной практике. В этом случае невозможно провести прямую статистическую проверку приемлемости такого результата измерений относительно заданного показателя повторяемости. Если результат измерений может оказаться некорректным, должен быть получен второй результат. Наличие двух результатов измерений является основанием для более распространенной практики, которая будет описана ниже.

5.2.2 Два результата измерений

Два результата измерений должны быть получены в условиях повторяемости. Абсолютное расхождение между ними должно в таком случае сравниваться с пределом повторяемости $r = 2,8\sigma_r$.

5.2.2.1 Случай, когда получение результатов измерений не является дорогостоящим

Если абсолютное расхождение между результатами двух измерений не превышает r , оба результата признают приемлемыми, и в качестве окончательного результата должно указываться среднее арифметическое значение результатов двух измерений. Если абсолютное расхождение превышает r , лаборатория должна получить еще два результата измерений.

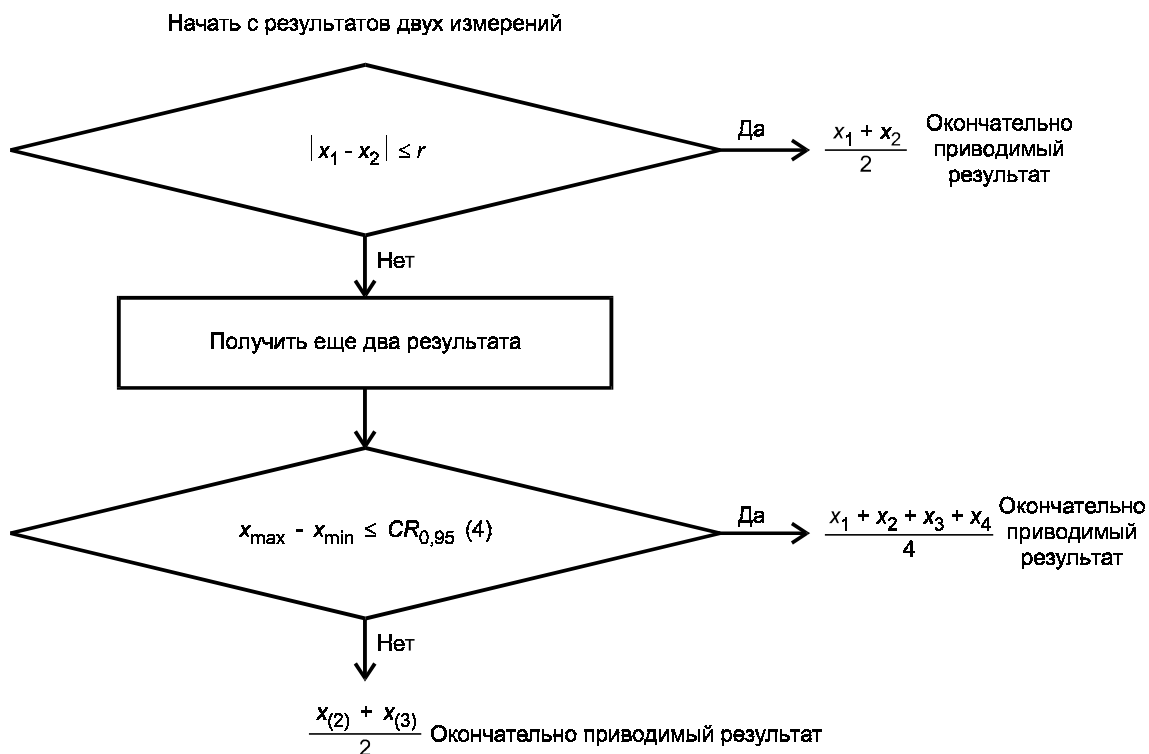
Если при этом диапазон $(x_{\max} - x_{\min})$ результатов четырех измерений равен или меньше по значению критического диапазона для уровня вероятности 95 % для $n = 4$, $CR_{0,95}(4)$, то в качестве окончательного результата должно фиксироваться среднее арифметическое значение результатов четырех измерений. Коэффициенты критического диапазона $f(n)$ для интервала от $n = 2$ до $n = 40$ и для выбранных значений от $n = 45$ до $n = 100$ представлены в таблице 1 и предназначены для использования в расчетах критического диапазона согласно равенству

$$CR_{0,95}(n) = f(n)\sigma_r$$

Если диапазон результатов четырех измерений больше критического диапазона для $n = 4$, то в качестве окончательного результата должна фиксироваться медиана результатов четырех измерений. Данная процедура резюмируется в блок-схеме, представленной на рисунке 1.

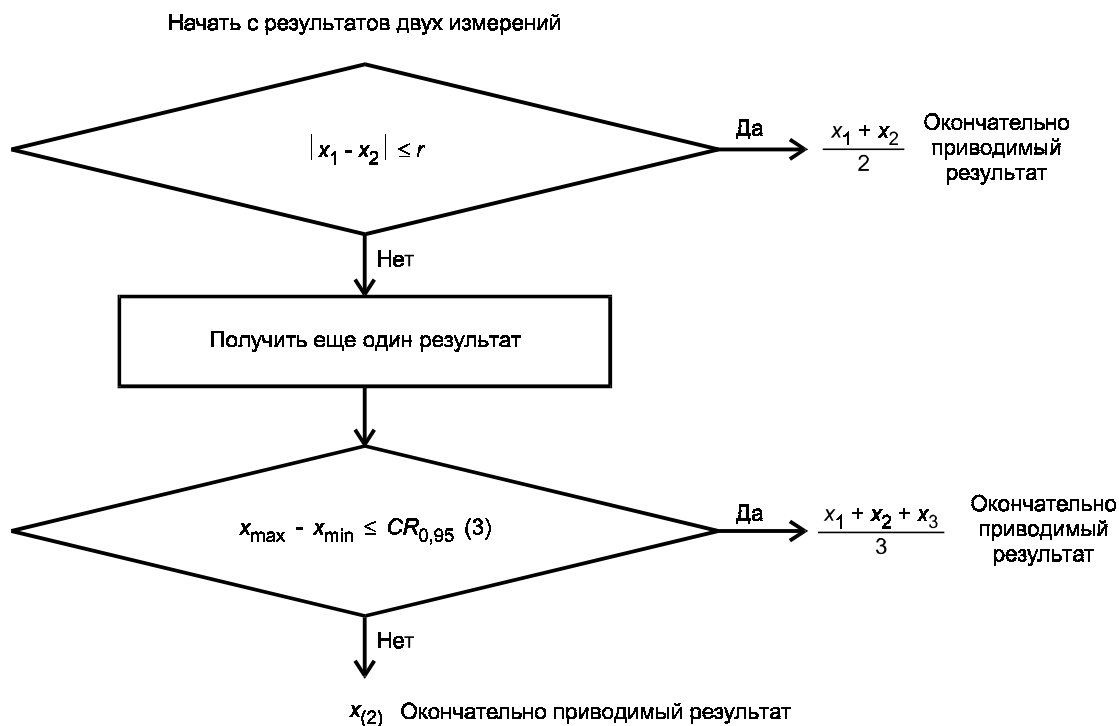
5.2.2.2 Случай, когда получение результатов измерений является дорогостоящим

Если абсолютное расхождение между результатами двух измерений не превышает r , оба результата признают приемлемыми, и в качестве окончательного результата должно указываться среднее арифметическое значение результатов этих двух измерений. Если абсолютное расхождение превышает r , лаборатория должна получить еще один результат измерений.



где $x_{(2)}$ — второй наименьший результат; $x_{(3)}$ — третий наименьший результат

Рисунок 1 — Метод проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, при первоначальном получении результатов двух измерений и условии, что получение результатов измерений не является дорогостоящим (случай 5.2.2.1)



где $x_{(2)}$ — второй наименьший результат

Рисунок 2 — Метод проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, при первоначальном получении двух результатов измерений и условии, что получение результатов измерений является дорогостоящим (случай 5.2.2.2 а)

Если при этом диапазон ($x_{\max} - x_{\min}$) результатов трех измерений равен или меньше критического диапазона для $n = 3$, $CR_{0,95}(3)$, то в качестве окончательного результата должно фиксироваться среднее арифметическое значение результатов трех измерений.

Если диапазон результатов трех измерений больше критического диапазона для $n = 3$, решение принимают в соответствии с нижеследующей альтернативой.

а) Случай, когда невозможно получить четвертый результат измерений

Лаборатория должна использовать в качестве окончательного результата медиану результатов трех измерений.

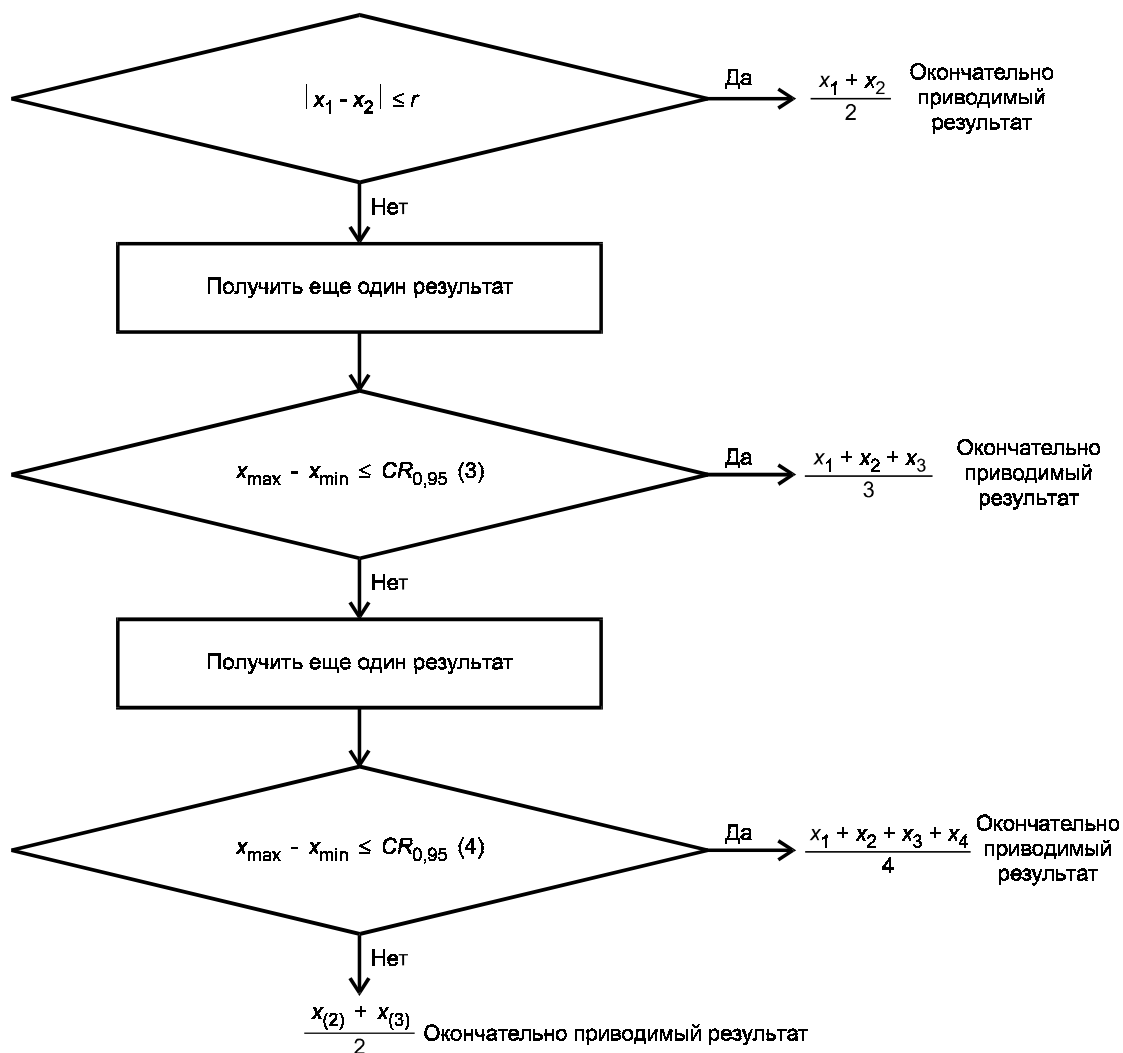
Данная процедура резюмируется в блок-схеме, представленной на рисунке 2.

б) Случай, когда возможно получить четвертый результат измерений

Лаборатория должна получить четвертый результат измерений. Если при этом диапазон ($x_{\max} - x_{\min}$) результатов четырех измерений равен или меньше критического диапазона для $n = 4$, $CR_{0,95}(4)$, то в качестве окончательного результата должно фиксироваться среднее арифметическое значение результатов четырех измерений. Если диапазон результатов четырех измерений больше критического диапазона для $n = 4$, то в качестве окончательного результата лаборатория должна использовать медиану результатов четырех измерений.

Данная процедура резюмируется в блок-схеме, представленной на рисунке 3.

Начать с результатов двух измерений



где $x_{(2)}$ — второй наименьший результат; $x_{(3)}$ — третий наименьший результат

Рисунок 3 — Метод проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, при первоначальном получении результатов двух измерений и условии, что получение результатов измерений является дорогостоящим (случай 5.2.2.2 б)

Таблица 1 — Коэффициенты критического диапазона $f(n)$

n	$f(n)$	n	$f(n)$
2	2,8	25	5,2
3	3,3	26	5,2
4	3,6	27	5,2
5	3,9	28	5,3
6	4,0	29	5,3
7	4,2	30	5,3
8	4,3	31	5,3
9	4,4	32	5,3
10	4,5	33	5,4
11	4,6	34	5,4
12	4,6	35	5,4
13	4,7	36	5,4
14	4,7	37	5,4
15	4,8	38	5,5
16	4,8	39	5,5
17	4,9	40	5,5
18	4,9	45	5,6
19	5,0	50	5,6
20	5,0	60	5,8
21	5,0	70	5,9
22	5,1	80	5,9
23	5,1	90	6,0
24	5,1	100	6,1

Примечание — Коэффициент критического диапазона $f(n)$ представляет собой 95%-ный квантиль распределения $(x_{\max} - x_{\min})/\sigma$, где x_{\max} и x_{\min} — экстремальные значения в выборке n из нормального распределения со стандартным отклонением σ .

5.2.3 Более двух первоначальных результатов измерений

На практике иногда оказывается более двух первоначальных результатов измерений. Метод получения окончательно приводимого результата в условиях повторяемости для случаев, где $n > 2$, подобен методу для $n = 2$.

Диапазон $(x_{\max} - x_{\min})$ результатов измерений сопоставляют с критическим диапазоном $CR_{0,95}(n)$, рассчитанным по данным таблицы 1 для соответствующего значения n . Если диапазон результатов не превышает критический, то среднее арифметическое значение результатов всех n измерений используют в качестве окончательного результата.

Если диапазон результатов превышает критический диапазон $CR_{0,95}(n)$, то для получения окончательного результата должно быть принято решение в соответствии с одним из вариантов А, В или С, представленных на рисунках 4 — 6.

Варианты А и В соответствуют ситуациям, когда получение результатов измерений не является и является дорогостоящим соответственно. Вариант С является альтернативным; рекомендуется в случае, когда первоначальное количество результатов измерений равно пяти или больше и когда получение результата каждого измерения не является дорогостоящим, или в случае, когда первоначальное количество результатов измерений равно четырем или больше и когда получение результата каждого измерения является дорогостоящим.

Для недорогих измерений различие между вариантами А и С состоит в том, что вариант А требует n последующих измерений, в то время как в варианте С требуется менее половины этого количества. Решение будет зависеть от величины n и от легкости выполнения измерений.

Для дорогостоящих измерений различие между вариантами В и С состоит в том, что вариант С требует последующих измерений, тогда как в варианте В никаких последующих измерений не проводят. Вариант В должен рассматриваться только при таких обстоятельствах, когда выполнение последующих измерений является настолько дорогостоящим, что его можно считать недоступным.

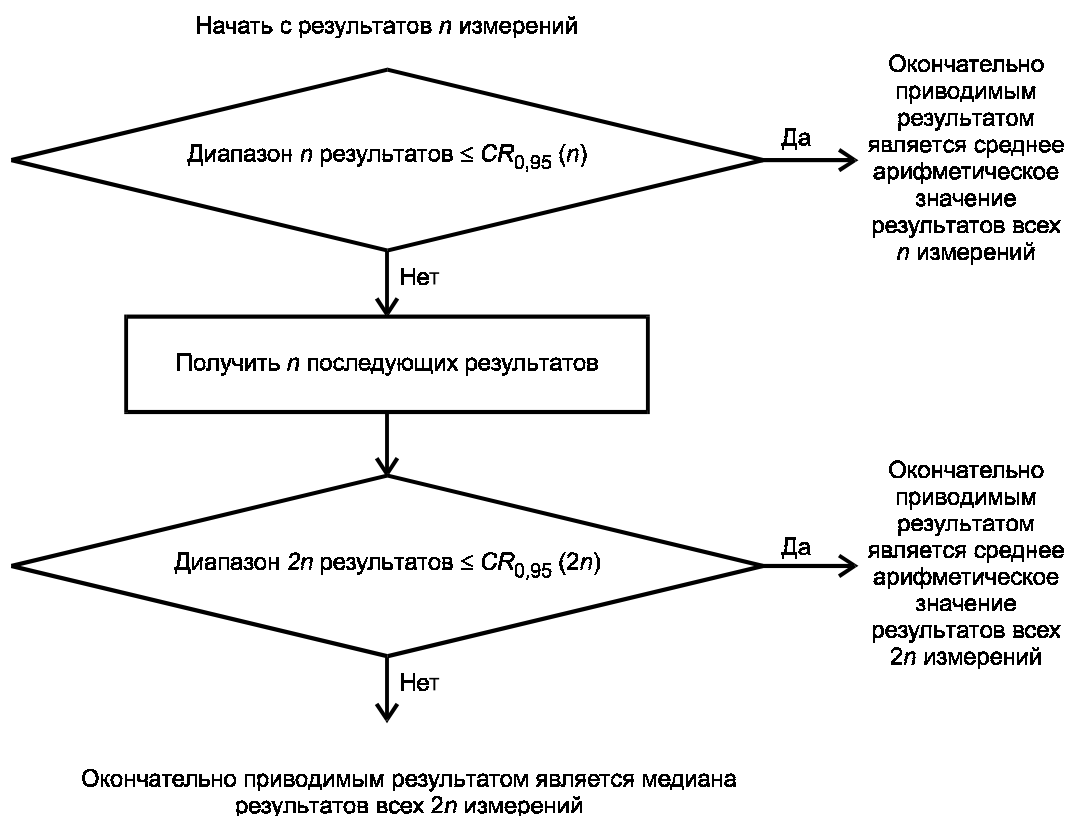


Рисунок 4 — Метод проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, при первоначальном получении n результатов измерений и условии, что получение результатов измерений не является дорогостоящим (вариант А)

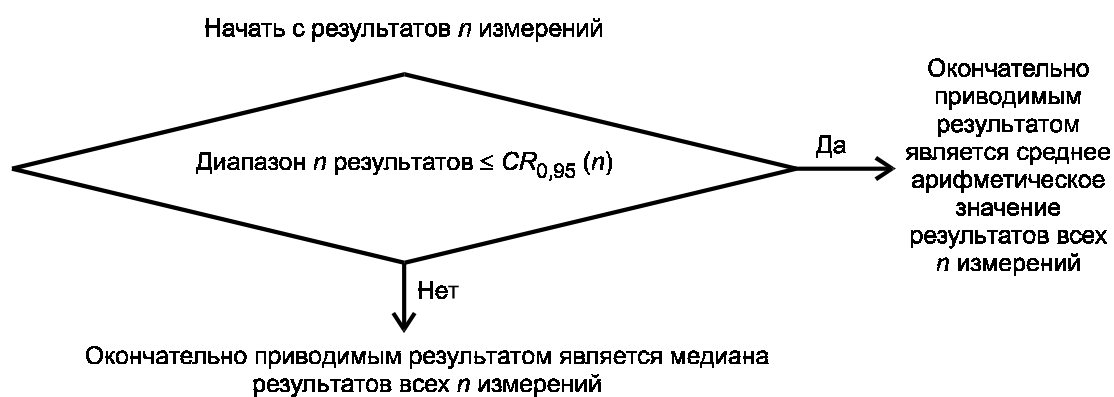
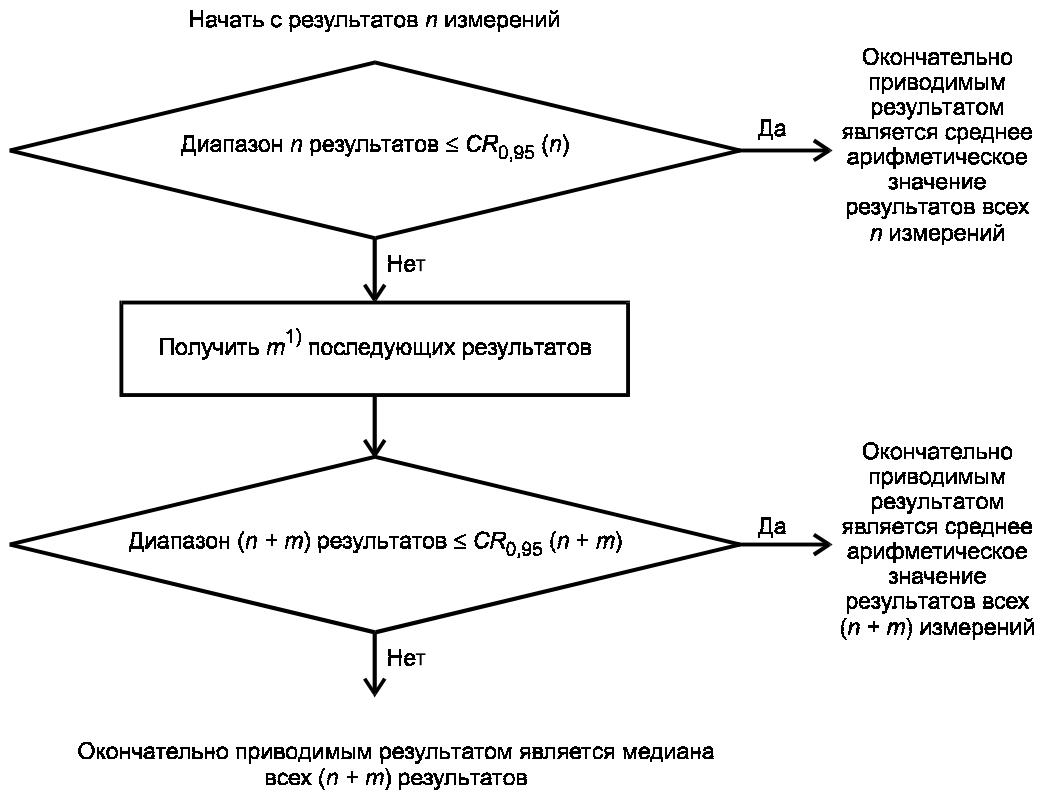


Рисунок 5 — Метод проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, при первоначальном получении n результатов измерений и условии, что получение результатов измерений является дорогостоящим (вариант В)



¹⁾ m должно быть выбрано в качестве целого числа, удовлетворяющего условию $n/3 \leq m \leq n/2$.

Рисунок 6 — Метод проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, при $n \geq 5$ и условии, что получение результатов измерений не является дорогостоящим, или при $n \geq 4$ и при условии, что получение результатов измерений является дорогостоящим (вариант С)

5.2.4 Пример варианта В. Дорогостоящий химический анализ

Дорогостоящие случаи часто встречаются в химических анализах, которые состоят из сложных и трудоемких процедур, требующих двух, трех или более суток для выполнения одного анализа, при этом затруднительно и дорого выполнить повторный анализ, если при первом анализе обнаруживаются подозрительные данные или выброс. Следовательно, обычно получают три или четыре первоначальных результата измерений в условиях повторяемости, и процесс измерений соответствует случаю В (см. рисунок 5).

Например, при определении содержания золота и серебра в рудах посредством пробирной плавки существующие методы требуют дорогостоящего специального оборудования, высококвалифицированных операторов и много времени, обычно около 2 сут и даже больше, если руда содержит металлы платиновой группы или другие специфические сопутствующие элементы.

Нижеследующие результаты четырех измерений для определения содержания золота были получены на медном концентрате в условиях повторяемости:

Au (г/т): 11,0 11,0 10,8 10,5

Эти результаты измерений были обработаны по методу В.

Метод определения содержания золота и серебра не был оформлен в качестве международного стандарта, тем не менее, если установлено значение $\sigma_r = 0,12$ г/т для определения золота, то критический диапазон $CR_{0,95}(4) = 3,6 \times 0,12 = 0,43$ г/т в соответствии с таблицей 1, где $f(4) = 3,6$.

Поскольку диапазон вышеприведенных результатов четырех измерений составляет $11,0 - 10,5 = 0,5$ г/т, что больше, чем $CR_{0,95}(4)$, окончательным приводимым результатом измерений является медиана результатов четырех измерений, то есть

$$\frac{11,0 + 10,8}{2} = 10,9 \text{ г/т.}$$

5.2.5 Примечание, касающееся эксперимента по оценке прецизионности

Если процедуры, представленные в 5.2.2 или в 5.2.3, в результате часто приводят к значениям, превышающим критические, то необходимо обратить внимание на прецизионность метода измерений для данной лаборатории и/или на соблюдение процедуры проведения эксперимента.

5.2.6 Представление окончательного результата

При представлении окончательно приводимого результата измерений необходимо указать:

- количество результатов измерений, использованных для расчета окончательного результата;
- способ определения окончательного результата: среднее арифметическое значение или медиана результатов измерений.

5.3 Методы проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях как повторяемости, так и воспроизводимости

5.3.1 Общие положения

Эти методы распространяются на случай получения результатов измерений двумя лабораториями, когда существует определенное различие в самих результатах или в их средних арифметических значениях. При этом статистическая проверка основывается на стандартном отклонении не только повторяемости, но и воспроизводимости.

Во всех случаях должно быть предусмотрено достаточное количество материала с целью получения результатов измерений плюс резерв, который может быть использован при необходимости каких-либо повторных испытаний. Величина необходимого резерва зависит от метода измерений и его сложности. В любом случае избыточный (резервный) материал должен храниться защищенным от повреждений или нежелательных изменений.

Пробы (образцы) для выполнения измерений должны быть идентичными, другими словами лабораториями должны использоваться пробы, прошедшие полностью все стадии подготовки.

5.3.2 Статистическая проверка совместимости результатов измерений для двух лабораторий

5.3.2.1 *Случай получения только одного результата измерений в каждой лаборатории*

Когда каждая лаборатория получила только один результат измерений, абсолютное расхождение между двумя результатами измерений должно проверяться по отношению к пределу воспроизводимости $R = 2,8\sigma_R$. Если абсолютное расхождение между результатами двух измерений не превышает R , эти результаты измерений считают согласующимися, и в качестве окончательного результата может использоваться их среднее арифметическое значение.

Если предел воспроизводимости R превышен, необходимо выяснить, обусловлено ли расхождение в результатах низкой прецизионностью метода измерений и/или различием в испытуемых пробах (образцах). Для проверки прецизионности в условиях повторяемости каждая из лабораторий должна следовать процедурам, описанным в 5.2.2.

5.3.2.2 *Случай, когда в двух лабораториях получают более одного результата измерений*

Предполагается, что каждая лаборатория должна будет выполнять процедуры, описанные в 5.2, и получит свой окончательный результат. Таким образом, необходимо лишь рассмотреть приемлемость этих двух окончательных результатов. Чтобы проверить, совместимы ли окончательные результаты этих лабораторий, необходимо сравнить абсолютное расхождение между двумя окончательными результатами с критической разностью $CD_{0,95}$, как это представлено ниже.

а) Критическая разность $CD_{0,95}$ для двух средних арифметических значений n_1 и n_2 результатов измерений равна

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)}.$$

Если в этом выражении $n_1 = n_2 = 1$, оно сводится к R , что соответствует 5.3.2.1.

Если $n_1 = n_2 = 2$, выражение упрощается до

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - \frac{r^2}{2}}.$$

б) Критическая разность $CD_{0,95}$ для среднего арифметического значения n_1 и медианы n_2 результатов измерений равна

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{\{c(n_2)\}^2}{2n_2}\right)},$$

где $c(n)$ — отношение стандартного отклонения медианы к стандартному отклонению среднего арифметического значения. Его значения приведены в таблице 2.

с) Критическая разность $CD_{0,95}$ для двух медиан n_1 и n_2 результатов измерений равна

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - r^2 \left(1 - \frac{\{c(n_1)\}^2}{2n_1} - \frac{\{c(n_2)\}^2}{2n_2}\right)}.$$

Если критическая разность не превышаетя, то приемлемы оба результата измерений, приводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного может использоваться их общее среднее значение. Если критическая разность превышена, то нужно выполнить процедуры, изложенные в общих чертах в 5.3.3.

Таблица 2 — Значения $c(n)$

Число результатов измерений n	$c(n)$	Число результатов измерений n	$c(n)$
1	1,000	11	1,228
2	1,000	12	1,187
3	1,160	13	1,232
4	1,092	14	1,196
5	1,197	15	1,235
6	1,135	16	1,202
7	1,214	17	1,237
8	1,160	18	1,207
9	1,223	19	1,239
10	1,176	20	1,212

5.3.3 Разрешение противоречий между результатами двух лабораторий

Наличие противоречий между результатами измерений или окончательно приводимыми результатами двух лабораторий может быть объяснено:

- систематическими расхождениями между двумя лабораториями,
- разницей в испытываемых пробах (образцах),
- погрешностями при определении σ_r и/или σ_R .

Если имеется возможность поменять испытываемые пробы и/или стандартные образцы между лабораториями, то каждая из них должна получить результаты измерений, пользуясь другой испытываемой пробой, — с целью определения наличия и значения систематической ошибки. Если обмен испытываемыми пробами невозможен, то каждая лаборатория должна получить результаты измерений на одной обычной пробе (предпочтительно на материале с известной измеряемой характеристикой). Использование материала с известной измеряемой характеристикой обладает тем преимуществом, что в итоге становится ясным, на счет какой (или обеих) лаборатории может быть отнесена систематическая ошибка. В случаях, когда использование материала с известной измеряемой характеристикой невозможно, чтобы приписать систематическую ошибку лабораториям, между двумя лабораториями по этому вопросу должно быть достигнуто согласие прибегнуть к помощи референтной лаборатории.

Если расхождение обусловлено различиями между испытываемыми пробами (образцами), обе лаборатории должны объединиться, чтобы совместно отобрать и подготовить пробы (образцы), либо для отбора и подготовки проб должна быть приглашена третья сторона.

5.3.4 Арбитраж

Две стороны контракта могут согласовать процедуру арбитража при заключении контракта или в случае возникновения спорной ситуации.

6 Методы контроля стабильности результатов измерений в пределах лаборатории

6.1 Основные положения

6.1.1 Первым шагом в контроле качества является получение количественных показателей качества (квантификация) посредством химического анализа, физического теста, сенсорной проверки и т.д. Наблюдаемые величины, получаемые при помощи методов квантификации, всегда

сопровожаются некоторыми погрешностями, которые можно разделить на погрешности, обусловленные

- отбором проб (образцов),
- подготовкой проб (образцов),
- измерениями и т. д.

Данный раздел будет посвящен только погрешностям, обусловленным измерениями; это погрешность измерения, включающая как неотъемлемую часть неидентичность (вариацию) испытываемых порций или испытываемых проб (образцов).

6.1.2 Считают, что погрешность измерений далее может быть разделена на:

- погрешность, вызываемую случайными причинами (прецизионность), и
- погрешность, вызываемую систематическими причинами (правильность).

6.1.3 От метода измерений естественно ожидать, чтобы его прецизионность и правильность были удовлетворительными. Однако нельзя гарантировать, что метод измерений удовлетворяет требованиям по значению правильности, даже если он удовлетворителен с точки зрения прецизионности. Поэтому при оценке стабильности результатов измерений в пределах лаборатории необходимо проверять как их прецизионность, так и правильность, и поддерживать оба этих показателя на требуемых уровнях в течение длительного периода времени.

6.1.4 Однако может оказаться, что для измеряемой данным методом характеристики не существует истинного значения, или, если даже условно истинное значение существует, то отсутствует возможность проверки правильности результатов измерений из-за того, что нет необходимого стандартного образца. Такие примеры приведены в таблице 3.

Трудно проверить правильность результата измерений, если нет стандартного образца. Тем не менее на практике вместо аттестованного значения измеряемой характеристики во многих случаях в качестве опорного значения может быть использован результат измерений, полученный квалифицированным оператором в хорошо оборудованной лаборатории, строго, безукоризненно и тщательно придерживающейся стандартного метода измерений.

6.1.5 Для контроля стабильности результатов измерений в пределах лаборатории в настоящей части ГОСТ Р ИСО 5725 используют контрольные карты Шухарта (см. ГОСТ Р 50779.42) и контрольные карты кумулятивных сумм.

Если прецизионность или правильность изменяются со временем постепенно, карты кумулятивных сумм более эффективны по сравнению с контрольными картами Шухарта, тогда как при внезапных изменениях применение карт кумулятивных сумм вместо карт Шухарта не дает никаких преимуществ.

Поскольку медленные изменения наиболее характерны и важны применительно к правильности, а внезапные изменения — применительно к прецизионности, для контроля правильности рекомендуются контрольные карты кумулятивных сумм, а для контроля прецизионности — контрольные карты Шухарта.

Однако может оказаться полезным параллельное использование карт обоих типов для контроля как прецизионности, так и правильности.

6.1.6 Поскольку процедуры контроля охватывают довольно длительный период времени и, по всей вероятности, предусматривают смену оператора и замену оборудования, условия повторяемости в этих случаях не применимы. Поэтому при контроле необходимо использовать промежуточные показатели прецизионности, описанные в ГОСТ Р ИСО 5725-3.

6.2 Методы контроля стабильности

6.2.1 Общие положения

6.2.1.1 В этом разделе рассматривают две задачи, решаемые при контроле стабильности результатов измерений внутри лаборатории:

- а) для результатов рутинных измерений, применяемых для производственного контроля и
- б) для результатов измерений, используемых при назначении цены сырья и изготовленных изделий (продукции, товаров).

6.2.1.2 В варианте 6.2.1.1а в принципе необходимо в течение длительного времени контролировать стандартные отклонения промежуточной прецизионности с одним, двумя или тремя изменяющимися факторами, получаемые на основании результатов измерений, чтобы убедиться, что эти показатели поддерживаются на требуемом уровне (см. пример 2 в 6.2.3). Однако обычно достаточен контроль всего лишь одного показателя прецизионности, так как даже в случае, когда результаты измерений имеют смещения, существует возможность обнаружить соответствующие изменения производственного процесса, если отклонения результатов измерений достаточно малы по сравне-

нию с этими смещениями. В то же время надо иметь в виду, что если для этой цели использовать стандартное отклонение повторяемости, возможно перерегулирование процесса из-за чрезмерной чувствительности; поэтому лучше использовать для этих целей подходящее стандартное отклонение промежуточной прецизионности.

Т а б л и ц а 3 — Классификация характеристик испытываемых материалов по способам получения истинных значений этих характеристик и параметрам, существенным для контроля точности (правильности и прецизионности) их оценок

Классификация ¹⁾	Примеры		
	Характеристики	Наличие стандартного образца (СО) ²⁾	Параметры, существенные для контроля точности ³⁾
Теоретическое значение, опирающееся на научные принципы, может быть установлено в качестве <i>истинного значения</i> .	Содержание химического компонента бензойной кислоты	Есть ⁴⁾	Δ и σ_W
Несмотря на то, что истинное значение теоретически существует, на практике его установить, пользуясь имеющейся техникой, невозможно; таким образом, согласованное значение, основанное на совместной экспериментальной работе при содействии научной или инженерной группы, принимают в качестве <i>условного истинного значения</i> .	а) Содержание железа в руде, в процентах по массе	Есть	Δ и σ_W
	б) Содержание серы в пирите, в процентах по массе	Нет ⁵⁾	σ_W и σ_L
Приписанное значение, основанное на методе измерений, установленном в международном, национальном стандарте или частной организацией, принимают в качестве <i>условного истинного значения</i> .	а) Октановое число бензина	Есть	Δ и σ_W
	б) Прочность кокса	Нет ⁶⁾	σ_M/σ_W , σ_L и σ_W σ_W и σ_L
	с) Текучесть расплава термопластов	Нет ⁷⁾	
¹⁾ См. ИСО 3534-1 [1]. ²⁾ См. ИСО Руководство 35 [2] и ГОСТ 8.315. ³⁾ Δ -систематическая погрешность результата лаборатории при реализации стандартного метода измерений; σ_W — внутрилабораторное стандартное отклонение; σ_L — межлабораторное стандартное отклонение; σ_M^2 — стандартное отклонение, вызванное различием (неидентичностью) испытываемых проб. ⁴⁾ Испытуемый материал сам по себе может быть использован в качестве СО, если он чист и стабилен. ⁵⁾ СО не может быть утвержден, поскольку материал является нестабильным. ⁶⁾ СО не может быть утвержден по причине большой массы, состоящей из твердых, хрупких частиц, различающихся размером, формой и составом, которая необходима для каждого испытания, являющегося разрушающим. ⁷⁾ Опорное значение определяется самим методом измерений.			

6.2.1.3 В варианте 6.2.1.2b контролю необходимо подвергать как правильность (см. пример 3 в 6.2.4), так и прецизионность, чтобы убедиться, что соответствующие показатели выдерживаются на требуемом уровне; таким образом, в данном случае требуется знать опорное значение измеряемой (испытываемой) характеристики.

6.2.1.4 Далее представлены следующие четыре примера:

- примеры 1 и 2 показывают, как с помощью карт Шухарта контролировать стабильность повторяемости или показателя промежуточной прецизионности;

- примеры 3 и 4 показывают, как контролировать правильность, используя либо карты Шухарта, либо метод кумулятивных сумм.

6.2.2 Пример 1. Контроль стабильности стандартного отклонения повторяемости рутинного анализа

6.2.2.1 Основные положения

а) **Метод измерений**

Определение содержания никеля методом, регламентированным в ИСО 6352:1985 [3].

б) **Источник**

Отчет лаборатории ферроникелевого плавильного завода от сентября 1985 г.

с) Описание

В производственной лаборатории ферроникелевого плавильного завода каждый день выполняется химический анализ с целью определения химического состава ферроникелевых сплавов совместно с контролем стабильности определения содержания никеля, используя собственный стандартный образец, приготовленный лабораторией (далее — стандартный образец лаборатории).

Для контроля стабильности результатов определения содержания никеля анализу ежедневно подвергают две порции стандартного образца лаборатории в условиях повторяемости, то есть одним и тем же оператором, использующим одно и то же оборудование, в одно и то же время.

Химический состав стандартного образца лаборатории таков:

Ni ... 47,21%	Co ... 1,223%	Si ... 3,50%
Mn ... 0,015%	P ... 0,003%	S ... 0,001%
Cr ... 0,03%	Cu ... 0,038%	

6.2.2.2 Исходные данные

Результаты рутинного анализа содержания никеля в стандартном образце лаборатории, полученные в условиях повторяемости, представлены в таблице 5 как x_1 и x_2 , выраженные в процентах по массе.

6.2.2.3 Проверка стабильности с применением контрольных карт Шухарта

Применяя метод контрольных карт Шухарта (R -диаграмм) (см. ГОСТ Р 50779.42) к результатам измерений, представленным в таблице 5, проверяют стабильность этих результатов измерений и оценивают стандартное отклонение повторяемости. При расчете средней линии и контрольных пределов (UCL и LCL) используют коэффициенты, приведенные в таблице 4.

Примечание 4 — Во избежание путаницы с символом R , используемым в настоящем стандарте применительно к воспроизводимости, R -карта из ГОСТ Р 50779 далее будет упоминаться как карта пределов (a range chart).

Таблица 4 — Коэффициенты для расчета параметров карты пределов

Коэффициенты для расчета средней линии и пределов действия ¹⁾			Коэффициенты для расчета пределов предупреждения ²⁾		
Число наблюдений в подгруппе	Коэффициент для средней линии	Коэффициент для предела действия	Коэффициенты для пределов предупреждения		
	d_2	D_2	d_3	$D_1(2)$	$D_2(2)$
2	1,128	3,686	0,853	—	2,834
3	1,693	4,358	0,888	—	3,469
4	2,059	4,698	0,880	0,299	3,819
5	2,326	4,918	0,864	0,598	4,054

¹⁾ Данные взяты из таблицы 2 ГОСТ Р 50779.42.
²⁾ Коэффициенты, применяемые для расчета пределов предупреждения, вычисляются по формулам:
 $D_1(2) = d_2 - 2d_3$;
 $D_2(2) = d_2 + 2d_3$.

Таблица 5 — Данные контрольной карты для примера 1 (6.2.2)

1 Характеристика качества:	содержание никеля в стандартном образце лаборатории.			
2 Единица измерения:	% (по массе).			
3 Метод анализа:	по ИСО 6352:1985 [3].			
4 Период:	с 1 по 30 сентября 1985 г.			
5 Лаборатория:	производственная лаборатория «А» ферроникелевого плавильного завода.			
Дата проведения анализа (номер подгруппы)	Данные наблюдений		Расхождение	Примечание
	x_1	x_2	w	
1	47,379	47,333	0,046	Сверх предела предупреждения
2	47,261	47,148	0,113	

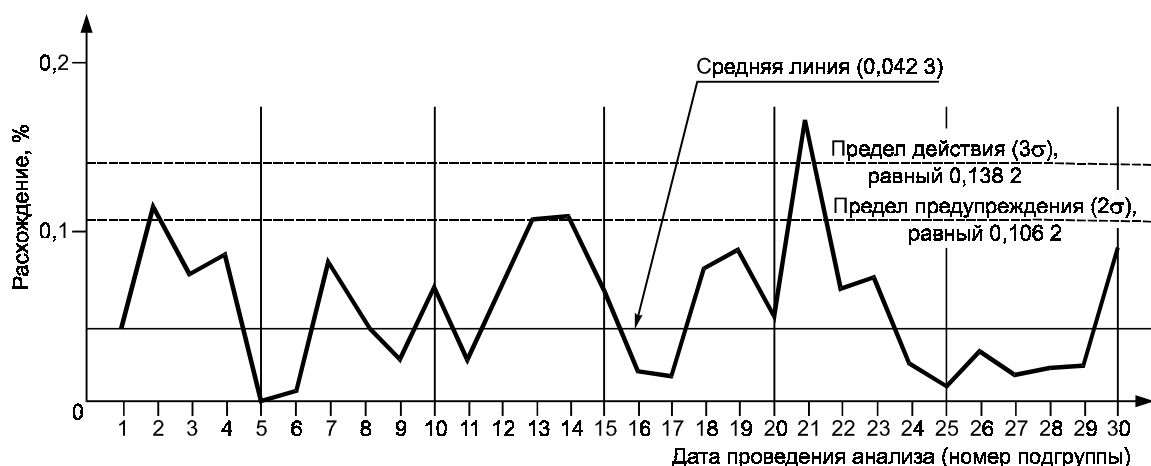


Рисунок 7 — Карта пределов для содержания никеля (%) в стандартном образце лаборатории, полученных в условиях повторяемости

Оценку стандартного отклонения повторяемости (s_r) получают из следующих уравнений:

$$w = |x_1 - x_2|;$$

$$s_r = \left(\sum_{i=1}^{30} w_i / 30 \right) / d_2 = \bar{w} / d_2 = 0,055 3 / 1,128 = 0,049 0.$$

Расхождения рассчитаны для 30 подгрупп, каждая из которых содержит две пробы. Таблица 5 — пример рабочей карты для выполнения данного расчета, а рисунок 7 — пример представления данных карты с нанесенными контрольными пределами.

Карта, приведенная на рисунке 7, свидетельствует, что результаты измерений не являются стабильными, так как имеется одна точка выше предела действия и пара последовательных точек выше предела предупреждения.

6.2.3 Пример 2. Контроль стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности рутинного анализа с изменяющимися факторами «время» и «оператор»

6.2.3.1 Основные положения

а) Метод измерений

Определение содержания серы в доменном коксе в процентах по массе методом, регламентированным в ИСО 351:1:1984 [4].

б) Источник

Отчет лаборатории сталеплавильного завода от августа 1985 г.

с) Описание

Пробы доменного кокса отбирают из коксовой батареи в плановом порядке: от каждой производственной партии, в каждую рабочую смену при трехсменном производственном режиме, ежедневно. После отбора испытываемую пробу от каждой партии подготавливают в лаборатории для химического анализа с целью определения содержания серы (% по массе).

6.2.3.2 Исходные данные

Результаты контрольного анализа содержания серы в пробах кокса из батареи № 1 (август 1985 г.) представлены в таблице 6. Одна проба кокса, выбранная наугад из проб, подвергавшихся анализу во время смены (x_1), анализировалась повторно другим оператором в другую смену на следующий день (x_2), и результаты испытаний ежедневно сравнивались.

6.2.3.3 Проверка стабильности методом контрольных карт Шухарта

Применяя метод контрольных карт Шухарта (карт пределов, см. ГОСТ Р 50779.42) к данным таблицы 6, проверяют стабильность этих результатов измерений и оценивают стандартное отклонение промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время» и «оператор».

Что касается коэффициентов для расчета средней линии, а также пределов действия и предупреждения (UCL и LCL), см. пример 1 в 6.2.2. Поскольку в данном примере также заранее задано стандартное отклонение промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами

«время» и «оператор» $\sigma_{I(TO)}$, полученное на основании результатов измерений в предыдущем квартале, параметры контрольной карты пределов рассчитывают следующим образом.

а) Средняя линия — $d_2\sigma_r = 1,128 \times 0,0133 = 0,0150$.

б) Пределы действия:

$$UCL = D_2\sigma_{I(TO)} = 3,686 \times 0,0133 = 0,0490;$$

LCL отсутствует.

с) Пределы предупреждения:

$$UCL = D_2(2)\sigma_{I(TO)} = 2,834 \times 0,0133 = 0,0378;$$

LCL отсутствует.

Оценку стандартного отклонения промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время» и «оператор» $s_{I(TO)}$ получают из следующих уравнений:

$$w = |x_1 - x_2|;$$

$$s_{I(TO)} = \left(\sum_{i=1}^{31} w_i / 31 \right) / d_2 = \bar{w} / d_2 = 0,0142 / 1,128 = 0,0126.$$

Расхождения рассчитаны для 31 подгруппы, каждая из которых содержит две пробы, как в таблице 6, и приведены на рисунке 8 с найденными выше контрольными пределами.

Карта, изображенная на рисунке 8, не дает никаких оснований считать эти результаты измерений нестабильными.

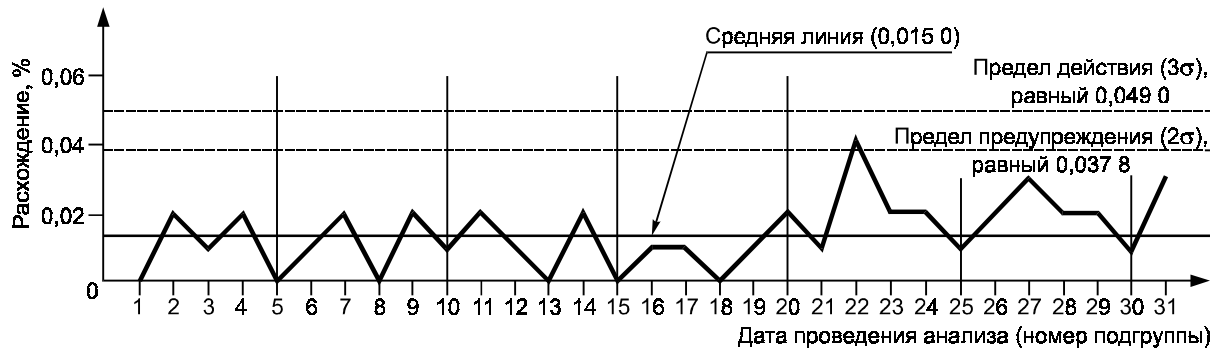


Рисунок 8 — Карта пределов для содержания серы (%) в доменном коксе, полученных в условиях промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время» и «оператор»

Таблица 6 — Данные контрольной карты для примера 2 (6.2.3)

1 Характеристика качества:	содержание серы в доменном коксе.			
2 Единица измерения:	% (по массе).			
3 Метод анализа:	по ИСО 351:1:1984 [4].			
4 Период:	с 1 по 31 августа 1985 г.			
5 Лаборатория:	производственная лаборатория «В» сталеплавильного завода.			
Дата проведения анализа (номер подгруппы)	Данные наблюдений		Расхождение	Примечание
	x_1	x_2	w	
1	0,56	0,56	0,00	
2	0,48	0,50	0,02	
3	0,57	0,58	0,01	
4	0,60	0,58	0,02	
5	0,58	0,58	0,00	
6	0,50	0,49	0,01	
7	0,56	0,58	0,02	
8	0,56	0,56	0,00	
9	0,48	0,46	0,02	

Окончание таблицы 6

1 Характеристика качества:	содержание серы в доменном коксе.				
2 Единица измерения:	‰ (по массе).				
3 Метод анализа:	по ИСО 351:1:1984 [4].				
4 Период:	с 1 по 31 августа 1985 г.				
5 Лаборатория:	производственная лаборатория «В» сталеплавильного завода.				
Дата проведения анализа (номер подгруппы)	Данные наблюдений		Расхождение	Примечание	
	x_1	x_2	w		
10	0,54	0,53	0,01	Выше предела предупреждения ¹⁾	
11	0,55	0,57	0,02		
12	0,46	0,45	0,01		
13	0,58	0,58	0,00		
14	0,54	0,56	0,02		
15	0,56	0,56	0,00		
16	0,57	0,58	0,01		
17	0,46	0,45	0,01		
18	0,56	0,56	0,00		
19	0,56	0,57	0,01		
20	0,57	0,55	0,02		
21	0,44	0,45	0,01		
22	0,59	0,55	0,04		
23	0,55	0,57	0,02		
24	0,58	0,56	0,02		
25	0,46	0,45	0,01		
26	0,60	0,58	0,02		
27	0,59	0,56	0,03		
28	0,54	0,56	0,02		
29	0,47	0,49	0,02		
30	0,59	0,58	0,01		
31	0,49	0,52	0,03		
Всего	16,84	16,72	0,44		
Среднее значение			0,014 2		$\bar{w}/d_2 = 0,012 6$
<p>П о я с н е н и я $\sigma_{I(TO)} = 0,013 3$. x_1 — первый рутинный анализ. x_2 — второй анализ на следующий день, выполняемый другим оператором. а) Средняя линия $d_2\sigma_{I(TO)} = 1,128 \times 0,013 3 = 0,015 0$. б) Пределы действия: $UCL = D_2\sigma_{I(TO)} = 3,686 \times 0,013 3 = 0,049 0$; LCL — отсутствует. в) Пределы предупреждения: $UCL = D_2(2)\sigma_{I(TO)} = 2,834 \times 0,013 3 = 0,037 8$; LCL — отсутствует.</p> <p>¹⁾ Фактическая температура нагрева для получения x_2 была ниже заданной.</p>					

6.2.4 Пример 3. Контроль стабильности показателей правильности рутинного анализа

6.2.4.1 Основные положения

а) Метод измерений

Определение зольности угля (в процентах по массе) методом, регламентированным в ИСО 1171:1981 [5].

б) Источник

Отчет лаборатории сталеплавильного завода от июня 1985 г.

с) Описание

На сталеплавильный завод поступают угольные фракции для производства доменного кокса при трехсменном режиме работы коксовой батареи.

Чтобы контролировать качество продуктов коксового производства, в каждую смену анализируют зольность углей методом, регламентированным в ИСО 1171. Контроль стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности рутинного анализа с изменяющимися факторами «время» и «оператор» проводят так же, как в примере 2 (6.2.3).

В данном примере показан метод контроля стабильности показателя правильности рутинного анализа с использованием собственного стандартного образца (содержание золы 10,29 %).

6.2.4.2 Исходные данные

Ежедневно собственный стандартный образец (стандартный образец лаборатории) анализирует оператор, которого назначают наугад из числа всех операторов трех смен. Результаты анализа представлены, как в таблице 7.

6.2.4.3 Проверка стабильности методом контрольных карт Шухарта

Применяя метод контрольных карт Шухарта к данным таблицы 7, проверяют стабильность показателя правильности результатов рутинного анализа и оценивают его систематическую погрешность.

Поскольку в данной лаборатории рутинный анализ выполняют в условиях промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время» и «оператор», стандартное отклонение повторяемости s_r не представляет фактической прецизионности результатов анализа, получаемых в лаборатории, и не может быть использовано для контроля систематической погрешности. Вместо проведения эксперимента с целью получения стандартного отклонения промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время» и «оператор» $s_{I(TO)}$, в качестве более простого способа предпочитают карты текущих расхождений.

Контрольную карту готовят, используя формулы, приведенные в пояснениях к таблице 7, и предварительно установленные значения μ и $\sigma_{I(TO)}$. На картах, приведенных на рисунке 9, показаны периоды, когда систематическая погрешность и расхождения невелики, и другие периоды, когда результаты анализа отличаются повышенной нестабильностью, подтверждая необходимость изучения причин этих отклонений.

6.2.4.4 Проверка стабильности методом контрольных карт кумулятивных сумм

Значения (H ; K) на контрольной карте кумулятивных сумм для оценки $\hat{\delta}$ систематической погрешности при ($h = 4,79$ $k = 0,5$) рассчитывают следующим образом (см. рисунок 10).

$$\begin{array}{ll} \text{Верхняя сторона} & \text{Нижняя сторона} \\ H = h\sigma_{I(TO)} = 4,79 \times 0,066\ 45 = 0,318. & -H = -0,138. \\ K_1 = \mu + k\sigma_{I(TO)} = 10,29 + 0,5 \times 0,066\ 45 = 10,323. & K_2 = \mu - k\sigma_{I(TO)} = 10,29 - 0,5 \times 0,066\ 45 = 10,257. \end{array}$$

Таблица 7 — Данные контрольной карты для примера 3 (6.2.4)

1 Характеристика качества:		зольность собственного стандартного образца.		
2 Единица измерения:		% (по массе).		
3 Метод анализа:		ИСО 1171:1981 [5].		
4 Период:		С 01 по 30 июня 1985 г.		
5 Лаборатория:		производственная лаборатория «С» сталеплавильного завода.		
Дата проведения анализа (номер подгруппы)	Результат анализа y	Оценка систематической погрешности $\hat{\delta}$	Текущее расхождение w	Примечание
1	10,30	0,01	0,01	
2	10,29	0,00	0,01	
3	10,28	— 0,01	0,02	
4	10,30	0,01	0,01	
5	10,29	0,00	0,00	
6	10,29	0,00	0,09	
7	10,20	— 0,09	0,08	
8	10,28	— 0,01	0,01	
9	10,29	0,00	0,00	

Окончание таблицы 7

1 Характеристика качества: зольность собственного стандартного образца.				
2 Единица измерения: % (по массе).				
3 Метод анализа: ИСО 1171:1981 [5].				
4 Период: С 01 по 30 июня 1985 г.				
5 Лаборатория: производственная лаборатория «С» сталеплавильного завода.				
Дата проведения анализа (номер подгруппы)	Результат анализа y	Оценка систематической погрешности $\hat{\delta}$	Текущее расхождение w	Примечание
10	10,29	0,00	0,10	
11	10,19	— 0,10	0,10	
12	10,29	0,00	0,00	
13	10,29	0,00	0,00	
14	10,29	0,00	0,01	
15	10,28	— 0,01	0,02	
16	10,30	0,01	0,01	
17	10,29	0,00	0,00	
18	10,29	0,00	0,01	
19	10,28	— 0,01	0,00	
20	10,28	— 0,01	0,00	
21	10,28	— 0,01	0,03	
22	10,31	0,02	0,12	
23	10,19	— 0,10	0,10	
24	10,29	0,00	0,07	
25	10,36	0,07	0,00	
26	10,36	0,07	0,07	
27	10,29	0,00	0,01	
28	10,30	0,01	0,02	
29	10,28	— 0,01	0,09	
30	10,19	— 0,10		
Всего	308,44	—0,26	0,99	
Среднее значение		—0,0866	0,0341	$\bar{w}/d_2 = 0,0126$
<p>П о я с н е н и я Зольность собственного стандартного образца $\mu = 10,29$. Стандартное отклонение, полученное на основании результатов испытаний за предыдущий квартал, $\sigma_{I(ТО)} = 0,066\ 45$. Оценка систематической погрешности $\hat{\delta} = y - \mu$. Текущее расхождение $w = \hat{\delta}_{i+1} - \hat{\delta}_i$.</p> <p>x-карта: Средняя линия — нулевая или равна нулю Пределы действия: $UCL = +3\sigma_{I(ТО)} = 0,199\ 4$, $LCL = -3\sigma_{I(ТО)} = -0,199\ 4$; Пределы предупреждения $UCL = +2\sigma_{I(ТО)} = 0,132\ 9$, $LCL = -2\sigma_{I(ТО)} = -0,132\ 9$.</p> <p>Карта текущих расхождений: Средняя линия $d_2\sigma_{I(ТО)} = 1,128 \times 0,066\ 45 = 0,074\ 96$; Пределы действия: $UCL = D_2\sigma_{I(ТО)} = 3,396 \times 0,066\ 45 = 0,245$, LCL — отсутствует; Пределы предупреждения: $UCL = D_2(2)\sigma_{I(ТО)} = 2,834 \times 0,066\ 45 = 0,188\ 3$, LCL — отсутствует.</p>				

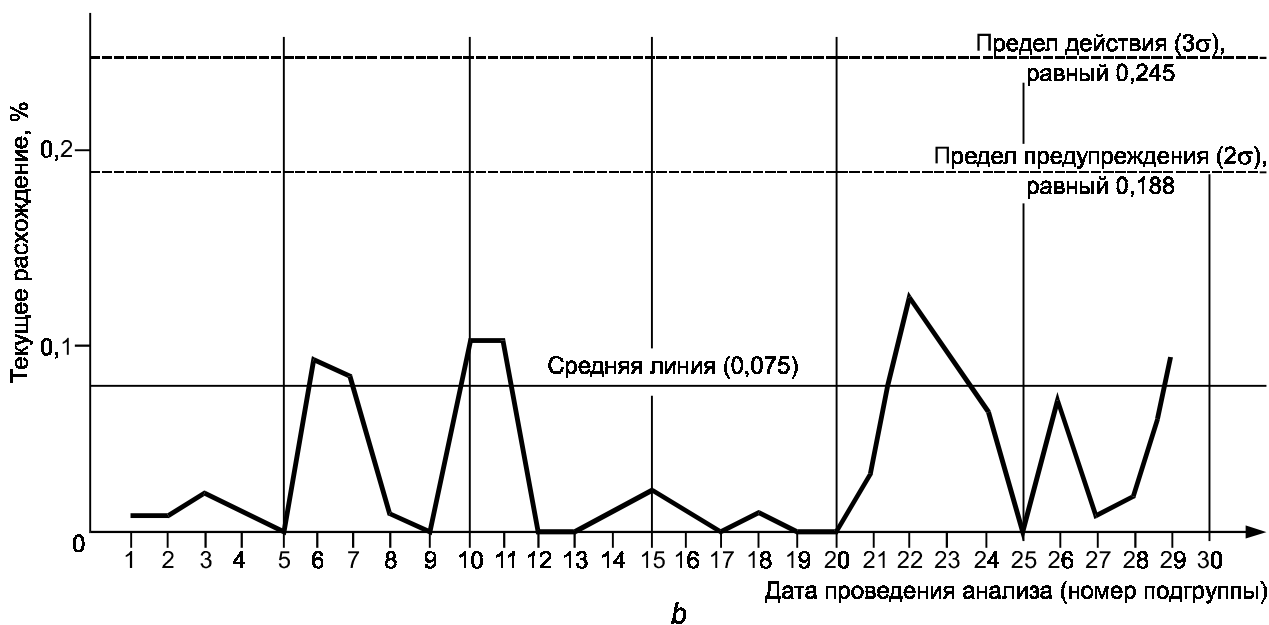
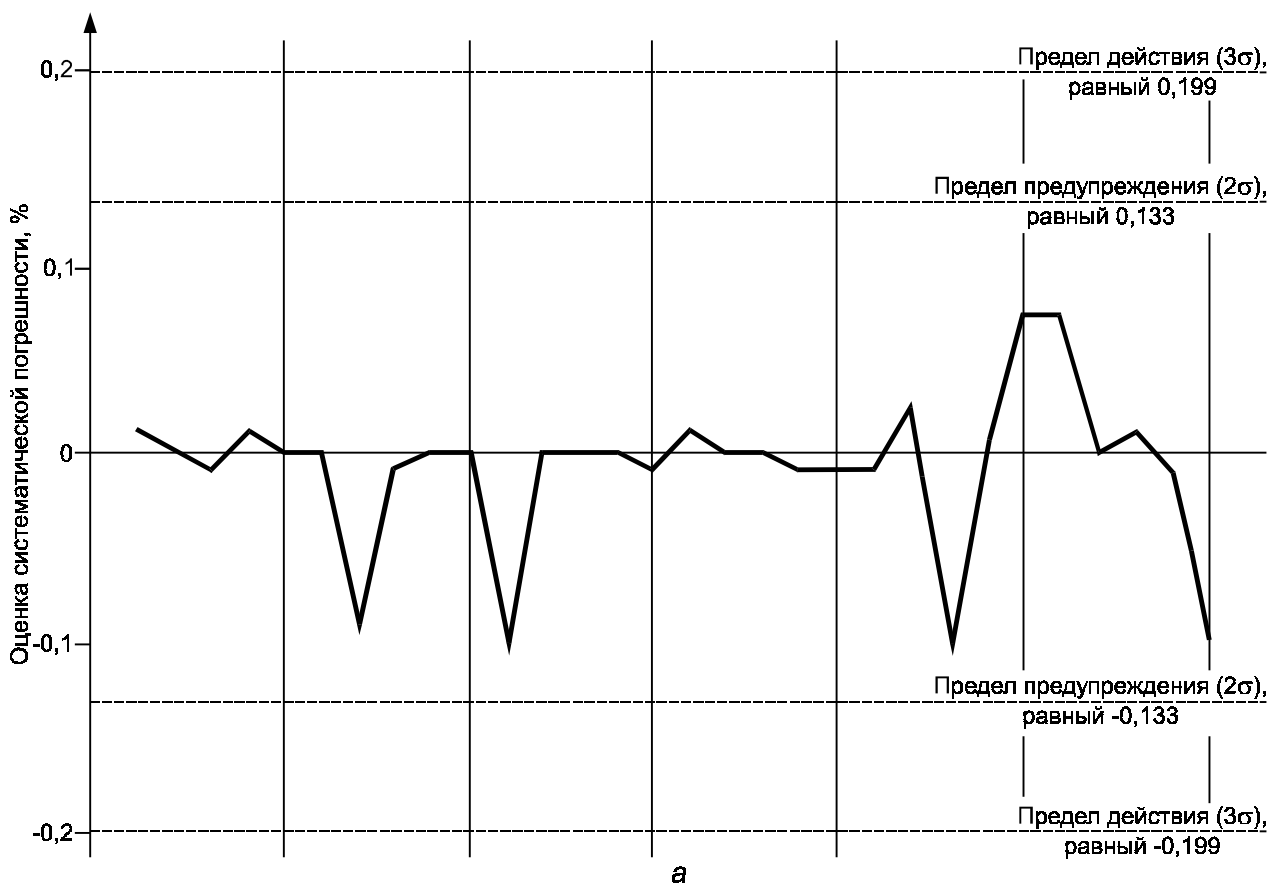


Рисунок 9 — Контрольная карта Шухарта для оценки $\hat{\delta}$ — систематической погрешности определения зольности, % (по массе) собственного стандартного образца

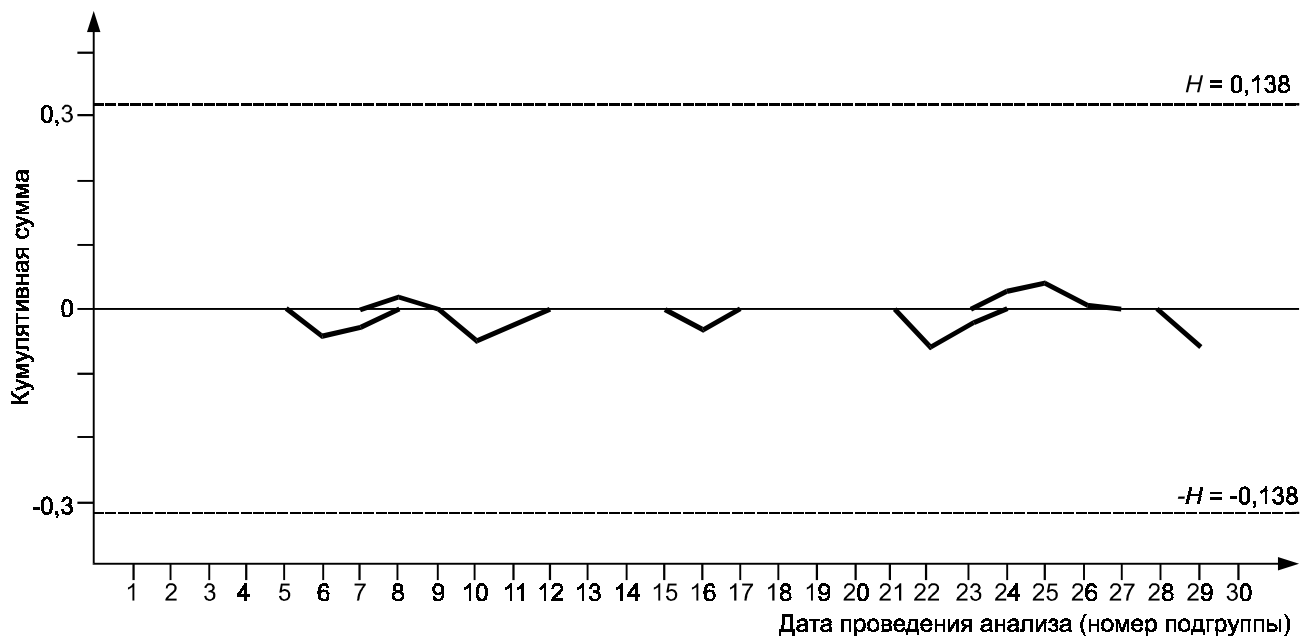


Рисунок 10 — Контрольная карта кумулятивных сумм для оценки $\hat{\delta}$ — систематической погрешности определения зольности, % (по массе) собственного стандартного образца

6.2.5 Пример 4. Другой способ контроля стабильности показателя правильности рутинного анализа

6.2.5.1 Основные положения

а) Метод измерений

Определение содержания мышьяка в оксиде цинка путем выделения диэтилдитиокарбамат-арсенида серебра колориметрированием.

б) Источник

Новости стандартизации ASTM [6].

6.2.5.2 Исходные данные

См. таблицу 8.

6.2.5.3 Проверка стабильности методом контрольных карт Шухарта

Контрольную карту Шухарта для \bar{x} (см. рисунок 11) готовят, используя формулы, приведенные в пояснениях к таблице 8, и предварительно установленные значения μ и σ_r .

Карта показывает нестабильность результатов измерений, поскольку на ней одна точка выше предела действия и две серии измерений из семи или более результатов находятся ниже средней линии.

6.2.5.4 Контроль стабильности методом контрольных карт кумулятивных сумм

Расчет (H ; K) на контрольной карте кумулятивных сумм для средних значений \bar{x} при (h ; k) = (4,79; 0,5) проводят следующим образом (см. рисунок 12).

Верхняя часть

$$H = h\sigma_r/\sqrt{n} = 4,79 \times 0,167 = 0,800.$$

$$K_1 = \mu + k\sigma_r/\sqrt{n} = 3,800 + 0,5 \times 0,167 = 3,88.$$

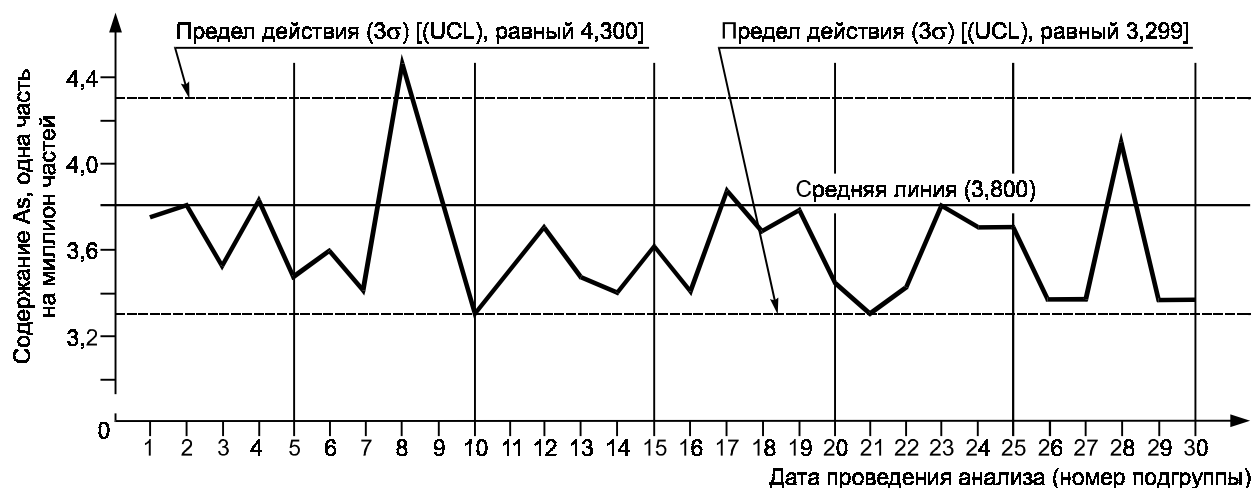
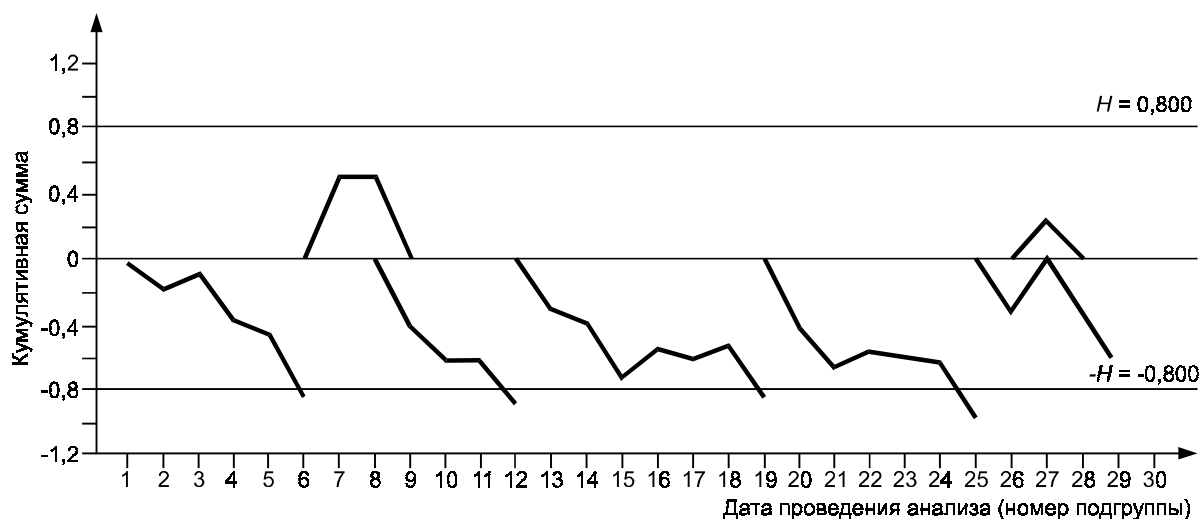
Нижняя часть

$$-H = -0,800.$$

$$K_2 = \mu - k\sigma_r/\sqrt{n} = 3,800 - 0,5 \times 0,167 = 3,72.$$

Таблица 8 — Данные \bar{x} — карты для примера 4 (6.2.5)

1 Характеристика качества: содержание As в собственном стандартном образце. 2 Единица измерения: млн ⁻¹ (по массе). 3 Метод анализа: выделение диэтилдитиокарбамат-арсенида серебра колориметрированием.				
Номер подгруппы	Данные наблюдений		\bar{x}	Примечание
	x_1	x_2		
1	3,70	3,80	3,75	Выше предела действия
2	3,76	3,86	3,81	
3	3,64	3,38	3,51	
4	4,01	3,62	3,82	
5	3,40	3,52	3,46	
6	3,65	3,53	3,59	
7	3,20	3,58	3,39	
8	4,19	4,65	4,42	
9	3,97	3,77	3,87	
10	2,95	3,69	3,32	
11	3,43	3,55	3,49	
12	3,85	3,53	3,69	
13	3,77	3,17	3,47	
14	3,19	3,60	3,40	
15	3,75	3,45	3,60	
16	3,55	3,25	3,40	
17	3,98	3,76	3,87	
18	3,56	3,78	3,67	
19	3,54	4,02	3,78	
20	3,35	3,55	3,45	
21	3,37	3,25	3,31	
22	3,42	3,42	3,42	
23	3,71	3,87	3,79	
24	3,77	3,62	3,70	
25	3,82	3,58	3,70	
26	3,73	3,02	3,38	
27	3,48	3,28	3,38	
28	4,01	4,19	4,10	
29	3,63	3,11	3,37	
30	3,51	3,23	3,37	
Всего			108,28	
Среднее значение			3,609	
Пояснения Содержание мышьяка в собственном стандартном образце $\mu = 3,80$. Стандартное отклонение по данным предыдущих анализов $\sigma_r = 0,236$. x-карта: Средняя линия равна 3,80 (см. рисунок 11); Пределы действия: $UCL = \mu + 3\sigma_r / \sqrt{n} = 4,300$ $LCL = \mu - 3\sigma_r / \sqrt{n} = 3,299$.				

Рисунок 11 — Контрольная карта Шухарта для средних значений \bar{x} содержания мышьяка в оксиде цинкаРисунок 12 — Контрольная карта кумулятивных сумм для средних значений \bar{x} содержания мышьяка в оксиде цинка

7 Использование стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости при оценке деятельности лабораторий

7.1 Метод оценки

7.1.1 Основные положения

Настоящий раздел посвящен оценке деятельности лабораторий в отношении только одного метода измерений, который стандартизирован и используется в различных лабораториях. Поэтому возможно оценить прецизионность метода в форме стандартных отклонений повторяемости (сходности) и воспроизводимости. Предполагается, что значения этих стандартных отклонений были определены ранее в эксперименте по оценке прецизионности.

Существуют оценки трех типов, зависящие от наличия стандартных образцов для метода или опорной лаборатории. Если стандартные образцы существуют для необходимого числа уровней, оценка может быть выполнена при участии лишь одной испытуемой лаборатории. Относительно метода измерений, для которого стандартных образцов нет, такой простой способ оценки невозможен. Такая лаборатория должна сопоставляться с лабораторией, обеспечивающей высокое качество испытаний и широко признанной как лаборатория высокого рейтинга. При постоянной оценке

деятельности лабораторий часто несколько лабораторий должно подвергаться оценке одновременно. В этом случае целесообразен совместный оценочный эксперимент как оценка третьего типа.

Целью проведения совместного оценочного эксперимента является сопоставление результатов каждой лаборатории с той из числа других лабораторий, которая является примером совершенного исполнения своих функций.

7.1.2 Возможности совместного оценочного эксперимента

Стандартное отклонение повторяемости метода измерений является мерой неопределенности результатов измерений, получаемых при постоянных условиях в пределах лаборатории. В этом случае оно является выражением внутрилабораторной прецизионности в условиях повторяемости, определения которым даны в ГОСТ Р ИСО 5725-1.

Систематическая погрешность результатов лаборатории при реализации конкретного метода измерений (см. 3.9 ГОСТ Р ИСО 5725-1) может быть определена непосредственно при условии, что существует и известно истинное значение измеряемой характеристики, как в случае со стандартными образцами. Когда истинное значение неизвестно, систематическая погрешность должна определяться косвенным путем. Одним из способов является сопоставление результатов лаборатории с другой «референтной» лабораторией, систематическая погрешность результатов которой при реализации данного метода измерений известна. Целесообразность данного решения, однако, в очень сильной степени зависит от прецизионности и систематической погрешности при реализации этого метода измерений в «референтной» лаборатории.

В случае совместного оценочного эксперимента мерой согласованности результатов, полученных в различных лабораториях, является воспроизводимость, которая также может быть использована для оценки систематической погрешности результатов каждой лаборатории. Результат лаборатории, которая обнаруживает большое систематическое отклонение, будет являться выбросом при определении воспроизводимости в ходе оценочного межлабораторного эксперимента.

В настоящем разделе предполагается, что прецизионность метода измерений определена заранее. Это означает, что дисперсия повторяемости σ_p^2 , межлабораторная дисперсия σ_L^2 и дисперсия воспроизводимости σ_R^2 известны.

Методы, изложенные в разделе 7, главным образом предназначены для контроля систематической погрешности результатов лаборатории (при реализации конкретного метода измерений). Методы, представленные в разделе 6, более эффективны при контроле повторяемости результатов лаборатории или ее промежуточной прецизионности (при реализации конкретного метода измерений).

7.2 Оценка качества применения метода измерений лабораторией, не проходившей прежде процедуру оценки ее деятельности

7.2.1 Оценка деятельности лаборатории

Общие критерии оценки деятельности лаборатории приведены в Руководстве 25 ИСО/МЭК* (ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2000). Лаборатория должна работать на достойном уровне и осуществлять удовлетворительный внутренний контроль качества. Методы внутреннего контроля качества были описаны в разделе 6. Эта часть контроля базируется только на инспектировании каждой лаборатории в ее обычной рабочей обстановке. Это может быть выполнено немедленно без использования специального испытываемого материала и без привлечения других лабораторий.

Для количественной оценки выполняемого лабораторией метода измерений необходимо провести контрольный эксперимент. Это может быть сделано в пределах лаборатории, используя стандартные образцы (см. 7.2.3), либо посредством сопоставления с лабораторией высокого рейтинга (см. 7.2.4).

7.2.2 Общие соображения по контрольным экспериментам

При планировании контрольного эксперимента должны быть рассмотрены следующие вопросы:

а) На каком количестве уровней (q) должен проводиться эксперимент? Этот вопрос изложен в подразделе 6.3 ГОСТ Р ИСО 5725-1.

б) Сколько повторных измерений (n) должно быть выполнено на каждом уровне?

с) Сколько лабораторий (p) примет участие в случае совместного оценочного эксперимента?

При планировании эксперимента необходимо также принять во внимание подраздел 6.1 ГОСТ Р ИСО 5725-1 и разделы 5 и 6 ГОСТ Р ИСО 5725-2.

Испытуемый материал должен быть отправлен в лабораторию анонимно, то есть таким образом, чтобы быть уверенным в том, что с ним будут обращаться как в обычной практике в данной лаборатории, не уделяя ему особого внимания.

* С 1999 г. в ИСО/МЭК 17025:1999.

7.2.3 Метод измерений, для которого имеются стандартные образцы

7.2.3.1 Общие положения

7.2.3.1.1 Когда имеются стандартные образцы, оценка может производиться в одной лаборатории. Поскольку прецизионность метода установлена, известное значение стандартного отклонения повторяемости используют при оценке внутренней прецизионности, тогда как систематическую погрешность определяют путем сопоставления результатов измерений с опорным значением.

Иногда бывает уместным ввести поддающуюся обнаружению систематическую погрешность лаборатории Δ_m в качестве минимального значения лабораторной систематической погрешности реализуемого метода измерений (см. 3.11 ГОСТ Р ИСО 5725-1), которую экспериментатор стремится выявить с высокой вероятностью на основании результатов эксперимента.

7.2.3.1.2 Для оценки внутренней прецизионности необходимо в пределах лаборатории выполнить повторяющиеся измерения. После рассмотрения вопросов, упомянутых в 7.2.2, испытуемый материал распределяют по q уровням и на каждом уровне выполняют n повторных измерений. Обработывая результаты, используют метод, приведенный в разделе 7 ГОСТ Р ИСО 5725-2. При оценке внутренней прецизионности внутриэлементное стандартное отклонение s_r сопоставляют с известным стандартным отклонением повторяемости σ_r . Критерий приемлемости (критерий приемлемого значения прецизионности) определяют по соотношению

$$s_r^2 / \sigma_r^2 < \chi^2_{(1-\alpha)}(v) / v, \quad (1)$$

где $\chi^2_{(1-\alpha)}(v)$ — это $(1-\alpha)$ -квантиль χ^2 -распределения с $v = n - 1$ степенями свободы. При отсутствии других установок уровень значимости α предполагается равным 0,05.

Приведенное выше неравенство должно быть справедливым для 95 % из q уровней. Как правило, q скорее всего невелико; это значит, что критерий (1) для лаборатории должен выполняться на всех q уровнях.

7.2.3.1.3 При оценке систематической погрешности среднее значение \bar{y} для каждого уровня сопоставляется с соответствующим опорным значением μ . Поскольку

$$s^2_{(\bar{y})} = s^2_L + \frac{1}{n} s_r^2 = s^2_R - s_r^2 \frac{(n-1)}{n}, \quad (2)$$

критерий приемлемости значения систематической погрешности определяется неравенством

$$|\bar{y} - \mu| < 2 \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \frac{(n-1)}{n}}, \quad (3)$$

которое должно выполняться на каждом из q уровней.

При $n = 2$ критерий (3) приводится к виду

$$|\bar{y} - \mu| < 2 \sqrt{\sigma_R^2 - \frac{\sigma_r^2}{2}}. \quad (4)$$

Если имеется поддающаяся обнаружению систематическая погрешность, вводят еще один критерий приемлемости в виде

$$|\bar{y} - \mu| < \Delta_m / 2. \quad (5)$$

7.2.3.2 Пример. Определение содержания цемента в бетоне

7.2.3.2.1 Основные положения

Содержание цемента является важным показателем, так как он оказывает влияние на прочность бетона, и часто в технических условиях на бетон устанавливают минимальное значение содержания цемента. Содержание цемента может определяться на основании измерений содержания кальция в пробах цемента и в образцах бетона. Для оценки деятельности лаборатории можно приготовить конкретные образцы бетона с известным содержанием цемента.

Для оценки шести лабораторий были приготовлены стандартные образцы с содержанием цемента 425 кг/м³. В каждой лаборатории выполнялись два параллельных определения.

7.2.3.2.2 Исходные данные

См. таблицу 9. Значения стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости составляют: $\sigma_r = 16$;

$$\sigma_R = 25.$$

Т а б л и ц а 9 — Содержание цемента в бетоне, кг/м³

Лаборатория <i>i</i>	Данные наблюдений	
	y_{i1}	y_{i2}
1	406	431
2	443	455
3	387	431
4	502	486
5	434	456
6	352	399

7.2.3.2.3 Расчет средних значений и расхождений в базовых элементах
См. таблицу 10.

Т а б л и ц а 10 — Средние значения и расхождения в базовых элементах, кг/м³

Лаборатория	Среднее значение	Расхождение
1	418,5	25
2	449	12
3	409	44
4	494	16
5	445	22
6	375,5	47

7.2.3.2.4 Оценка внутрилабораторной прецизионности

Расхождения, приведенные в таблице 10, сопоставляются со стандартным отклонением повторяемости (сходимости) в соответствии с неравенством

$$\frac{(y_{i1} - y_{i2})^2}{2\sigma_r^2} \leq \chi_{(1-\alpha)(v)}^2,$$

в котором при $\alpha = 0,05$ и $v = 1$ значение $\chi_{0,95}^2(1) = 3,841$.

В лаборатории № 6 было обнаружено отклонение:

$(y_{6;1} - y_{6;2})^2 = 2\,209$; так что значение в левой части формулы равно 4,31.

7.2.3.2.5 Оценка систематической погрешности

Формула (4) для критерия приемлемости систематической погрешности дает в результате

$$|\bar{y} - 425| < 44,59.$$

Для лаборатории № 4 полученное значение в левой части составляет

$$|\bar{y}_4 - 425| = 69.$$

Для лаборатории № 6 полученное значение в левой части составляет

$$|\bar{y}_6 - 425| = 50,5.$$

Отсюда следует, что обе лаборатории имеют неудовлетворительную систематическую погрешность при измерении содержания цемента в бетоне.

7.2.4 Метод измерений, для которого нет стандартных образцов

7.2.4.1 Когда не существует стандартных образцов, оценка деятельности лаборатории должна производиться посредством сопоставления с лабораторией высокого рейтинга. Чтобы сделать обоснованный вывод относительно новой лаборатории, необходимо найти лабораторию, работающую с хорошей прецизионностью и малой систематической погрешностью при реализации конкретного метода измерений.

Как и в случае со стандартными образцами, иногда бывает уместным ввести поддающуюся обнаружению разность λ между систематическими погрешностями результатов двух лабораторий при реализации одного и того же метода измерений. Она определяется как минимальное значение разности между ожидаемыми значениями результатов, полученными двумя лабораториями, которое экспериментатор стремится выявить с высокой вероятностью.

7.2.4.2 Испытуемые материалы направляют в обе лаборатории, как описано в 7.2.3.1.2, и подобным же образом в каждой лаборатории оценивают внутрилабораторную прецизионность.

Предпочтительно, чтобы эти лаборатории выполнили одинаковое количество (n) измерений на каждом уровне.

7.2.4.3 При оценке систематической погрешности метода измерений δ , средние арифметические значения на каждом уровне по двум лабораториям сравнивают друг с другом. Пусть n_1 — число результатов измерений от первой лаборатории и n_2 — число результатов измерений от второй лаборатории.

Поскольку

$$s^2_{(\bar{y}(1) - \bar{y}(2))} = 2\sigma_L^2 + \sigma_r^2 \left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right) = 2 \left[\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2} \right) \right], \quad (6)$$

критерий приемлемости значения систематической погрешности имеет следующий вид

$$|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| \leq 2\sqrt{2} \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \left[1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2} \right]}. \quad (7)$$

Критерий приемлемости (7) должен действовать на каждом из q уровней.

При $n_1 = n_2 = 2$ критерий (7) принимает вид

$$|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| \leq 2\sqrt{2} \sqrt{\sigma_R^2 - \frac{\sigma_r^2}{2}}. \quad (8)$$

7.3 Текущая оценка ранее признанных компетентными лабораторий

7.3.1 Общие соображения о постоянных контрольных экспериментах

Чтобы гарантировать, что признанная компетентной лаборатория продолжает функционировать удовлетворительно, необходима постоянная оценка, и она должна осуществляться либо путем инспекционных посещений лаборатории, либо путем участия ее в оценочных экспериментах. Не существует никакого жесткого и твердого правила для того, чтобы сказать, насколько часто должна осуществляться такая оценка, так как различные факторы оказывают влияние на такое решение, например технические, экономические и факторы безопасности. Решение должно приниматься ответственной инстанцией в зависимости от обстоятельств.

Постоянная оценка часто становится причиной возникновения ситуации, при которой большое количество лабораторий должно оцениваться одновременно. В данной ситуации сопоставление с лабораторией высокого рейтинга не рекомендуется, так как даже наилучшая лаборатория должна быть подвергнута проверке. В этом случае необходимо проводить совместный оценочный эксперимент.

7.3.2 Оценка практической деятельности лабораторий

Практическая деятельность лабораторий оценивается путем инспекционных посещений, как описано в 7.2.1.

7.3.3 Метод измерений с использованием стандартных образцов

Метод, описанный в ГОСТ Р ИСО 5725-4, при постоянной оценке деятельности лаборатории может быть соответствующим образом использован.

7.3.4 Метод измерений, для которого нет стандартных образцов

7.3.4.1 Общие положения

7.3.4.1.1 В случае отсутствия стандартных образцов оценка каждой лаборатории основывается на совместном оценочном эксперименте при участии нескольких лабораторий.

Планирование оценочного эксперимента очень сходно с планированием эксперимента по оценке прецизионности; поэтому здесь применимы многие соображения, изложенные в частях 1 и 2 ГОСТ Р ИСО 5725. Целью является оценка каждой лаборатории, поэтому выбор количества повторяющихся измерений на каждом уровне подобен ситуации с одной лабораторией, описанной в 7.2.2.

Поскольку целью является оценочный эксперимент, участвовать может меньшее количество лабораторий, чем в эксперименте по оценке прецизионности. Например, этот эксперимент может выполняться только для национальных участников (лабораторий стран-организаторов). Особенно важно, что снижение количества не уменьшает систематического отклонения между лабораториями. При таком уменьшении повысился бы риск невозможности обнаружить выпадающую лабораторию.

7.3.4.1.2 После рассмотрения вопросов, упомянутых в 7.2.2, испытуемый материал рассылают p лабораториям с q уровнями, и на каждом уровне осуществляют по n измерений. При оценке результатов следует пользоваться методами, представленными в разделе 7 ГОСТ Р ИСО 5725-2. Так как возможно отсутствие или получение дополнительных результатов измерений, в базовых элементах может оказаться их различное количество.

Внутреннюю прецизионность оценивают для каждой лаборатории, как изложено в разделе 6 настоящей части ГОСТ Р ИСО 5725.

7.3.4.1.3 С целью суммарной оценки систематических погрешностей на каждом уровне рассчитывают дисперсию воспроизводимости (см. 7.5 ГОСТ Р ИСО 5725-2)

$$s_R^2 = s_L^2 + s_r^2, \quad (9)$$

где

$$s_L^2 = \left\{ \frac{1}{p-1} \left[\sum_{i=1}^p n_i (\bar{y}_i - \bar{\bar{y}})^2 \right] - s_r^2 \right\} / \bar{\bar{n}}; \quad (10)$$

и

$$\bar{\bar{n}} = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p n_i. \quad (11)$$

Межлабораторную дисперсию s_L^2 сравнивают с известной межлабораторной дисперсией σ_L^2 с точки зрения соответствия критерию, описываемому неравенством

$$\frac{\bar{\bar{n}} s_L^2 + s_r^2}{\bar{\bar{n}} \sigma_L^2 + \sigma_r^2} \leq \frac{\chi_{(1-\alpha)(v)}^2}{v}, \quad (12)$$

в котором $\chi_{(1-\alpha)(v)}^2$ — это $(1-\alpha)$ -квантиль χ^2 -распределения с $v = p - 1$ степенями свободы. При отсутствии других указаний уровень значимости α предполагается равным 0,05.

Если неравенство (12) выполняется, то межлабораторная дисперсия s_L^2 является приемлемой, и можно сделать вывод, что всеми лабораториями на рассматриваемом уровне были получены достаточно точные результаты.

Если неравенство (12) не выполняется, то путем вычисления значений статистики Граббса находят наиболее отклоняющееся наблюдение (выброс), после чего результаты соответствующей лаборатории исключают и дисперсии оценивают снова для оставшихся $(p - 1)$ лабораторий. Если при этом скорректированная дисперсия удовлетворяет критерию (12), то $(p - 1)$ лабораторий признают прошедшими проверку удачно или снова рассчитывают значения статистик Граббса, и процедуру повторяют, в случае необходимости, несколько раз. Как было упомянуто в ГОСТ Р ИСО 5725-2, критерий Граббса неудобен для повторных применений, так как большое количество выбросов может привести к инспектированию всех данных на всех уровнях. Если одни и те же лаборатории характеризуются отклонениями на нескольких уровнях, то можно сделать вывод, что данные лаборатории работают с систематической погрешностью, которая чересчур высока. Если отклонения отмечены только на одном уровне, это является достаточным основанием для того, чтобы исследовать испытуемый материал на предмет его неоднородности. Если отклонения имеют место на различных уровнях в различных лабораториях, то отклонения, возможно, являются следствием несовершенства самого оценочного эксперимента. В таком случае необходимо критически проверить каждую отдельную часть оценочного эксперимента, чтобы по возможности найти объяснения.

Лаборатория, которая оказалась источником выбросов (независимо от того, идет ли речь о внутренней прецизионности или систематической погрешности), должна быть проинформирована о результатах экспериментов, и с целью улучшения практической деятельности лаборатории необходимо рассмотреть методологию ее работы.

7.3.4.1.4 В последовательных оценочных экспериментах должны использоваться различные испытуемые материалы с тем, чтобы лаборатории при работе с одним специфическим материалом не впадали в искушение демонстрировать чрезвычайно высокую прецизионность. Более того, как указано в 7.2.2, материал должен отправляться анонимно, чтобы гарантировать, что измерения выполняют в лаборатории как обычно.

Если оценочный эксперимент дает результаты, существенно отличающиеся от результатов более ранних экспериментов, то чтобы найти возможные объяснения данным непредвиденным наблюдениям, необходимо подвергнуть анализу всю доступную информацию.

7.3.4.2 Пример. Анализ щелочности воды

7.3.4.2.1 Основные положения

При контроле качества воды химические анализы выполняют во многих лабораториях. Чтобы быть признанными, деятельность таких лабораторий должна быть неоднократно проверена. В настоящем примере рассматривают определение общей щелочности воды методом потенциометрического титрования. Для этой задачи не существует стандартных образцов, поэтому оценка была проведена с применением оценочного эксперимента.

В проведенном эксперименте принимали участие 18 лабораторий, при этом рассматривалось два уровня, и по два параллельных определения выполнялось на каждом уровне в каждой лаборатории.

7.3.4.2.2 Исходные данные

См. таблицу 11.

Таблица 11 — Щелочность воды

Номер лаборатории	Уровень		Номер лаборатории	Уровень	
	1	2		1	2
1	2,040	5,250	10	2,170	5,520
	2,040	5,300		2,200	5,330
2	2,100	5,460	11	1,980	4,990
	2,110	5,460		1,940	5,020
3	2,070	5,240	12	2,120	5,340
	2,070	5,200		2,110	5,330
4	2,070	5,308	13	2,160	5,330
	2,090	5,292		2,150	5,420
5	2,740	5,850	14	2,050	5,330
	2,610	5,850		2,070	5,330
6	2,086	5,305	15	2,070	5,387
	2,182	5,325		2,056	5,335
7	2,128	5,296	16	2,010	5,210
	2,076	5,346		2,030	5,330
8	2,060	5,340	17	2,066	5,300
	2,080	5,340		2,070	5,280
9	2,060	5,310	18	2,060	5,300
	2,080	5,300		2,070	5,280

7.3.4.2.3 Расчет средних значений и расхождений в базовых элементах

Средние значения в базовых элементах представлены в таблице 12, а расхождения — в таблице 13.

Таблица 12 — Средние значения в базовых элементах по данным таблицы 11

Номер лаборатории	Уровень		Номер лаборатории	Уровень	
	1	2		1	2
1	2,040	5,275	10	2,185	5,425
2	2,105	5,460	11	1,960	5,005
3	2,070	5,220	12	2,115	5,335
4	2,080	5,300	13	2,155	5,375
5	2,675	5,850	14	2,060	5,330
6	2,134	5,315	15	2,063	5,361
7	2,102	5,321	16	2,020	5,270
8	2,070	5,340	17	2,068	5,290
9	2,070	5,305	18	2,065	5,290

Таблица 13 — Расхождения в базовых элементах по данным таблицы 11

Лаборатория	Уровень		Лаборатория	Уровень	
	1	2		1	2
1	0,000	0,050	10	0,030	0,190
2	0,010	0,000	11	0,040	0,030
3	0,000	0,040	12	0,010	0,010
4	0,020	0,016	13	0,010	0,090
5	0,130	0,000	14	0,020	0,000
6	0,096	0,020	15	0,014	0,052
7	0,052	0,050	16	0,020	0,120
8	0,020	0,000	17	0,004	0,020
9	0,020	0,010	18	0,010	0,020

Предварительно установленные значения стандартных отклонений повторяемости (сходимости) и воспроизводимости на двух уровнях составляют:

$$\sigma_{r1} = 0,023, \quad \sigma_{r2} = 0,027,$$

$$\sigma_{R1} = 0,045, \quad \sigma_{R2} = 0,052.$$

7.3.4.2.4 Оценка внутренней прецизионности

Расхождения w_{ij} , приведенные в таблице 13, сравнивают со стандартным отклонением повторяемости с использованием формулы

$$w_{ij}^2 / 2\sigma_{rj}^2 < \chi_{(1-\alpha)(v)}^2 / v.$$

При $\alpha = 0,05$ и $v = 1$ значение $\chi_{0,95(v)}^2 / v = 3,841$.

Для уровня 1 отклонения обнаружены в следующих лабораториях:

- лаборатория № 5: $w^2 = 0,016 \cdot 9$, полученное значение равно 15,974 (левая часть неравенства);
- лаборатория № 6: $w^2 = 0,009 \cdot 216$, полученное значение равно 8,711.

Для уровня 2 отклонения обнаружены в следующих лабораториях:

- лаборатория № 10: $w^2 = 0,036 \cdot 1$, полученное значение равно 24,76;
- лаборатория № 13: $w^2 = 0,008 \cdot 1$, полученное значение равно 5,55;
- лаборатория № 16: $w^2 = 0,014 \cdot 4$, полученное значение равно 9,88.

7.3.4.2.5 Оценка систематической погрешности

В соответствии с 7.3.4.1.3 сначала для проверки выполнения неравенства (12) на основании данных таблицы 12 рассчитывают оценку межлабораторной дисперсии по формуле

$$s^2 = \frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p n_i (\bar{y}_i - \bar{y})^2 = \bar{n} s_L^2 + s_r^2.$$

Для уровня 1 s^2 составляет 0,044 36, а значение

$$n\sigma_L^2 + \sigma_r^2 = n\sigma_R^2 - (n-1)\sigma_r^2 = 0,003 521,$$

так что значение в левой части неравенства (12) равно 12,60.

В то же время при $\alpha = 0,05$ и $v = 17$ значение $\chi_{(1-\alpha)(v)}^2 / v = 1,623$, то есть неравенство не выполняется.

Наиболее резко отклоняющееся среднее значение в таблице 12 относится к лаборатории № 5. Значение статистики Граббса для лаборатории № 5 составляет

$$G = (2,675 - 2,113 \cdot 2) / 0,148 \cdot 9 = 3,77$$

и превышает оба критических значения, приведенные в разделе 9 ГОСТ Р ИСО 5725-2 (для $p = 18$, это значение равно 2,651), являясь, таким образом, выбросом.

После изъятия результатов лаборатории № 5 расчеты дают следующие результаты:

$$s^2 = 0,005 357,$$

сравниваемое значение равно 1,521.

При $\alpha = 0,05$ и $\nu = 16$ значение $\chi^2_{(1-\alpha)(\nu)}/\nu = 1,644$, так что неравенство (12) теперь удовлетворяется.

Приведенные выше данные свидетельствуют о том, что всеми лабораториями, кроме лаборатории № 5, на уровне 1 были получены достаточно точные результаты.

Для уровня 2 найдены следующие результаты:

$$n\sigma_L^2 + \sigma_r^2 = 0,004679,$$

$$s^2 = 0,05034,$$

сравниваемое значение, равное 10,758.

При $\alpha = 0,05$ и $\nu = 17$ значение $\chi^2_{(1-\alpha)(\nu)}/\nu = 1,623$.

Наиболее отклоняющееся среднее значение снова обнаружено для лаборатории № 5.

Значение статистики Граббса для лаборатории № 5 составляет:

$$G = (5,85 - 5,3370)/0,1586 = 3,235$$

и превышает критические значения (2,651) для $p = 18$.

После изъятия результатов лаборатории № 5 расчеты дают следующие результаты:

$$s^2 = 0,01867,$$

сравниваемое значение равно 3,990.

При $\alpha = 0,05$ и $\nu = 16$ значение $\chi^2_{(1-\alpha)(\nu)}/\nu = 1,644$.

Наиболее отклоняющееся среднее значение (теперь минимальное) обнаружено для лаборатории № 11.

Значение статистики Граббса для лаборатории № 11 составляет

$$G = (5,005 - 5,3069)/0,09661 = -3,125.$$

Критические значения на уровнях значимости 1 % и 5 % для $p = 17$ составляют соответственно 2,894 и 2,620.

После изъятия результатов лаборатории № 11 расчеты дают следующие результаты:

$$s^2 = 0,00700,$$

сравниваемое значение равно 1,496.

При $\alpha = 0,05$ и $\nu = 15$ значение $\chi^2_{(1-\alpha)(\nu)}/\nu = 1,666$, т.е. неравенство (12) выполняется.

Это означает, что всеми лабораториями, кроме лабораторий № 5 и № 11, на уровне 2 были получены достаточно точные результаты.

7.3.4.2.6 Выводы

Оценочный эксперимент показал, что несколько лабораторий работают с неудовлетворительной внутренней прецизионностью. Это лаборатории № 5, № 6, № 10, № 13 и № 16. Кроме того, две лаборатории (№ 5 и № 11) показали существенную систематическую погрешность на одном или обоих уровнях.

Все лаборатории, в которых выявлены отклонения, должны быть проинформированы о результате.

8 Сопоставление альтернативных методов измерений

8.1 Источники причин появления альтернативных методов измерений

Принятый на международном уровне стандартный метод представляет собой метод измерений, который был стандартизован с целью удовлетворения разнообразных требований. Среди этих требований существенны следующие.

а) Метод должен быть применим к широкому диапазону уровней измеряемых характеристик с тем, чтобы охватить большинство материалов, являющихся предметом международной торговли. Например, метод определения общего содержания железа в железных рудах должен быть применим к возможно большему спектру железных руд, находящихся в международном товарообороте.

б) Оборудование, реагенты и персонал должны иметь международный уровень.

в) Стоимость выполнения измерений должна быть приемлемой.

г) Прецизионность и правильность метода измерений должны быть приемлемыми для пользователей его результатами.

Стандартные методы, как правило, это компромиссы, которые иногда могут быть чрезмерными для применения в повседневной работе. Отдельная лаборатория может принять решение, что для ее собственных нужд достаточен более простой метод. Например, если большинство материалов, подлежащих измерениям в лаборатории, поступает из одного и того же источника, а различия в их характеристиках относительно невелики, достаточным может оказаться более простой и менее дорогостоящий метод.

Некоторым методам измерений может быть отдано предпочтение в определенных регионах по историческим причинам. В данном случае подходящим может оказаться альтернативный международный стандартный метод.

Сопоставление, описываемое в настоящем разделе, основывается на результатах, полученных от одной испытуемой пробы (образца). При этом настоятельно рекомендуется, чтобы для сравнения прецизионности и правильности двух методов измерений использовалось более одной пробы. Количество требуемых проб для испытаний зависит от различных факторов, таких как диапазон измеряемой характеристики, определяющий необходимое число уровней, чувствительность методов измерений к изменениям в составе проб и т.д.

8.2 Цель сопоставления методов измерений

8.2.1 В разделе 8 описывается процедура сопоставления прецизионности и правильности двух методов измерений, когда один из них (метод А) является либо международным стандартным методом, либо первым кандидатом на принятие в качестве международного стандартного метода. Процедура обеспечивает доказательство, имеют или нет два метода различную прецизионность и/или правильность, не давая рекомендаций по выбору того или иного метода для конкретного применения. Решение по данному вопросу должно приниматься в сочетании с другими факторами, например стоимостью, наличием оборудования и т. д.

8.2.2 Подраздел 8.2 в первую очередь предполагает следующие применения.

а) При разработке международного стандартного метода технический комитет иногда сталкивается с проблемой выбора из методов-кандидатов наиболее подходящего для принятия в качестве международного стандарта. Среди критериев, обосновывающих этот выбор, фигурируют прецизионность и правильность.

б) Иногда разработка альтернативного стандартного метода оказывается необходимой. Кандидат в такие методы должен быть таким же точным, как и первый метод. Описываемая процедура поможет определить, удовлетворяет ли метод-кандидат предъявляемым требованиям.

с) Для некоторых лабораторий большинство проб, подлежащих измерениям, поступают из одного и того же источника. Данные пробы имеют, как правило, почти одинаковый состав. В такой ситуации повседневное применение международного стандартного метода может быть излишне дорогостоящим. Для лаборатории может оказаться желательным принятие более простого метода для повседневного применения (для выполнения рутинных анализов). Этот метод должен обеспечивать получение результатов измерений, правильность и прецизионность которых должны соответствовать существующему международному стандартному методу.

8.3 Метод В, предлагаемый в качестве альтернативного стандартному методу измерений

Методы А и В должны сопоставляться на основании результатов экспериментов по оценке прецизионности. Если метод А является хорошо обоснованным стандартным методом, то его прецизионность может быть использована как основа для сравнения. Если метод А сам по себе все еще находится в стадии разработки в качестве стандартного метода, то он тоже должен быть подвергнут эксперименту по оценке прецизионности. Оба эксперимента по оценке прецизионности должны проводиться в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-2.

Задачами эксперимента являются следующие:

а) Определить, является ли прецизионность метода В такой же, как метода А. Результаты эксперимента должны позволить обнаружить, превышает или нет заданное значение отношение показателей прецизионности методов В и А.

б) Определить, является ли правильность метода В такой же, как и метода А. Результаты эксперимента должны показать, что в статистическом отношении незначима:

- либо разница между общими средними значениями результатов экспериментов по оценке прецизионности при использовании идентичных образцов (проб) для обоих методов,

- либо разница между аттестованным значением стандартного образца и общим средним значением результатов измерений стандартного образца, полученных для метода В в эксперименте по оценке прецизионности, используя аттестованный стандартный образец в качестве испытуемой пробы.

Кроме того, должна существовать возможность определить, превышает ли заданную величину разность либо между ожидаемыми значениями результатов двух методов, либо между ожидаемыми значениями результатов каждого метода и аттестованным значением.

8.4 Эксперимент по оценке точности

8.4.1 Основные требования

Эксперимент по оценке точности должен проводиться в соответствии с общими правилами, изложенными в ГОСТ Р ИСО 5725-1.

Процедуры выполнения измерений для обоих методов должны быть документально оформлены в существенных деталях, чтобы избежать неправильного их толкования лабораториями-участниками. В ходе выполнения эксперимента не допускаются какие-либо видоизменения его процедуры.

Участвующие в эксперименте лаборатории должны образовывать представительную выборку из числа потенциальных пользователей метода.

8.4.2 Пробы для испытаний

На прецизионность многих методов измерений оказывает влияние матрица образцов для испытаний, равно как и уровень измеряемой характеристики. Для таких методов сопоставление прецизионности лучше всего проводить на идентичных испытуемых пробах. Более того, сопоставление правильности методов можно осуществлять только при использовании идентичных проб. По этой причине связь между рабочими группами, проводящими эксперименты по оценке точности каждого метода, должна достигаться путем назначения общего ответственного исполнителя.

Основное требование к пробе для испытаний заключается в том, что она должна быть гомогенной, то есть каждая лаборатория должна использовать идентичные образцы для испытаний. Если имеются предположения, что образец может быть внутри неоднородным, в документ должны быть включены четкие указания по отбору и подготовке проб для испытаний. Определенные преимущества дает использование стандартных образцов (СО) в качестве нескольких проб для испытаний. Гомогенность СО гарантируется, и результаты измерений этим методом могут исследоваться на предмет установления систематической погрешности по отношению к аттестованному значению СО. Недостатком, как правило, является высокая стоимость СО. Во многих случаях это можно преодолеть путем перераспределения экземпляров СО. Что касается методики использования СО в качестве проб для испытаний — см. ИСО Руководство 33 [7].

8.4.3 Количество проб для испытаний

Количество испытуемых проб определяется диапазоном измеряемой характеристики, а также обусловлено зависимостью точности измерений от уровня. Во многих случаях количество испытуемых проб ограничивается предусмотренным объемом работы и наличием пробы для испытаний на требуемом уровне.

8.4.4 Количество лабораторий и количество измерений

8.4.4.1 Общие сведения

Количество лабораторий и количество измерений из расчета на лабораторию, необходимые для выполнения программы межлабораторного эксперимента применительно к обоим методам, зависят от:

а) прецизионности двух методов;
 б) поддающегося обнаружению соотношения ρ или ϕ между показателями прецизионности двух методов; это минимальное отношение показателей прецизионности, которое экспериментатор должен стремиться выявить с высокой вероятностью на основании результатов экспериментов с использованием двух методов; прецизионность может быть представлена либо в виде стандартного отклонения повторяемости (и тогда соотношение выражается через ρ), либо в виде квадратного корня из средних квадратов показателей межлабораторной воспроизводимости (и тогда соотношение выражается через ϕ);

с) поддающейся обнаружению разности λ между систематическими погрешностями двух методов (это минимальное значение разности между ожидаемыми значениями результатов, получаемых двумя методами на идентичных образцах).

Рекомендуется, чтобы для сравнения оценок прецизионности использовался уровень значимости, равный $\alpha = 0,05$, и чтобы вероятность необнаружения выбранного минимального соотношения стандартных отклонений, или минимальной разности λ между систематическими погрешностями методов была равна $\beta = 0,05$.

При данных значениях α и β для определения разности λ может быть использована следующая формула

$$\lambda = 4 \sqrt{(\sigma_{L_A}^2 + \sigma_{r_A}^2/n_A)/p_A + (\sigma_{L_B}^2 + \sigma_{r_B}^2/n_B)/p_B}, \quad (13)$$

где A и B — подстрочные индексы, относящиеся к методам A и B соответственно;

σ_{L}^2 — межлабораторная дисперсия, учитывающая различия между операторами и оборудованием;

σ_{r}^2 — дисперсия повторяемости (оценивается средним арифметическим значением внутрилабораторных дисперсий);

n — количество результатов измерений, полученных в одной лаборатории на одном уровне;

p — количество лабораторий, участвующих в межлабораторном эксперименте.

В большинстве случаев прецизионность метода B неизвестна. Тогда в качестве заменяющей величины следует использовать прецизионность метода A , что даст

$$\lambda = 4 \sqrt{(\sigma_{L_A}^2 + \sigma_{r_A}^2/n_A)/p_A + (\sigma_{L_A}^2 + \sigma_{r_A}^2/n_B)/p_B}. \quad (14)$$

Экспериментатор должен подставлять в уравнения (13) или (14) значения n_A , n_B , p_A и p_B до тех пор, пока не будут найдены значения, которые достаточны для подтверждения необходимого значения λ . Следует принять во внимание значения этих параметров при постановке адекватного эксперимента с целью сравнения оценок прецизионности.

В таблице 14 представлены минимальные отношения стандартных отклонений для заданных выше значений α и β в зависимости от числа степеней свободы ν_A и ν_B .

Для стандартных отклонений повторяемости

$$\nu_A = p_A(n_A - 1) \text{ и } \nu_B = p_B(n_B - 1).$$

Для межлабораторных средних квадратов

$$\nu_A = p_A - 1 \text{ и } \nu_B = p_B - 1.$$

Если прецизионность одного из методов хорошо обоснована, следует считать, что число степеней свободы в таблице 14 равно 200.

8.4.4.2 Пример. Определение содержания железа в железных рудах

8.4.4.2.1 Общие положения

Рассматривают два аналитических метода определения суммарного содержания железа в железных рудах. Предполагается, что они характеризуются одинаковой прецизионностью:

$$\begin{aligned} \sigma_{rA} &= \sigma_{rB} = 0,1\% \text{ Fe} \\ \sigma_{LA} &= \sigma_{LB} = 0,2\% \text{ Fe}. \end{aligned}$$

8.4.4.2.2 Требования

$$\lambda = 0,4\% \text{ Fe}$$

$$\rho = \varphi = 4.$$

Минимальное количество лабораторий, необходимых для каждой программы межлабораторного эксперимента, рассчитывают в предположении, что число лабораторий и параллельных определений одинаково

$$p_A = p_B \text{ и } n_A = n_B = 2.$$

а) Исходя из требований к правильности при $\lambda = 0,4\% \text{ Fe}$ и $n = 2$ формула (14) имеет вид

$$0,4 = 4 \sqrt{(0,2^2 + 0,1^2/2)/p_A + (0,2^2 + 0,1^2/2)/p_B}.$$

Отсюда

$$p_A = p_B = 9.$$

б) Исходя из требований к соотношению показателей прецизионности двух методов следует, что при $\rho = 4$ или $\varphi = 4$ из таблицы 14 получается

$$\nu_A = \nu_B = 9.$$

Для сравнения стандартных отклонений повторяемости

$$\nu_A = p_A \text{ и } \nu_B = p_B, \text{ поэтому } p_A = p_B = 9.$$

Для сравнения межлабораторных средних квадратов

$$\nu_A = p_A - 1 \text{ и } \nu_B = p_B - 1, \text{ поэтому } p_A = p_B = 10.$$

8.4.4.2.3 Выводы

Минимальное количество лабораторий-участниц, необходимое для выполнения каждого межлабораторного эксперимента, равно 10.

8.4.5 Распределение проб для испытаний

Ответственный исполнитель по межлабораторной программе испытаний должен взять на себя функцию организации получения, приготовления и распределения проб (образцов) для испытаний. Необходимо обеспечить получение проб лабораториями-участницами в хорошем состоянии и четко идентифицированными. Лаборатории-участницы должны быть проинструктированы относительно того, что анализ проб должен выполняться на одной и той же (например, на сухой) основе (например, проба высушивается перед взвешиванием при температуре 105 °С в течение x часов).

8.4.6 Лаборатория, принимающая участие в эксперименте

Лаборатория, принимающая участие в эксперименте, должна назначить из своего состава сотрудника, ответственного за соблюдение указаний координатора. Сотрудник должен быть квалифицированным аналитиком. Чтобы предотвратить получение неправдоподобно низкой оценки стандартного отклонения метода, необходимо избегать назначения в качестве ответственного наиболее квалифицированных сотрудников (например, исследовательского персонала или «лучшего» оператора). Назначенный сотрудник должен выполнить требуемое количество измерений в условиях повторяемости. Лаборатория несет ответственность за сообщение результатов измерений координатору в течение установленного периода времени.

Таблица 14 — Значения ρ (v_A, v_B, α, β) или ϕ (v_A, v_B, α, β) для $\alpha = 0,05$ и $\beta = 0,05$

v_B	v_A																	
	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	25	50	200
6	5,82	5,40	5,10	4,88	4,72	4,58	4,47	4,38	4,31	4,24	4,19	4,14	4,09	4,06	4,02	3,89	3,65	3,47
7	5,40	4,99	4,71	4,50	4,34	4,21	4,10	4,01	3,94	3,88	3,82	3,78	3,74	3,70	3,67	3,54	3,30	3,13
8	5,10	4,71	4,43	4,23	4,07	3,94	3,84	3,76	3,68	3,62	3,57	3,52	3,48	3,45	3,41	3,29	3,06	2,89
9	4,88	4,50	4,23	4,03	3,87	3,75	3,65	3,56	3,49	3,43	3,38	3,33	3,29	3,26	3,23	3,11	2,88	2,71
10	4,72	4,34	4,07	3,87	3,72	3,59	3,50	3,41	3,34	3,28	3,23	3,19	3,15	3,11	3,08	2,96	2,73	2,57
11	4,58	4,21	3,94	3,75	3,59	3,47	3,38	3,29	3,22	3,16	3,11	3,07	3,03	2,99	2,96	2,85	2,62	2,45
12	4,47	4,10	3,84	3,65	3,50	3,38	3,28	3,20	3,13	3,07	3,02	2,97	2,93	2,90	2,87	2,75	2,52	2,36
13	4,38	4,01	3,76	3,56	3,41	3,29	3,20	3,12	3,05	2,99	2,94	2,89	2,85	2,82	2,79	2,67	2,44	2,28
14	4,31	3,94	3,68	3,49	3,34	3,22	3,13	3,05	2,98	2,92	2,87	2,83	2,79	2,75	2,72	2,60	2,38	2,21
15	4,24	3,88	3,62	3,43	3,28	3,16	3,07	2,99	2,92	2,86	2,81	2,77	2,73	2,69	2,66	2,55	2,32	2,15
16	4,19	3,82	3,57	3,38	3,23	3,11	3,02	2,94	2,87	2,81	2,76	2,72	2,68	2,64	2,61	2,50	2,27	2,10
17	4,14	3,78	3,52	3,33	3,19	3,07	2,97	2,89	2,83	2,77	2,72	2,67	2,63	2,60	2,57	2,45	2,22	2,05
18	4,09	3,74	3,48	3,29	3,15	3,03	2,93	2,85	2,79	2,73	2,68	2,63	2,60	2,56	2,53	2,41	2,18	2,01
19	4,06	3,70	3,45	3,26	3,11	2,99	2,90	2,82	2,75	2,69	2,64	2,60	2,56	2,53	2,50	2,38	2,15	1,98
20	4,02	3,67	3,41	3,23	3,08	2,96	2,87	2,79	2,72	2,66	2,61	2,57	2,53	2,50	2,46	2,35	2,12	1,95
25	3,89	3,54	3,29	3,11	2,96	2,85	2,75	2,67	2,60	2,55	2,50	2,45	2,41	2,38	2,35	2,23	2,00	1,82
50	3,65	3,30	3,06	2,88	2,73	2,62	2,52	2,44	2,38	2,32	2,27	2,22	2,18	2,15	2,12	2,00	1,75	1,56
200	3,47	3,13	2,89	2,71	2,57	2,45	2,36	2,28	2,21	2,15	2,10	2,05	2,01	1,98	1,95	1,82	1,56	1,32

Примечания

1 $\rho = \frac{\sigma_{rB}}{\sigma_{rA}}; v_A = p_A(n_A - 1); v_B = p_B(n_B - 1).$

2 $\phi = \sqrt{\frac{n_B \sigma_{LB}^2 + \sigma_{rB}^2}{n_A \sigma_{LA}^2 + \sigma_{rA}^2}}; v_A = p_A - 1; v_B = p_B - 1.$

8.4.7 Сбор результатов измерений

Координатор программы выполнения измерений по каждому из методов организует сбор всех результатов в пределах приемлемого периода времени.

В обязанности координатора входит тщательное и критическое изучение результатов на предмет физических отклонений. Речь идет о результатах, которые вследствие объяснимых физических причин не принадлежат к тому же множеству, что и другие результаты измерений.

8.4.8 Оценка результатов измерений

Результаты измерений должны быть оценены квалифицированным специалистом по статистике, пользующимся процедурами, регламентированными в ГОСТ Р ИСО 5725-2.

Для каждой испытуемой пробы должны быть рассчитаны следующие величины:

s_{rA} — оценка стандартного отклонения повторяемости для метода А;

s_{rB} — оценка стандартного отклонения повторяемости для метода В;

s_{RA} — оценка стандартного отклонения воспроизводимости для метода А;

s_{RB} — оценка стандартного отклонения воспроизводимости для метода В;

\bar{y}_A — общее среднее значение для метода А;

\bar{y}_B — общее среднее значение для метода В.

8.4.9 Сравнение результатов для метода А и метода В

Результаты выполнения межлабораторных программ выполнения измерений сравнивают для каждого из уровней. Вполне возможно, что метод В будет иметь лучшую прецизионность и/или большую систематическую погрешность на более низких уровнях значений измеряемой характеристики, но худшую прецизионность и/или меньшую систематическую погрешность на более высоких уровнях (или наоборот).

8.4.9.1 Графическое представление необработанных данных эксперимента

Для каждого уровня желательно иметь графическое представление необработанных данных. Иногда расхождение между результатами двух методов, выраженными через прецизионность и/или систематическую погрешность, настолько очевидно, что дальнейшая статистическая оценка становится ненужной.

Желательно также иметь графическое представление прецизионности и общих средних значений для всех уровней.

8.4.9.2 Сравнение прецизионности

8.4.9.2.1 Метод А является установленным стандартным методом.

Прецизионность метода А установлена надежно.

а) Внутрिलाбораторная прецизионность

Если

$$\frac{s_{rB}^2}{\sigma_{rA}^2} \leq \frac{\chi_{(1-\alpha)}^2(v_{rB})}{v_{rB}},$$

то нет оснований считать, что внутрिलाбораторная прецизионность метода В хуже, чем метода А.

Если

$$\frac{s_{rB}^2}{\sigma_{rA}^2} > \frac{\chi_{(1-\alpha)}^2(v_{rB})}{v_{rB}}$$

имеется основание считать, что внутрिलाбораторная прецизионность метода В уступает прецизионности метода А.

Здесь $\chi_{(1-\alpha)}^2(v_{rB})$ представляет собой $(1-\alpha)$ -квантиль χ^2 -распределения с v_{rB} степенями свободы и

$$v_{rB} = p_B(n_B - 1).$$

б) Полная прецизионность

Если

$$\frac{s_{RB}^2 - (1 - 1/n_B)s_{rB}^2}{\sigma_{RA}^2 - (1 - 1/n_B)\sigma_{rA}^2} \leq \frac{\chi_{(1-\alpha)}^2(v_{LB})}{v_{LB}},$$

то нет оснований считать, что среднее квадратичное отклонение межлабораторной воспроизводимости для метода В хуже (больше), чем для метода А.

Если

$$\frac{s_{RB}^2 - (1 - 1/n_B)s_{rB}^2}{\sigma_{RA}^2 - (1 - 1/n_B)\sigma_{rA}^2} > \frac{\chi_{(1-\alpha)}^2(v_{LB})}{v_{LB}},$$

имеется основание считать, что среднее квадратичное отклонение воспроизводимости для метода В хуже, чем для метода А.

Здесь $\chi_{(1-\alpha)}^2(v_{LB})$ представляет собой $(1-\alpha)$ -квантиль χ^2 -распределения с v_{LB} степенями свободы и

$$v_{LB} = p_B - 1.$$

8.4.9.2.2 Оба метода претендуют (являются кандидатами) быть новыми стандартными методами.

а) **Внутрилабораторная прецизионность**

$$F_r = \frac{s_{rB}^2}{s_{rA}^2}.$$

Если

$$F_{\alpha/2}(v_{rA}, v_{rB}) \leq F_r \leq F_{(1-\alpha/2)}(v_{rA}, v_{rB}),$$

то нет оснований считать, что методы имеют различные значения внутрилабораторной прецизионности.

Если

$$F_r < F_{\alpha/2}(v_{rA}, v_{rB}),$$

то имеется основание считать, что метод В имеет лучшую внутрилабораторную прецизионность, чем метод А.

Если

$$F_r > F_{(1-\alpha/2)}(v_{rB}, v_{rA}),$$

имеется основание считать, что метод В имеет худшую внутрилабораторную прецизионность, чем метод А.

Здесь $F_{\alpha/2}(v_{rA}, v_{rB})$ и $F_{(1-\alpha/2)}(v_{rA}, v_{rB})$ представляют собой $\alpha/2$ - и $(1 - \alpha/2)$ -квантили F -распределения со степенями свободы числителя v_{rA} и знаменателя v_{rB} , причем

$$v_{rA} = p_A(n_A - 1),$$

$$v_{rB} = p_B(n_B - 1).$$

б) **Полная прецизионность**

$$F_R = \frac{s_{RB}^2 - (1 - 1/n_B)s_{rB}^2}{s_{RA}^2 - (1 - 1/n_A)s_{rA}^2}.$$

Если

$$F_{\alpha/2}(v_{RB}, v_{RA}) \leq F_R \leq F_{(1-\alpha/2)}(v_{RB}, v_{RA}),$$

то нет оснований считать, что методы имеют различные значения межлабораторной прецизионности.

Если

$$F_R < F_{\alpha/2}(v_{RB}, v_{RA}),$$

то имеется основание считать, что метод В имеет лучшую полную прецизионность, чем метод А.

Если

$$F_R > F_{(1-\alpha/2)}(v_{RB}, v_{RA}),$$

то имеется основание считать, что метод В имеет худшую полную прецизионность, чем метод А.

$F_{\alpha/2}(v_{RB}, v_{RA})$ и $F_{(1-\alpha/2)}(v_{RB}, v_{RA})$ представляют собой $\alpha/2$ - и $(1 - \alpha/2)$ -квантили F -распределения со степенями свободы числителя v_{RB} и знаменателя v_{RA} , при этом

$$v_{LA} = p_A - 1,$$

$$v_{LB} = p_B - 1.$$

Примечание 5 — Во многих таблицах приводятся лишь $(1 - \alpha/2)$ -квантили F -распределения. В данном случае для нахождения $\alpha/2$ -квантилей могут быть использованы следующие зависимости:

$$\begin{aligned} F_{\alpha/2}(v_{rB}, v_{rA}) &= 1/F_{(1-\alpha/2)}(v_{rA}, v_{rB}), \\ F_{\alpha/2}(v_{RB}, v_{RA}) &= 1/F_{(1-\alpha/2)}(v_{RA}, v_{RB}). \end{aligned}$$

8.4.9.3 *Сравнение правильности*

8.4.9.3.1 Сравнение среднего значения с аттестованным значением стандартного образца

Общее среднее значение результатов измерений, полученное каждым методом, может быть сравнено с аттестованным значением стандартного образца, используемого в качестве одной из испытываемых проб. При этом можно использовать следующую проверку:

а) если

$$|\mu - \bar{y}| \leq 2 \sqrt{[s_{RB}^2 - (1 - 1/n_B)s_{rB}^2]/p_B},$$

то разность между общим средним значением результатов, полученных данным методом, и аттестованным значением не является статистически значимой;

b) если

$$|\mu - \bar{y}| > 2 \sqrt{[s_{RB}^2 - (1 - 1/n_B)s_{rB}^2]/p_B},$$

то разность между общим средним значением результатов, полученных данным методом, и аттестованным значением является статистически значимой.

При этом существуют две возможности:

1) если

$$|\mu - \bar{y}| \leq \delta_m/2,$$

то нет оснований считать, что метод измерений имеет неприемлемую систематическую погрешность;

2) если

$$|\mu - \bar{y}| > \delta_m/2,$$

то имеется основание считать, что метод измерений имеет неприемлемую систематическую погрешность.

Здесь δ_m представляет собой минимальную разность между ожидаемым значением результатов, полученных данным методом, и аттестованным значением стандартного образца, которую экспериментатор стремится выявить с высокой вероятностью на основании результатов эксперимента.

8.4.9.3.2 Сравнение средних значений для методов А и В

a) Если

$$\left| \frac{\bar{y}_A - \bar{y}_B}{s} \right| \leq 2,0,$$

то разность между средними значениями для методов А и В не является статистически значимой.

b) Если

$$\left| \frac{\bar{y}_A - \bar{y}_B}{s} \right| > 2,0,$$

то разность между средними значениями для методов А и В является статистически значимой.

Здесь

$$s = \sqrt{s_A^2 + s_B^2},$$

$$s_A^2 = [s_{RA}^2 - (1 - 1/n_A)s_{rA}^2]/p_A,$$

$$s_B^2 = [s_{RB}^2 - (1 - 1/n_B)s_{rB}^2]/p_B.$$

При этом существуют две возможности:

1) если

$$|\bar{y}_A - \bar{y}_B| \leq \lambda/2,$$

то нет оснований считать, что разность между систематическими погрешностями двух методов является неприемлемой;

2) если

$$|\bar{y}_A - \bar{y}_B| > \lambda/2,$$

имеется основание считать, что разность между систематическими погрешностями двух методов является неприемлемой.

Здесь λ представляет собой поддающуюся обнаружению разность между систематическими погрешностями методов.

8.5 Метод В как кандидат в повседневно используемые (рутинные) методы

8.5.1 Параметры

Важными параметрами для повседневно используемого (рутинного) лабораторного метода являются стабильное в течение длительного времени среднее значение μ_t измеряемой характеристики, прецизионность в условиях повторяемости, выраженная через стандартное отклонение повто-

ряемости σ_p , и промежуточная прецизионность, выраженная через стандартное отклонение промежуточной прецизионности с изменяющимся фактором времени $\sigma_{I(T)}$.

Чтобы оценить данные параметры, лаборатория должна проводить квазимежлабораторную программу выполнения измерений, заменяя лаборатории, участвующие в эксперименте, «временем» (см. ГОСТ Р ИСО 5725-3). Математическая модель, используемая для представления данной квазимежлабораторной программы выполнения измерений, представляет собой ту же модель, которая используется для межлабораторной программы, только при условии замены подстрочного индекса L на T («лаборатории» на «время»). В данном случае вариация, обусловленная собственно изменяющимся фактором времени, включает в себя вариацию, обусловленную разнообразными изменениями, которые обычно имеют место в лаборатории, такими как калибровка оборудования, различие реагентов, участие в измерениях разных аналитиков, изменения условий окружающей среды и т.д. Таким образом, квазимежлабораторная программа, как правило, должна распространяться на период времени, охватывающий эти изменения. Процедуры сравнения прецизионности — те же, что в 8.4.9.2.

Систематическая погрешность может быть определена посредством применения в каждом методе аттестованного стандартного образца, где μ — принятое опорное значение аттестованной измеряемой характеристики стандартного образца.

8.5.2 Проверка стабильности систематической погрешности в течение длительного времени

Среднее арифметическое значение результатов измерений одной и той же измеряемой характеристики, полученных в течение длительного периода времени, рассчитывают по формуле

$$\bar{y} = \sum_{i=1}^{p_{TB}} \sum_{j=1}^{n_B} \frac{y_{ij}}{n_B p_{TB}},$$

где i и j — индексы, относящиеся соответственно к долгосрочным (в условиях промежуточной прецизионности) и краткосрочным (в условиях повторяемости) измерениям соответственно.

а) Если

$$|\bar{y} - \mu_t| \leq 2 \sqrt{\left(s_{TB}^2 + \frac{s_{TB}^2}{n_B}\right) p_{TB}},$$

то разность между средним значением \bar{y} результатов измерений одного и того же образца за длительный период времени и принятым опорным значением μ_t не является статистически значимой.

б) Если

$$|\bar{y} - \mu_t| > 2 \sqrt{\left(s_{TB}^2 + \frac{s_{TB}^2}{n_B}\right) p_{TB}},$$

то разность между средним значением \bar{y} результатов измерений одного и того же образца за длительный период времени и принятым опорным значением μ_t является статистически значимой.

При этом существуют две возможности:

1) если

$$|\bar{y} - \mu_t| \leq \delta_m/2,$$

то нет оснований полагать, что стабильность значения систематической погрешности метода является неприемлемой;

2) если

$$|\bar{y} - \mu_t| > \delta_m/2,$$

то есть основания полагать, что стабильность значения систематической погрешности метода является неприемлемой.

Здесь δ_m представляет собой стабильную в течение длительного периода времени, поддающуюся обнаружению разность, заданную экспериментатором.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Условные обозначения и сокращения, используемые в ГОСТ Р ИСО 5725

a	Отсекаемый на оси ординат отрезок в соотношении $s = a + bm$
A	Показатель, используемый для расчета неопределенности оценки
b	Угловой коэффициент прямой в соотношении $s = a + bm$
B	Лабораторная составляющая систематической погрешности измерений при реализации конкретного метода — разность между систематической погрешностью лаборатории при реализации конкретного метода измерений (конкретной МВИ) и систематической погрешностью метода измерений
B_0	Составляющая величины B , представляющая все факторы, которые не изменяются в условиях промежуточной прецизионности
$B_{(1)}, B_{(2)}$ и т.д.	Составляющие величины B , представляющие факторы, которые изменяются в условиях промежуточной прецизионности
c	Отсекаемый на оси ординат отрезок в соотношении $\lg s = c + d \lg m$
C, C', C''	Тестовые статистики
$C_{crit}, C'_{crit}, C''_{crit}$	Критические значения для статистик
CD_p	Критическая разность для вероятности P
CR_p	Критический диапазон для вероятности P
d	Угловой коэффициент прямой в соотношении $\lg s = c + d \lg m$
e	Составляющая результата измерений, представляющая случайную погрешность каждого результата измерений
f	Коэффициент критического диапазона
$F_p(v_1, v_2)$	p -квантиль F -распределения с v_1 и v_2 степенями свободы
G	Статистика Граббса
h	Статистика Мандела для межлабораторной совместимости
k	Статистика Мандела для внутрилабораторной совместимости
LCL	Нижний предел контроля (действия либо предупреждения)
m	Общее среднее значение измеряемой характеристики; уровень
M	Количество факторов, рассматриваемых в условиях промежуточной прецизионности
N	Количество повторений (итераций)
n	Количество результатов измерений, полученных в одной лаборатории на одном уровне (т.е. в пределах ячейки — базового элемента)
p	Количество лабораторий, участвующих в межлабораторном эксперименте
P	Вероятность
q	Количество уровней измеряемой характеристики в межлабораторном эксперименте
r	Предел повторяемости (сходимости)
R	Предел воспроизводимости
RM	Стандартный образец
s	Оценка стандартного (среднеквадратического) отклонения
\hat{s}	Прогнозируемое стандартное (среднеквадратическое) отклонение
T	Итог или сумма какого-либо выражения
t	Количество объектов испытаний или групп объектов
UCL	Верхний предел контроля (действия либо предупреждения)
W	Весовой коэффициент, используемый при расчете взвешенной регрессии
w	Диапазон изменения выборки результатов измерений
x	Заданная величина, используемая для критерия Граббса
y	Результат измерений (или результат испытаний)
\bar{y}	Среднее арифметическое значение результатов измерений (или результатов испытаний)
\bar{y}	Общее среднее значение результатов измерений (или результатов испытаний)
α	Уровень значимости
β	Вероятность ошибки второго рода
γ	Отношение стандартного отклонения воспроизводимости к стандартному отклонению повторяемости (сходимости) (σ_R/σ_r)

Δ	Систематическая погрешность лаборатории при реализации конкретного стандартного метода измерений (конкретной МВИ)
$\hat{\Delta}$	Оценка Δ
δ	Систематическая погрешность метода измерений
$\hat{\delta}$	Оценка δ
λ	Поддающаяся обнаружению разность между систематическими погрешностями двух лабораторий при реализации одного и того же метода измерений или систематическими погрешностями двух методов измерений (МВИ) одного и того же назначения на идентичных образцах
μ	Истинное или принятое опорное значение измеряемой величины (характеристики)
ν	Число степеней свободы
ρ	Поддающееся обнаружению соотношение между стандартными отклонениями повторяемости (сходимости) для методов В и А
σ	Истинное (действительное) значение стандартного отклонения
τ	Составляющая результата измерений, представляющая изменение, обусловленное временем, прошедшим с момента последней калибровки
φ	Поддающееся обнаружению соотношение между квадратными корнями из межлабораторных средних квадратов для методов В и А
$\chi_p^2(\nu)$	p -квантиль χ^2 -распределения с ν степенями свободы

Символы, используемые в качестве подстрочных индексов

C	Различие, определяемое калибровкой
E	Различие, определяемое оборудованием
<i>i</i>	Идентификатор для конкретной лаборатории
<i>I</i> ()	Идентификатор для промежуточных мер прецизионности; в скобках — идентификация типа промежуточной ситуации
<i>j</i>	Идентификатор для уровня (ГОСТ Р ИСО 5725-2)
	Идентификатор для группы испытаний или для фактора (ГОСТ Р ИСО 5725-3)
<i>k</i>	Идентификатор для конкретного результата испытаний в лаборатории <i>i</i> на уровне <i>j</i>
L	Межлабораторный
m	Идентификатор для поддающейся обнаружению систематической погрешности
M	Различие, обусловленное неидентичностью проб (образцов)
O	Различие, определяемое сменой оператора
P	Вероятность
r	Повторяемость
R	Воспроизводимость
T	Различие, обусловленное периодом (временем), в течение которого проводят измерения или оценочный эксперимент
W	Внутрилабораторный
1, 2, 3...	Для результатов измерений, нумеруемых в порядке их получения
(1), (2), (3)...	Для результатов измерений (или результатов испытаний), нумеруемых в порядке возрастания измеряемой величины

ПРИЛОЖЕНИЕ В

(справочное)

Библиография

- [1] ISO 3534-1:1993 Statistics-Vocabulary and symbols — Part1: Statistical methods. Terms and definitions
- [2] ISO Guide 35:1989 Certification of reference materials — General and statistical principles
- [3] ISO 6352:1985 Ferronickel — Determination of nickel content — Dimethylglyoxime gravimetric method.
- [4] ISO 351:1:1984 Solid mineral fuels — Determination of total sulfur — High temperature combustion method
- [5] ISO 1171:1981 Solid mineral fuels — Determination of ash
- [6] Kanzelmeyer J.H. «Quality Control for Analytical Methods», A&TM Standardization News, October 1977, Figure 2, p. 27
- [7] ISO Guide 33: 1989. Use of certified reference materials

УДК 389.14:006.354

ОКС 17.020

Т80

ОКСТУ 0008

Ключевые слова: измерение, испытания, метод измерений, стандартизация метода измерений, результаты измерений, результаты испытаний, точность, правильность, прецизионность, систематическая погрешность, повторяемость, воспроизводимость, методы проверки приемлемости результатов измерений и установления окончательного результата, методы контроля точности результатов измерений, контрольные карты Шухарта, методы оценки деятельности лаборатории

Редактор *В.П. Огурцов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 31.05.2002. Подписано в печать 16.07.2002. Усл. печ. л. 5,58.
Уч.-изд. л. 5,90. Тираж 750 экз. С 6604. Зак. 600.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

ГОСТ Р ИСО 9000—2001

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Системы менеджмента качества

ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ И СЛОВАРЬ

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом сертификации (ВНИИС)

ВНЕСЕН Управлением сертификации Госстандарта России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 15 августа 2001 г. № 332-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 9000—2000 «Системы менеджмента качества. Основные положения и словарь»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ИЗДАНИЕ (ноябрь 2003 г.) с Изменением № 1, принятым в июле 2003 г. (ИУС 10—2003)

© ИПК Издательство стандартов, 2001
© ИПК Издательство стандартов, 2003

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения	1
2 Основные положения систем менеджмента качества	1
2.1 Обоснование необходимости систем менеджмента качества	1
2.2 Требования к системам менеджмента качества и требования к продукции	2
2.3 Подход к системам менеджмента качества	2
2.4 Процессный подход	2
2.5 Политика и цели в области качества	3
2.6 Роль высшего руководства в системе менеджмента качества	3
2.7 Документация	4
2.8 Оценивание систем менеджмента качества	4
2.9 Постоянное улучшение	5
2.10 Роль статистических методов	5
2.11 Направленность систем менеджмента качества и других систем менеджмента	5
2.12 Взаимосвязь между системами менеджмента качества и моделями совершенства	6
3 Термины и определения	6
3.1 Термины, относящиеся к качеству	6
3.2 Термины, относящиеся к менеджменту	7
3.3 Термины, относящиеся к организации	8
3.4 Термины, относящиеся к процессам и продукции	9
3.5 Термины, относящиеся к характеристикам	10
3.6 Термины, относящиеся к соответствию	11
3.7 Термины, относящиеся к документации	12
3.8 Термины, относящиеся к оценке	13
3.9 Термины, относящиеся к аудиту (проверке)	13
3.10 Термины, относящиеся к обеспечению качества процессов измерения	15
Приложение А Методология, использованная при разработке словаря.	16
Приложение Б Алфавитный указатель терминов	24
Приложение В Библиография	25

Общие положения

Семейство стандартов ИСО 9000, перечисленных ниже, было разработано для того, чтобы помочь организациям всех видов и размеров внедрять и обеспечивать функционирование эффективных систем менеджмента качества:

- ГОСТ Р ИСО 9000—2001 описывает основные положения систем менеджмента качества и устанавливает терминологию для систем менеджмента качества;

- ГОСТ Р ИСО 9001—2001 определяет требования к системам менеджмента качества для тех случаев, когда организации необходимо продемонстрировать свою способность предоставлять продукцию, отвечающую требованиям потребителей и установленным к ней обязательным требованиям, и направлен на повышение удовлетворенности потребителей;

- ГОСТ Р ИСО 9004—2001 содержит рекомендации, рассматривающие как результативность, так и эффективность системы менеджмента качества. Целью этого стандарта является улучшение деятельности организации и удовлетворенность потребителей и других заинтересованных сторон;

- ИСО 19011:2002** содержит методические указания по аудиту (проверке) систем менеджмента качества и охраны окружающей среды.

Вместе они образуют согласованный комплекс стандартов на системы менеджмента качества, содействующий взаимопониманию в национальной и международной торговле.

Принципы менеджмента качества

Для успешного руководства организацией и ее функционирования необходимо направлять ее и управлять систематически и прозрачным способом. Успех может быть достигнут в результате внедрения и поддержания в рабочем состоянии системы менеджмента качества, разработанной для постоянного улучшения деятельности с учетом потребностей всех заинтересованных сторон. Управление организацией включает менеджмент качества наряду с другими аспектами менеджмента.

Восемь принципов менеджмента качества были определены для того, чтобы высшее руководство могло руководствоваться ими с целью улучшения деятельности организации.

а) Ориентация на потребителя

Организации зависят от своих потребителей, и поэтому должны понимать их текущие и будущие потребности, выполнять их требования и стремиться превзойти их ожидания.

б) Лидерство руководителя

Руководители обеспечивают единство цели и направления деятельности организации. Им следует создавать и поддерживать внутреннюю среду, в которой работники могут быть полностью вовлечены в решение задач организации.

в) Вовлечение работников

Работники всех уровней составляют основу организации, и их полное вовлечение дает возможность организации с выгодой использовать их способности.

г) Процессный подход

Желаемый результат достигается эффективнее, когда деятельностью и соответствующими ресурсами управляют как процессом.

д) Системный подход к менеджменту

Выявление, понимание и менеджмент взаимосвязанных процессов как системы содействуют результативности и эффективности организации при достижении ее целей.

е) Постоянное улучшение

Постоянное улучшение деятельности организации в целом следует рассматривать как ее неизменную цель.

ж) Принятие решений, основанное на фактах

Эффективные решения основываются на анализе данных и информации.

и) Взаимовыгодные отношения с поставщиками

Организация и ее поставщики взаимозависимы, и отношения взаимной выгоды повышают способность обеих сторон создавать ценности.

Эти восемь принципов менеджмента качества образуют основу для стандартов на системы менеджмента качества, входящих в семейство ИСО 9000.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

* Раздел приводится в редакции, отличной от ИСО 9000—2000.

** Предстоит принятие в качестве ГОСТ Р ИСО 19011.

Системы менеджмента качества**ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ И СЛОВАРЬ**Quality management systems. Fundamentals and vocabulary

Дата введения 2001—08—31

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает основные положения систем менеджмента качества, являющихся объектом стандартов семейства ИСО 9000, и определяет соответствующие термины.

Настоящий стандарт может использоваться:

- а) организациями, стремящимися добиться преимущества посредством внедрения системы менеджмента качества;
- б) организациями, стремящимися получить уверенность в том, что их заданные требования к продукции будут выполнены поставщиками;
- в) пользователями продукции;
- г) теми, кто заинтересован в едином понимании терминологии, применяемой в менеджменте качества (например поставщики, потребители, регламентирующие органы);
- д) теми сторонами, внутренними или внешними по отношению к организации, которые оценивают систему менеджмента качества или проверяют ее на соответствие требованиям ГОСТ Р ИСО 9001 (например аудиторы, органы по сертификации/регистрации);
- е) теми сторонами, внутренними или внешними по отношению к организации, которые консультируют или проводят обучение по системе менеджмента качества, соответствующей данной организации;
- ж) разработчиками соответствующих стандартов.

2 Основные положения систем менеджмента качества**2.1 Обоснование необходимости систем менеджмента качества**

Системы менеджмента качества могут содействовать организациям в повышении удовлетворенности потребителей.

Потребителям необходима продукция, характеристики которой удовлетворяли бы их потребности и ожидания. Эти потребности и ожидания, как правило, отражаются в технических условиях на продукцию и обычно считаются требованиями потребителей. Требования могут быть установлены потребителем в контракте или определены самой организацией. В любом случае приемлемость продукции в конечном счете устанавливает потребитель. Поскольку потребности и ожидания потребителей меняются, организации также испытывают давление, обусловленное конкуренцией и техническим прогрессом, они должны постоянно совершенствовать свою продукцию и свои процессы.

Системный подход к менеджменту качества побуждает организации анализировать требования потребителей, определять процессы, способствующие получению продукции, приемлемой для

потребителей, а также поддерживать эти процессы в управляемом состоянии. Система менеджмента качества может быть основой постоянного улучшения с целью увеличения вероятности повышения удовлетворенности как потребителей, так и других заинтересованных сторон. Она дает уверенность самой организации и потребителям в ее способности поставлять продукцию, полностью соответствующую требованиям.

2.2 Требования к системам менеджмента качества и требования к продукции

Семейство стандартов ИСО 9000 проводит различие между требованиями к системам менеджмента качества и требованиями к продукции.

Требования к системам менеджмента качества установлены в ГОСТ Р ИСО 9001. Они являются общими и применимыми к организациям в любых секторах промышленности или экономики независимо от категории продукции. ГОСТ Р ИСО 9001 не устанавливает требований к продукции.

Требования к продукции могут быть установлены потребителями или организацией, исходя из предполагаемых запросов потребителей или требований регламентов. Требования к продукции и в ряде случаев к связанным с ней процессам могут содержаться, например в технических условиях, стандартах на продукцию, стандартах на процессы, контрактных соглашениях и регламентах.

2.3 Подход к системам менеджмента качества

Подход к разработке и внедрению системы менеджмента качества состоит из нескольких ступеней, включающих:

- а) установление потребностей и ожиданий потребителей и других заинтересованных сторон;
- б) разработку политики и целей организации в области качества;
- в) установление процессов и ответственности, необходимых для достижения целей в области качества;
- г) установление и определение необходимых ресурсов и обеспечение ими для достижения целей в области качества;
- д) разработку методов для измерения результативности и эффективности каждого процесса;
- е) применение данных этих измерений для определения результативности и эффективности каждого процесса;
- ж) определение средств, необходимых для предупреждения несоответствий и устранения их причин;
- и) разработку и применение процесса для постоянного улучшения системы менеджмента качества.

Такой подход также применяется для поддержания в рабочем состоянии и улучшения имеющейся системы менеджмента качества.

Организация, принимающая указанный выше подход, создает уверенность в возможностях своих процессов и качестве своей продукции, а также обеспечивает основу для постоянного улучшения. Это может привести к возрастанию удовлетворенности потребителей и других заинтересованных сторон и успеху организации.

2.4 Процессный подход

Любая деятельность или комплекс деятельности, в которой используются ресурсы для преобразования входов в выходы, может рассматриваться как процесс.

Чтобы результативно функционировать, организации должны определять и управлять многочисленными взаимосвязанными и взаимодействующими процессами. Часто выход одного процесса образует непосредственно вход следующего. Систематическая идентификация и менеджмент применяемых организацией процессов и прежде всего обеспечения их взаимодействия могут считаться «процессным подходом».

Назначение настоящего стандарта — побуждать принятие процессного подхода к менеджменту организации.

На рисунке 1 приведена основанная на процессном подходе система менеджмента качества, описанная в семействе стандартов ИСО 9000. Он показывает, что заинтересованные стороны играют существенную роль в предоставлении организации входных данных. Наблюдение за удовлетворенностью заинтересованных сторон требует оценки информации, касающейся восприятия заинтересованными сторонами степени выполнения их потребностей и ожиданий. Модель, приведенная на рисунке 1, не показывает процессы на детальном уровне.

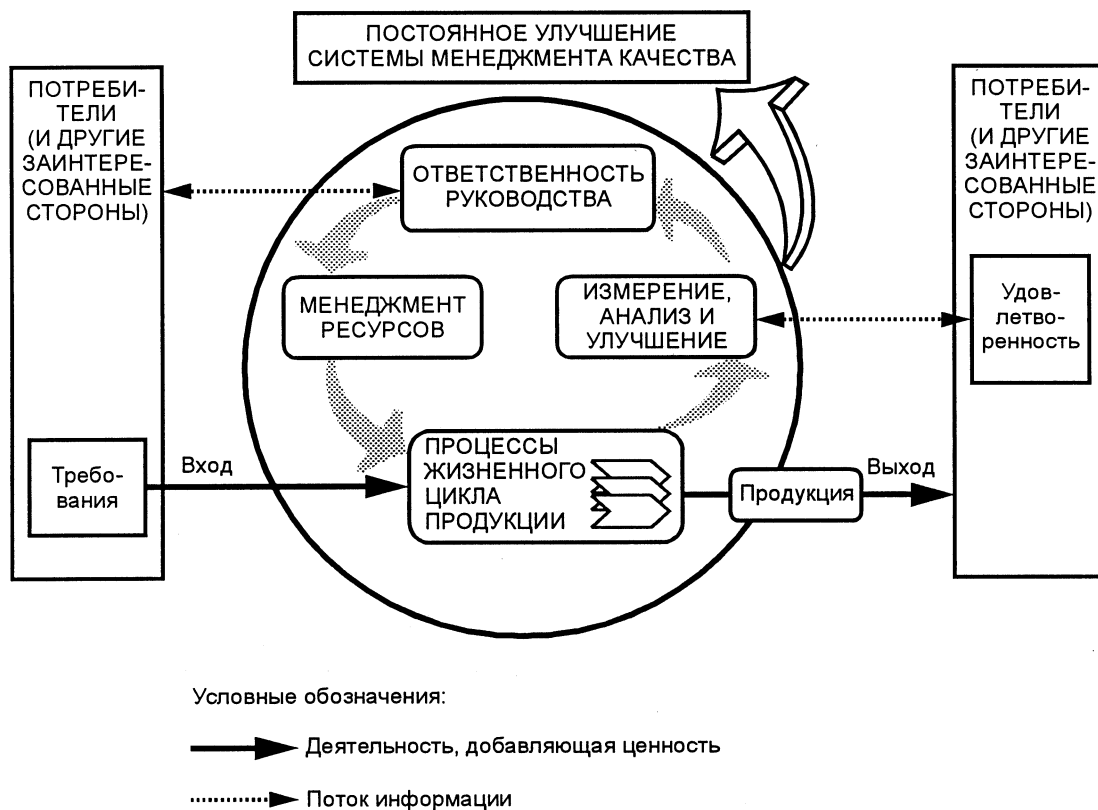


Рисунок 1 — Модель системы менеджмента качества, основанной на процессном подходе

Примечание — Формулировки, данные в круглых скобках, не применимы к ГОСТ Р ИСО 9001.

2.5 Политика и цели в области качества

Политика и цели в области качества устанавливаются, чтобы служить ориентиром для организации. Они определяют желаемые результаты и способствуют использованию организацией ресурсов для достижения этих результатов. Политика в области качества обеспечивает основу для разработки и анализа целей в области качества. Цели в области качества необходимо согласовывать с политикой в области качества и приверженностью к постоянному улучшению, а результаты должны быть измеримыми. Достижение целей в области качества может оказывать позитивное воздействие на качество продукции, эффективность работы и финансовые показатели и, следовательно, на удовлетворенность и уверенность заинтересованных сторон.

2.6 Роль высшего руководства в системе менеджмента качества

С помощью лидерства и реальных действий высшее руководство может создавать обстановку, способствующую полному вовлечению работников и эффективной работе системы менеджмента качества. Принципы менеджмента качества могут использоваться высшим руководством как основа для выполнения своей роли в:

- разработке и поддержании политики и целей организации в области качества;
- популяризации политики и целей в области качества во всей организации для повышения осознания, мотивации и вовлечения персонала;
- обеспечении ориентации на требования потребителей во всей организации;
- обеспечении внедрения соответствующих процессов, позволяющих выполнять требования потребителей и других заинтересованных сторон и достигать целей в области качества;
- обеспечении разработки, внедрения и поддержания в рабочем состоянии эффективной системы менеджмента качества для достижения этих целей в области качества;
- обеспечении необходимыми ресурсами;

- ж) проведении периодического анализа системы менеджмента качества;
- и) принятии решений в отношении политики и целей в области качества;
- к) принятии решений по мерам улучшения системы менеджмента качества.

2.7 Документация

2.7.1 Значение документации

Документация дает возможность передать смысл и последовательность действий. Ее применение способствует:

- а) достижению соответствия требованиям потребителя и улучшению качества;
- б) обеспечению соответствующей подготовки кадров;
- в) повторяемости и прослеживаемости;
- г) обеспечению объективных свидетельств;
- д) оцениванию эффективности и постоянной пригодности системы менеджмента качества.

Разработка документации не должна быть самоцелью, а должна добавлять ценность.

2.7.2 Виды документов, применяемых в системах менеджмента качества

В системах менеджмента качества применяются следующие виды документов:

- а) документы, предоставляющие согласованную информацию о системе менеджмента качества организации, предназначенную как для внутреннего, так и внешнего пользования; к таким документам относятся руководства по качеству;
- б) документы, описывающие, как система менеджмента качества применяется к конкретной продукции, проекту или контракту; к таким документам относятся планы качества;
- в) документы, устанавливающие требования; к ним относятся документы, содержащие технические требования;
- г) документы, содержащие рекомендации или предложения; к ним относятся методические документы;
- д) документы, содержащие информацию о том, как последовательно выполнять действия и процессы; такие документы могут включать документированные процедуры, рабочие инструкции и чертежи;
- е) документы, содержащие объективные свидетельства выполненных действий или достигнутых результатов; к таким документам относятся записи.

Каждая организация определяет объем необходимой документации и ее носители. Это зависит от таких факторов, как вид и размер организации, сложность и взаимодействие процессов, сложность продукции, требования потребителей, соответствующие обязательные требования, продемонстрированные способности персонала, а также от глубины, до которой необходимо подтверждать выполнение требований к системе менеджмента качества.

2.8 Оценивание систем менеджмента качества

2.8.1 Оценивание процессов системы менеджмента качества

При оценке систем менеджмента качества следует задавать четыре основных вопроса в отношении каждого оцениваемого процесса:

- а) выявлен и определен ли соответствующим образом процесс?
- б) распределена ли ответственность?
- в) внедрены и поддерживаются ли в рабочем состоянии процедуры?
- г) эффективен ли процесс в достижении требуемых результатов?

Совокупные ответы на приведенные выше вопросы могут определить результаты оценивания.

Оценка системы менеджмента качества может различаться по области применения и включать такие виды деятельности, как аудит (проверку) и анализ системы менеджмента качества, а также самооценка.

2.8.2 Аудит (проверка) системы менеджмента качества

Аудиты (проверки) применяют для определения степени выполнения требований к системе менеджмента качества. Наблюдения аудитов (проверок) используют для оценки эффективности системы менеджмента качества и определения возможностей для улучшения.

Аудиты (проверки), проводимые первой стороной (самой организацией) или от ее имени для внутренних целей, могут служить основой для декларирования организацией о своем соответствии.

Аудиты (проверки), проводимые второй стороной, могут проводиться потребителями организации или другими лицами от имени потребителей.

Аудиты (проверки), проводимые третьей стороной, осуществляются внешними независимыми организациями. Такие организации, обычно имеющие аккредитацию, проводят сертификацию на соответствие требованиям, например требованиям ГОСТ Р ИСО 9001.

ИСО 19011 содержит методические указания по аудиту (проверке).

2.8.3 Анализ системы менеджмента качества

Одна из задач высшего руководства — проведение регулярного систематического оценивания пригодности, адекватности, эффективности и результативности системы менеджмента качества с учетом политики и целей в области качества. Этот анализ может включать рассмотрение необходимости адаптации политики и целей в области качества в ответ на изменение потребностей и ожиданий заинтересованных сторон. Анализ включает определение потребности в действиях.

При анализе системы менеджмента качества наряду с другими источниками информации используют отчеты по аудитам (проверкам).

2.8.4 Самооценка

Самооценка организации является всесторонним и систематическим анализом деятельности организации и результатов по отношению к системе менеджмента качества или модели совершенства (например, модели премии по качеству).

Самооценка может дать общее представление о деятельности организации и степени развития системы менеджмента качества. Она может также помочь определить организации области, нуждающиеся в улучшении, и приоритеты.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.9 Постоянное улучшение

Целью постоянного улучшения системы менеджмента качества является увеличение возможности повышения удовлетворенности потребителей и других заинтересованных сторон. Действия по улучшению включают:

- а) анализ и оценку существующего положения для определений областей для улучшения;
- б) установление целей улучшения;
- в) поиск возможных решений для достижения целей;
- г) оценивание и выбор решений;
- д) выполнение выбранных решений;
- е) измерение, проверку, анализ и оценку результатов выполнения для установления того, достигнуты ли цели;
- ж) оформление изменений.

Результаты анализируют с целью установления дальнейших возможностей для улучшения. Таким образом, улучшение является постоянным действием. Обратная связь от потребителей и других заинтересованных сторон, аудиты (проверки) и анализ системы менеджмента качества могут также использоваться для определения возможностей улучшения.

2.10 Роль статистических методов

Использование статистических методов может помочь в понимании изменчивости и, следовательно, может помочь организациям в решении проблем и повышении результативности и эффективности. Эти методы также способствуют лучшему применению имеющихся в наличии данных для оказания помощи в принятии решений.

Изменчивость можно наблюдать в ходе и результатах многих видов деятельности, даже в условиях очевидной стабильности. Такую изменчивость можно проследить в измеряемых характеристиках продукции и процессов. Ее наличие можно заметить на различных стадиях жизненного цикла продукции от исследования рынка до обслуживания потребителей и утилизации.

Статистические методы могут помочь при измерении, описании, анализе, интерпретации и моделировании такой изменчивости даже при относительно ограниченном количестве данных. Статистический анализ таких данных может помочь лучше понять природу, масштаб и причины изменчивости, способствуя таким образом решению и даже предупреждению проблем, которые могут быть результатом такой изменчивости, а также постоянному улучшению.

Методические указания по применению статистических методов в системе менеджмента качества приведены в ИСО/ТО 10017.

2.11 Направленность систем менеджмента качества и других систем менеджмента

Система менеджмента качества является частью системы менеджмента организации, которая направлена на достижение результатов, в соответствии с целями в области качества, чтобы удовлетворять потребности, ожидания и требования заинтересованных сторон. Цели в области качества дополняют другие цели организации, связанные с развитием, финансированием, рентабельностью, окружающей средой, охраной труда и безопасностью. Различные части системы менеджмента организации могут быть интегрированы вместе с системой менеджмента качества в единую систему менеджмента, использующую общие элементы. Это может облегчить планирование, выделение ресурсов, определение дополнительных целей и оценку общей эффективности организации. Система

менеджмента организации может быть оценена на соответствие собственным требованиям организации. Она может быть также проверена на соответствие требованиям ГОСТ Р ИСО 9001 и ГОСТ Р ИСО 14001. Эти аудиты (проверки) могут проводиться отдельно или совместно.

2.12 Взаимосвязь между системами менеджмента качества и моделями совершенства

Подходы систем менеджмента качества, приведенные в семействе стандартов ИСО 9000, и модели совершенства основаны на общих принципах. Оба эти подхода:

- а) дают возможность организации выявить свои сильные и слабые стороны;
- б) содержат положения по оцениванию в сравнении с общими моделями;
- в) обеспечивают основу для постоянного улучшения;
- г) включают способы внешнего признания.

Различие между подходами систем менеджмента качества семейства ИСО 9000 и моделями совершенства заключается в их областях применения. Стандарты семейства ИСО 9000 содержат требования к системам менеджмента качества и рекомендации по улучшению деятельности; оценивание систем менеджмента качества устанавливает выполнение этих требований. Модели совершенства содержат критерии, позволяющие проводить сравнительную оценку деятельности организации, и это применимо ко всем видам деятельности и ко всем заинтересованным сторонам. Критерии оценки в моделях совершенства обеспечивают организации основу для сравнения ее деятельности с деятельностью других организаций.

3 Термины и определения

Термин, определяемый в каком-либо другом месте настоящего раздела, выделен жирным шрифтом. За ним в скобках следует его порядковый номер. Такой выделенный жирным шрифтом термин может быть заменен в определении его собственным определением. Например:

- **продукция** (3.4.2) определена как «результат **процесса** (3.4.1)»;

- **процесс** определен как «совокупность взаимосвязанных или взаимодействующих видов деятельности, преобразующих входы в выходы».

Если термин «**процесс**» заменить его определением, то тогда:

- **продукция** становится «результатом совокупности взаимосвязанных или взаимодействующих видов деятельности, преобразующих входы в выходы».

Если понятие имеет специальное значение в конкретном контексте, то область использования обозначается заключением в угловые скобки <> перед определением. Например **технический эксперт** <аудит> (3.9.11).

3.1 Термины, относящиеся к качеству

3.1.1 **качество** (en **quality**; fr **qualité**): Степень соответствия **совокупности** присущих **характеристик** (3.5.1) **требованиям** (3.1.2).

Примечания*

1 Термин «качество» может применяться с такими прилагательными, как плохое, хорошее или отличное.

2 Термин «присущий» в отличие от термина «присвоенный» означает имеющийся в чем-то. Прежде всего это относится к постоянным характеристикам.

3.1.2 **требование** (en **requirement**; fr **exigence**): Потребность или ожидание, которое установлено, обычно предполагается или является обязательным.

Примечания

1 «Обычно предполагается» означает, что это общепринятая практика **организации** (3.3.1), ее **потребителей** (3.3.5) и других **заинтересованных сторон** (3.3.7), когда предполагаются рассматриваемые потребности или ожидания.

2 Для обозначения конкретного вида требования могут применяться определяющие слова, например требование к продукции, требование к менеджменту качества, требование потребителя.

3 Установленным является такое требование, которое определено, например в **документе** (3.7.2).

4 Требования могут выдвигаться различными заинтересованными сторонами.

* Примечания приведены в редакции, отличной от ИСО 9000.

3.1.3 градация (en grade; fr classe): Класс, сорт, категория или разряд, присвоенные различным **требованиям** (3.1.2) к качеству **продукции** (3.4.2), **процессов** (3.4.1) или **систем** (3.2.1), имеющих то же самое функциональное применение.

Пример: класс авиабилета или категория гостиницы в справочнике гостиниц.

Примечание — При определении требования к качеству градация обычно устанавливается.

3.1.4 удовлетворенность потребителей (en customer satisfaction; fr satisfaction du client): Восприятие потребителями степени выполнения их **требований** (3.1.2).

Примечания

1 Жалобы потребителей являются показателем низкой удовлетворенности потребителей, однако их отсутствие не обязательно предполагает высокую удовлетворенность потребителей.

2 Даже если требования потребителей были с ними согласованы и выполнены, это не обязательно обеспечивает высокую удовлетворенность потребителей.

3.1.5 возможности (en capability; fr capacité): Способность **организации** (3.3.1), **системы** (3.2.1) или **процесса** (3.4.1) производить **продукцию** (3.4.2), которая будет соответствовать **требованиям** (3.1.2) к этой продукции.

Примечание — Термины, относящиеся к возможностям процесса в области статистики, определены в ГОСТ Р 50779.11.

3.11—3.1.5 (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2 Термины, относящиеся к менеджменту

3.2.1 система (en system; fr système): Совокупность взаимосвязанных или взаимодействующих элементов.

3.2.2 система менеджмента (en management system; fr système de management): Система (3.2.1) для разработки политики и целей и достижения этих целей.

Примечание — Система менеджмента **организации** (3.3.1) может включать различные системы менеджмента, такие как **система менеджмента качества** (3.2.3), система менеджмента финансовой деятельности или система менеджмента охраны окружающей среды.

3.2.3 система менеджмента качества (en quality management system; fr système de management de la qualité): Система менеджмента (3.2.2) для руководства и управления **организацией** (3.3.1) применительно к **качеству** (3.1.1).

3.2.4 политика в области качества (en quality policy; fr politique qualité): Общие намерения и направление деятельности **организации** (3.3.1) в области **качества** (3.1.1), официально сформулированные **высшим руководством** (3.2.7).

Примечания

1 Как правило, политика в области качества согласуется с общей политикой организации и обеспечивает основу для постановки **целей в области качества** (3.2.5).

2 Принципы менеджмента качества, изложенные в настоящем стандарте, могут служить основой для разработки политики в области качества.

3.2.5 цели в области качества (en quality objective; fr objectif qualité): Цели, которых добиваются или к которым стремятся в области **качества** (3.1.1).

Примечания

1 Цели в области качества обычно базируются на **политике** организации в **области качества** (3.2.4).

2 Цели в области качества обычно устанавливаются для соответствующих функций и уровней **организации** (3.3.1).

3.2.6 менеджмент (en management; fr management): Скоординированная деятельность по руководству и управлению **организацией** (3.3.1).

Примечание — В английском языке термин «management» иногда относится к людям, т.е. к лицу или группе работников, наделенных полномочиями и ответственностью для руководства и управления организацией. Когда «management» используется в этом смысле, его следует всегда применять с определяющими словами с целью избежания путаницы с понятием «management», определенным выше. Например не одобряется выражение «руководство должно ...», в то время как «**высшее руководство** (3.2.7) должно ...» — приемлемо.

3.2.7 высшее руководство (en top management; fr direction): Лицо или группа работников, осуществляющих направление деятельности и управление **организацией** (3.3.1) на высшем уровне.

3.2.8 менеджмент качества (en **quality management**; fr **management de la qualité**): Скоординированная деятельность по руководству и управлению **организацией** (3.3.1) применительно к **качеству** (3.1.1).

Примечание — Руководство и управление применительно к качеству обычно включает разработку **политики в области качества** (3.2.4) и **целей в области качества** (3.2.5), **планирование качества** (3.2.9), **управление качеством** (3.2.10), **обеспечение качества** (3.2.11) и **улучшение качества** (3.2.12).

3.2.9 планирование качества (en **quality planning**; fr **planification de la qualité**): Часть **менеджмента качества** (3.2.8), направленная на установление **целей в области качества** (3.2.5) и определяющая необходимые операционные **процессы** (3.4.1) жизненного цикла продукции и соответствующие ресурсы для достижения целей в области качества.

Примечание — Разработка **планов качества** (3.7.5) может быть частью планирования качества.

3.2.10 управление качеством (en **quality**; fr **maîtrise de la qualité**): Часть **менеджмента качества** (3.2.8), направленная на выполнение **требований** (3.1.2) к качеству.

3.2.11 обеспечение качества (en **quality assurance**; fr **assurance de la qualité**): Часть **менеджмента качества** (3.2.8), направленная на создание уверенности, что **требования** (3.1.2) к качеству будут выполнены.

3.2.12 улучшение качества (en **quality improvement**; fr **amélioration de la qualité**): Часть **менеджмента качества** (3.2.8), направленная на увеличение способности выполнить **требования** (3.1.2) к качеству.

Примечание — Требования могут относиться к любым аспектам, таким как **результативность** (3.2.14), **эффективность** (3.2.15) или **прослеживаемость** (3.5.4).

3.2.13 постоянное улучшение (en **continual improvement**; fr **amélioration continue**): Повторяющаяся деятельность по увеличению способности выполнить **требования** (3.1.2).

Примечание — **Процесс** (3.4.1) установления целей и поиска возможностей улучшения является постоянным процессом, использующим **наблюдения аудита (проверки)** (3.9.6) и **заклучения по результатам аудита (проверки)** (3.9.7), анализ данных, **анализ** (3.8.7) со стороны руководства или другие средства и обычно ведущим к **корректирующим действиям** (3.6.5) или **предупреждающим действиям** (3.6.4).

3.2.14 результативность (en **effectiveness**; fr **efficacité**): Степень реализации запланированной деятельности и достижения запланированных результатов.

3.2.15 эффективность (en **efficiency**; fr **efficience**): **Соотношение** между достигнутым результатом и использованными ресурсами.

3.2.1—3.2.15 (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3 Термины, относящиеся к организации

3.3.1 организация (en **organization**; fr **organisme**): Группа работников и необходимых средств с распределением ответственности, полномочий и взаимоотношений.

Примеры: компания, корпорация, фирма, предприятие, учреждение, благотворительная организация, предприятие розничной торговли, ассоциация, а также их подразделения или комбинация из них.

Примечания

1 Распределение обычно бывает упорядоченным.

2 Организация может быть государственной или частной.

3 Настоящее определение действительно применительно к стандартам на **системы менеджмента качества** (3.2.3). Термин «организация» определен иначе в руководстве ИСО/МЭК 2.

3.3.2 организационная структура (en **organizational structure**; fr **organisation**): Распределение ответственности, полномочий и взаимоотношений между работниками.

Примечания

1 Распределение обычно бывает упорядоченным.

2 Официально оформленная организационная структура часто содержится в **руководстве по качеству** (3.7.4) или в **плане качества** (3.7.5) **проекта** (3.4.3).

3 Область применения организационной структуры может включать соответствующие взаимодействия с внешними **организациями** (3.3.1).

3.3.3 инфраструктура (en **infrastructure**; fr **infrastructure**): <организация> Совокупность зданий, оборудования и служб обеспечения, необходимых для функционирования **организации** (3.3.1).

3.3.4 производственная среда (en **work environment**; fr **environnement de travail**): Совокупность условий, в которых выполняется работа.

Примечание — Условия включают физические, социальные, психологические и экологические факторы (такие как температура, системы признания и поощрения, эргономика и состав атмосферы).

3.3.5 **потребитель** (en **customer**; fr **client**): **Организация** (3.3.1) или лицо, получающие **продукцию** (3.4.2).

Примеры: клиент, заказчик, конечный пользователь, розничный торговец, бенефициар и покупатель.

Примечание — Потребитель может быть внутренним или внешним по отношению к организации.

3.3.6 **поставщик** (en **supplier**; fr **fournisseur**): **Организация** (3.3.1) или лицо, предоставляющие **продукцию** (3.4.2).

Примеры: производитель, оптовик, предприятие розничной торговли или продавец продукции, исполнитель услуги, поставщик информации.

Примечания

1 Поставщик может быть внутренним или внешним по отношению к организации.

2 В контрактной ситуации поставщика иногда называют «подрядчиком».

3.3.7 **заинтересованная сторона** (en **interested party**; fr **partie intéressée**): Лицо или группа, заинтересованные в деятельности или успехе **организации** (3.3.1).

Примеры: **потребители** (3.3.5), владельцы, работники организации, **поставщики** (3.3.6), банкиры, ассоциации, партнеры или общество.

Примечание — Группа может состоять из организации, ее части или из нескольких организаций.

3.3.1—3.3.7 (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4 Термины, относящиеся к процессам и продукции

3.4.1 **процесс** (en **process**; fr **processus**): Совокупность взаимосвязанных или взаимодействующих видов деятельности, преобразующая входы в выходы.

Примечания

1 Входами к процессу обычно являются выходы других процессов.

2 Процессы в **организации** (3.3.1), как правило, планируются и осуществляются в управляемых условиях с целью добавления ценности.

3 Процесс, в котором подтверждение **соответствия** (3.6.1) конечной **продукции** (3.4.2) затруднено или экономически нецелесообразно, часто относят к «специальному процессу».

3.4.2 **продукция** (en **product**; fr **produit**): Результат **процесса** (3.4.1).

Примечания

1 Имеются четыре общие категории продукции:

- услуги (например перевозки);
- программные средства (например компьютерная программа, словарь);
- технические средства (например узел двигателя);
- перерабатываемые материалы (например смазка).

Многие виды продукции содержат элементы, относящиеся к различным общим категориям продукции. Отнесение продукции к услугам, программным или техническим средствам или перерабатываемым материалам зависит от преобладающего элемента.

Например поставляемая продукция «автомобиль» состоит из технических средств (например шин), перерабатываемых материалов (горючее, охлаждающая жидкость), программных средств (программное управление двигателем, инструкция водителю) и услуги (разъяснения по эксплуатации, даваемые продавцом).

2 Услуга является результатом, по меньшей мере, одного действия, обязательно осуществленного при взаимодействии **поставщика** (3.3.6) и **потребителя** (3.3.5), она, как правило, нематериальна. Предоставление услуги может включать, к примеру, следующее:

- деятельность, осуществленную на поставленной потребителем материальной продукции (например автомобиль, нуждающийся в ремонте);
- деятельность, осуществленную на поставленной потребителем нематериальной продукции (например заявление о доходах, необходимое для определения размера налога);
- предоставление нематериальной продукции (например информации в смысле передачи знаний);
- создание благоприятных условий для потребителей (например в гостиницах и ресторанах).

Программное средство содержит информацию и обычно является нематериальным, может также быть в форме подходов, операций или **процедур** (3.4.5).

Техническое средство, как правило, является материальным и его количество выражается исчисляемой **характеристикой** (3.5.1). Перерабатываемые материалы обычно являются материальными и их количество выражается непрерывной характеристикой. Технические средства и перерабатываемые материалы часто называются товарами.

3 **Обеспечение качества** (3.2.11) направлено главным образом на предполагаемую продукцию.

3.4.3 проект (en **project**; fr **projet**): Уникальный **процесс** (3.4.1), состоящий из совокупности скоординированной и управляемой деятельности с начальной и конечной датами, предпринятый для достижения цели, соответствующей конкретным **требованиям** (3.1.2), включающий ограничения сроков, стоимости и ресурсов.

Примечания

- 1 Отдельный проект может быть частью структуры более крупного проекта.
- 2 В некоторых проектах цели совершенствуются, а **характеристики** (3.5.1) продукции определяются соответственно по мере развития проекта.
- 3 Выходом проекта может быть одно изделие или несколько единиц **продукции** (3.4.2).
- 4 Адаптировано из ИСО 10006.

3.4.4 проектирование и разработка (en **design and development**; fr **conception et développement**): Совокупность **процессов** (3.4.1), переводящих **требования** (3.1.2) в установленные **характеристики** (3.5.1) или **нормативную и техническую документацию** (3.7.3) на **продукцию** (3.4.2), **процесс** (3.4.1) или **систему** (3.2.1).

Примечания

- 1 Термины «проектирование» и «разработка» иногда используют как синонимы, а иногда — для определения различных стадий процесса проектирования и разработки в целом.
- 2 Для обозначения объекта проектирования и разработки могут применяться определяющие слова (например проектирование и разработка продукции или проектирование и разработка процесса).

3.4.5 процедура (en **procedure**; fr **procédure**): Установленный способ осуществления деятельности или **процесса** (3.4.1).

Примечания

- 1 Процедуры могут быть документированными или не документированными.
- 2 Если процедура документирована, часто используется термин «письменная процедура» или «документированная процедура». **Документ** (3.7.2), содержащий процедуру, может называться «документированная процедура».

3.4.1—3.4.5 (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5 Термины, относящиеся к характеристикам

3.5.1 характеристика (en **characteristic**; fr **caractéristique**): Отличительное свойство.

Примечания

- 1 Характеристика может быть собственной или присвоенной.
- 2 Характеристика может быть качественной или количественной.
- 3 Существуют различные классы характеристик, такие как:
 - физические (например механические, электрические, химические или биологические характеристики);
 - органолептические (например связанные с запахом, осязанием, вкусом, зрением, слухом);
 - этические (например вежливость, честность, правдивость);
 - временные (например пунктуальность, безотказность, доступность);
 - эргономические (например физиологические характеристики или связанные с безопасностью человека);
 - функциональные (например максимальная скорость самолета).

3.5.2 характеристика качества (en **quality characteristic**; fr **caractéristique qualité**): Присущая **характеристика** (3.5.1) **продукции** (3.4.2), **процесса** (3.4.1) или **системы** (3.2.1), вытекающая из **требования** (3.1.2).

Примечания

- 1 «Присущая» означает имеющаяся в чем-то. Прежде всего это относится к постоянной характеристике.
- 2 Присвоенные характеристики продукции, процесса или системы (например цена продукции, владелец продукции) не являются характеристиками качества этой продукции, процесса или системы.

3.5.3 надежность (en **dependability**; fr **sûreté de fonctionnement**): Собираемый термин, применяемый для описания свойства готовности и влияющих на него свойств безотказности, ремонтно-пригодности и обеспеченности технического обслуживания и ремонта.

Примечание — Надежность применяется только для общего неколичественного описания свойства. [МЭК 60050-191:1990].

3.5.4 прослеживаемость (en **traceability**; fr **traçabilité**): Возможность проследить историю, применение или местонахождение того, что рассматривается.

Примечания

1 При рассмотрении **продукции** (3.4.2) прослеживаемость может относиться к:

- происхождению материалов и комплектующих;
- истории обработки;
- распределению и местонахождению продукции после поставки.

2 В области метрологии определение, приведенное в VIM-1993, 6.10, является принятым.

3.5.1—3.5.4 (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6 Термины, относящиеся к соответствию

3.6.1 **соответствие** (en *conformity*; fr *conformite*): Выполнение **требования** (3.1.2).

Примечания

1 Настоящее определение согласуется с приведенным в Руководстве ИСО/МЭК 2, но отличается от него формулировкой, чтобы соответствовать концепции ИСО 9000.

2 В английском языке термин «conformance» является синонимом, но он вызывает возражения.

3.6.2 **несоответствие** (en *nonconformity*; fr *non-conformite*): Невыполнение **требования** (3.1.2).

3.6.3 **дефект** (en *defect*; fr *defaut*): Невыполнение **требования** (3.1.2), связанного с предполагаемым или установленным использованием.

Примечания

1 Различие между понятиями дефект и **несоответствие** (3.6.2) является важным, так как имеет подтекст юридического характера, связанный с вопросами ответственности за качество продукции. Следовательно, термин «дефект» надо использовать чрезвычайно осторожно.

2 Использование, предполагаемое **потребителем** (3.3.5), может зависеть от характера информации, такой как инструкции по использованию и техническому обслуживанию, предоставляемые **поставщиком** (3.3.6).

3.6.4 **предупреждающее действие** (en *preventive*; fr *action preventive*): Действие, предпринятое для устранения причины потенциального **несоответствия** (3.6.2) или другой потенциально нежелательной ситуации.

Примечания

1 У потенциального несоответствия может быть несколько причин.

2 Предупреждающее действие предпринимается для предотвращения возникновения события, тогда как **корректирующее действие** (3.6.5) — для предотвращения повторного возникновения события.

3.6.5 **корректирующее действие** (en *corrective action*; fr *action corrective*): Действие, предпринятое для устранения причины обнаруженного **несоответствия** (3.6.2) или другой нежелательной ситуации.

Примечания

1 У несоответствия может быть несколько причин.

2 Корректирующее действие предпринимается для предотвращения повторного возникновения события, тогда как **предупреждающее действие** (3.6.4) — для предотвращения возникновения события.

3 Существует различие между **коррекцией** (3.6.6) и корректирующим действием.

3.6.6 **коррекция** (en *correction*; fr *correction*): Действие, предпринятое для устранения обнаруженного **несоответствия** (3.6.2).

Примечания

1 Коррекция может осуществляться в сочетании с **корректирующим действием** (3.6.5).

2 Коррекция может включать, например **переделку** (3.6.7) или **снижение градации** (3.6.8).

3.6.7 **переделка** (en *rework*; fr *reprise*): Действие, предпринятое в отношении несоответствующей **продукции** (3.4.2), с тем чтобы она соответствовала **требованиям** (3.1.2).

Примечание — В отличие от переделки **ремонт** (3.6.9) может состоять в воздействии на отдельные части несоответствующей продукции или в их замене.

3.6.8 **снижение градации** (en *regrade*; fr *reclassement*): Изменение **градации** (3.1.3) несоответствующей **продукции** (3.4.2), чтобы она соответствовала **требованиям** (3.1.2), отличным от исходных.

3.6.9 **ремонт** (en *repair*; fr *réparation*): Действие, предпринятое в отношении несоответствующей **продукции** (3.4.2), чтобы сделать ее приемлемой для предполагаемого использования.

Примечания

1 Ремонт включает действие по исправлению, предпринятое в отношении ранее соответствовавшей продукции для ее восстановления с целью использования, например как часть технического обслуживания.

2 В отличие от **переделки** (3.6.7) ремонт может воздействовать на отдельные части несоответствующей продукции или изменять их.

3.6.10 утилизация несоответствующей продукции (en scrap; fr rebut): Действие в отношении несоответствующей **продукции** (3.4.2), предпринятое для предотвращения ее первоначального предполагаемого использования.

Примеры: переработка, уничтожение.

Примечание — В ситуации с несоответствующей услугой применение предотвращается посредством прекращения услуги.

3.6.11 разрешение на отклонение (en concession; fr dérogation (après production): Разрешение на использование или **выпуск** (3.6.13) **продукции** (3.4.2), которая не соответствует установленным **требованиям** (3.1.2).

Примечание — Разрешение на отклонение обычно распространяется на поставку продукции с несоответствующими **характеристиками** (3.5.1) для установленных согласованных ограничений по времени или количеству данной продукции.

3.6.12 разрешение на отступление [en deviation permit; fr dérogation (avant production)]: Разрешение на отступление от исходных установленных **требований** (3.1.2) к **продукции** (3.4.2) до ее производства.

Примечание — Разрешение на отступление, как правило, дается на ограниченное количество продукции или период времени, а также для конкретного использования.

3.6.13 выпуск (en release; fr libération): Разрешение на переход к следующей стадии **процесса** (3.4.1).

Примечание — В английском языке, в контексте компьютерных программных средств, термином «release» часто называют версию самих программных средств.

3.6.1—3.6.13 (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7 Термины, относящиеся к документации

3.7.1 информация (en information; fr information): Значимые данные.

3.7.2 документ (en document; fr document): **Информация** (3.7.1) и соответствующий носитель.

Примеры: **записи** (3.7.6), **нормативная и техническая документация** (3.7.3), процедурный документ, чертеж, отчет, стандарт.

Примечания

1 Носитель может быть бумажным, магнитным, электронным или оптическим компьютерным диском, фотографией или эталонным образцом, или комбинацией из них.

2 Комплект документов, например технических условий и записей, часто называется «документацией».

3 Некоторые **требования** (3.1.2) (например требование к разборчивости) относятся ко всем видам документов, однако могут быть иные требования к техническим условиям (например требование к управлению пересмотрами) и записям (например требование к восстановлению).

3.7.3 нормативная и техническая документация (en specification; fr spécification): **Документы** (3.7.2), устанавливающие **требования** (3.1.2).

Примечания

1 Нормативные документы могут относиться к деятельности (например документированная процедура, технологическая документация на процесс или методику испытаний) или **продукции** (3.4.2) (например технические условия на продукцию, эксплуатационная документация и чертежи).

2 Термин дан в редакции, отличной от приведенной в ИСО 9000, в соответствии с терминологией, принятой в Российской Федерации.

3.7.4 руководство по качеству (en quality manual; fr manuel qualité): **Документ** (3.7.2), определяющий **систему менеджмента качества** (3.2.3) **организации** (3.3.1).

Примечание — Руководства по качеству могут различаться по форме и детальности изложения, исходя из соответствия размеру и сложности организации.

3.7.5 план качества (en quality plan; fr plan qualité): **Документ** (3.7.2), определяющий, какие **процедуры** (3.4.5) и соответствующие ресурсы, кем и когда должны применяться к конкретному **проекту** (3.4.3), **продукции** (3.4.2), **процессу** (3.4.1) или контракту.

Примечания

1 Эти процедуры обычно включают те процедуры, которые имеют ссылки на процессы менеджмента качества и процессы производства продукции.

2 План качества часто содержит ссылки на разделы **руководства по качеству** (3.7.4) или документированные процедуры.

3 План качества, как правило, является одним из результатов **планирования качества** (3.2.9).

3.7.6 запись (en record; fr enregistrement): Документ (3.7.2), содержащий достигнутые результаты или свидетельства осуществленной деятельности.

Примечания

1 Записи могут использоваться, например для документирования **прослеживаемости** (3.5.4), свидетельства проведения **верификации** (3.8.4), **предупреждающих действий** (3.6.4) и **корректирующих действий** (3.6.5).

2 Обычно пересмотры записей не нуждаются в управлении.

3.7.1—3.7.6 (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8 Термины, относящиеся к оценке

3.8.1 объективное свидетельство (en objective evidence; fr preuve tangible): Данные, подтверждающие наличие или истинность чего-либо.

Примечание — Объективное свидетельство может быть получено путем наблюдения, измерения, **испытания** (3.8.3) или другими способами.

3.8.2 контроль (en inspection; fr contrôle): Процедура оценивания соответствия путем наблюдения и суждений, сопровождаемых соответствующими измерениями, испытаниями или калибровкой. [Руководство ИСО/МЭК 2].

3.8.3 испытание (en test; fr essai): Определение одной или нескольких **характеристик** (3.5.1) согласно установленной **процедуре** (3.4.5).

3.8.4 верификация (en verification; fr vérification): Подтверждение на основе представления **объективных свидетельств** (3.8.1) того, что установленные **требования** (3.1.2) были выполнены.

Примечания

1 Термин «верифицировано» используется для обозначения соответствующего статуса.

2 Деятельность по подтверждению может включать:

- осуществление альтернативных расчетов;
- сравнение **научной и технической документации** (3.7.3) по новому проекту с аналогичной документацией по апробированному проекту;
- проведение **испытаний** (3.8.3) и демонстраций;
- анализ документов до их выпуска.

3.8.5 валидация (en validation; fr validation): Подтверждение на основе представления **объективных свидетельств** (3.8.1) того, что **требования** (3.1.2), предназначенные для конкретного использования или применения, выполнены.

Примечания

1 Термин «подтверждено» используется для обозначения соответствующего статуса.

2 Условия применения могут быть реальными или смоделированными.

3.8.6 процесс квалификации (en qualification process; fr processus de qualification): Процесс (3.4.1) демонстрации способности выполнить установленные **требования** (3.1.2).

Примечания

1 Термин «квалифицирован» используется для обозначения соответствующего статуса.

2 Квалификация может распространяться на работников, **продукцию** (3.4.2), процессы или **системы** (3.2.1).

Пример: квалификация аудиторов (экспертов по сертификации систем качества), квалификация материала.

3.8.7 анализ (en review; fr revue): Деятельность, предпринимаемая для установления пригодности, адекватности, **результативности** (3.2.14) рассматриваемого объекта для достижения установленных целей.

Примечание — Анализ может также включать определение **эффективности** (3.2.15).

Примеры: анализ со стороны руководства, анализ проектирования и разработки, анализ требований потребителей и анализ несоответствий.

3.8.1—3.8.7 (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.9 Термины, относящиеся к аудиту (проверке)

Примечание — Термины и определения, данные в подразделе 3.9, были разработаны в ожидании публикации ИСО 19011. Возможно, они будут модифицированы в настоящем стандарте.

3.9.1 аудит (проверка) (en audit; fr audit): Систематический, независимый и документированный процесс (3.4.1) получения **свидетельств аудита (проверки)** (3.9.4) и объективного их оценивания с целью установления степени выполнения согласованных **критериев аудита (проверки)** (3.9.3).

Примечание — Внутренние аудиты (проверки), иногда называемые «аудиты (проверки) первой стороной», проводятся обычно самой **организацией** (3.3.1) или от ее имени для внутренних целей могут служить основанием для декларации о **соответствии** (3.6.1).

Внешние аудиты (проверки) включают аудиты, обычно называемые «аудиты (проверки) второй стороной» или «аудиты (проверки) третьей стороной».

Аудиты (проверки) второй стороной проводятся сторонами, заинтересованными в деятельности организации, например потребителями или другими лицами от их имени.

Аудиты (проверки) третьей стороной проводятся внешними независимыми организациями. Эти организации осуществляют сертификацию или регистрацию на соответствие требованиям, например требованиям ГОСТ Р ИСО 9001 и ГОСТ Р ИСО 14001.

Если **системы менеджмента** (3.2.2) качества и охраны окружающей среды вместе подвергаются аудиту (проверке), это называется «комплексным аудитом».

Если две или несколько организаций проводят совместно аудит (проверку) **проверяемой организации** (3.9.8), это называется «совместным аудитом».

3.9.2 программа аудита (проверки) (en audit; fr audit): Совокупность одного или нескольких **аудитов (проверок)** (3.9.1), запланированных на конкретный период времени и направленных на достижение конкретной цели.

3.9.3 критерии аудита (проверки) (en audit programme; fr programme d'audit): Совокупность политики, **процедур** (3.4.5) или **требований** (3.1.2), которые применяются в виде ссылок.

3.9.4 свидетельство аудита (проверки) (en audit evidence; fr preuves d'audit): **Записи** (3.7.6), изложение фактов или другая **информация** (3.7.1), относящаяся к **критериям аудита (проверки)**, которые могут быть проверены.

Примечание — Свидетельство аудита (проверки) может быть качественным или количественным.

3.9.5 наблюдения аудита (проверки) (en audit findings; fr constatations d'audit): Результат оценки **свидетельства аудита (проверки)** (3.9.4) в зависимости от **критериев аудита (проверки)** (3.9.3).

Примечание — Наблюдения аудита (проверки) могут указывать на соответствие или несоответствие критериям аудита (проверки) или на возможности улучшения.

3.9.6 заключения по результатам аудита (проверки) (en audit conclusion; fr conclusions d'audit): Выходные данные **аудита** (3.9.1), предоставленные **группой по аудиту (проверке)** (3.9.10) после рассмотрения целей аудита и всех **наблюдений аудита** (3.9.5).

3.9.7 заказчик аудита (проверки) (en audit; fr client de l'audit): **Организация** (3.3.1) или лицо, заказавшие **аудит (проверку)** (3.9.1).

3.9.8 проверяемая организация (en auditee; fr audit e): **Организация** (3.3.1), подвергающаяся **аудиту (проверке)** (3.9.1).

3.9.9* аудитор (en auditor; fr auditeur): Лицо, обладающее **компетентностью** (3.9.12) для проведения **аудита (проверки)** (3.9.1).

3.9.10* группа по аудиту (проверке) (en audit team; fr  quipe d'audit): Один или несколько **аудиторов** (3.9.9), проводящих **аудит (проверку)** (3.9.1).

Примечания

1 Один из аудиторов в группе по аудиту (проверке), как правило, назначается руководителем группы по аудиту.

2 Группа по аудиту может включать стажеров и, в случае необходимости, **технических экспертов** (3.9.11).

3 В работе группы могут принимать участие наблюдатели без полномочий членов группы по аудиту.

3.9.11* технический эксперт (en technical expert; fr expert technique): <аудит> Лицо, обладающее специальными знаниями или опытом применительно к объекту, подвергаемому аудиту.

Примечания

1 Специальные знания или опыт включают знания или опыт применительно к **организации** (3.3.1), **процессу** (3.4.1) или деятельности, подвергаемому аудиту, а также знание языка и культуры страны, где проводится аудит.

2 Технический эксперт не имеет полномочий **аудитора** (3.9.9) в **группе по аудиту (проверке)** (3.9.10).

* Пункт приведен в редакции, отличной от ИСО 9000.

3.9.12 **компетентность** (en **competence**; fr **compétence**): Выраженная способность применять свои знания и умение.

3.9.1—3.9.12 (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.10 Термины, относящиеся к обеспечению качества процессов измерения

П р и м е ч а н и е — Термины и определения, данные в подразделе 3.10, были разработаны в ожидании публикации ИСО 10012. Возможно, они будут модифицированы в этом стандарте.

3.10.1 **система управления измерениями** (en **measurement control system**; fr **système de maîtrise de la mesure**): Совокупность взаимосвязанных или взаимодействующих элементов, необходимых для достижения **метрологического подтверждения пригодности** (3.10.3) и постоянного управления **процессами измерения** (3.10.2).

3.10.2 **процесс измерения** (en **measurement process**; fr **processus de mesure**): Совокупность операций для установления значения величины.

3.10.3 **метрологическое подтверждение пригодности** (en **metrological confirmation**; fr **confirmation métrologique**): Совокупность операций, необходимая для обеспечения соответствия **измерительного оборудования** (3.10.4) **требованиям** (3.1.2), отвечающим его назначению.

П р и м е ч а н и я

1 Метрологическое подтверждение пригодности обычно включает калибровку или **верификацию** (3.8.4), любую необходимую юстировку или **ремонт** (3.6.9) и последующую перекалибровку, сравнение с метрологическими требованиями для предполагаемого использования оборудования, а также требуемое пломбирование и маркировку.

2 Метрологическое подтверждение пригодности не выполнено до тех пор, пока пригодность измерительного оборудования для использования по назначению не будет продемонстрирована и задокументирована.

3 Требования к использованию по назначению включают такие характеристики, как диапазон, разрешающая способность, максимально допустимые погрешности и т.д.

4 Требования к метрологическому подтверждению пригодности обычно отличаются от требований на продукцию и в них не регламентируются.

3.10.4 **измерительное оборудование** (en **measuring equipment**; fr **équipement de mesure**): Средства измерения, программные средства, эталоны, стандартные образцы, вспомогательная аппаратура или комбинация из них, необходимые для выполнения **процесса измерения** (3.10.2).

3.10.5 **метрологическая характеристика** (en **metrological characteristic**; fr **caractéristique métrologique**): Отличительная особенность, которая может повлиять на результаты измерения.

П р и м е ч а н и я

1 **Измерительное оборудование** (3.10.4) обычно имеет несколько метрологических характеристик.

2 Метрологические характеристики могут быть предметом калибровки.

3.10.6 **метрологическая служба** (en **metrological function**; fr **fonction métrologique**): Организационная структура, несущая ответственность за определение и внедрение **системы управления измерениями** (3.10.1).

3.10.1—3.10.6 (Измененная редакция, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Методология, использованная при разработке словаря

А.1 Введение

Универсальность применения семейства стандартов ИСО 9000 требует использования:

- технического описания, но не на техническом языке;

- согласованного и гармонизированного словаря, понятного для всех потенциальных пользователей стандартов на системы менеджмента качества.

Понятия не независимы друг от друга, и анализ связей между понятиями в области систем менеджмента качества и их упорядочение в системы понятий являются предпосылкой согласованного словаря. Такой анализ был проведен при разработке словаря, установленного в настоящем стандарте. Поскольку графические построения понятий, использованные при разработке, могут оказаться полезными с точки зрения информации, они воспроизведены в А.4.

А.2 Содержание словарной статьи и правила замены

Понятие формирует единицу перехода от одного языка к другому (включая варианты одного языка, например американский английский и британский английский языки). В каждом языке выбирается наиболее подходящий термин для полной ясности понятия на данном языке, т.е. используется подход не буквального перевода.

Определение строится путем описания только тех признаков, которые являются существенными для идентификации понятия. Важная информация, относящаяся к понятию, но не являющаяся существенной для его описания, приводится в одном или нескольких примечаниях к определению.

При замещении термина его определением с минимальными синтаксическими изменениями не должно быть изменений значения текста. Такая замена позволяет получить простой метод проверки правильности определения. Однако, если определение сложное и содержит несколько терминов, замену лучше производить, беря одно или, самое большое, два определения одновременно. Полная замена всех терминов создаст синтаксические трудности и будет бесполезной в передаче значения.

А.3 Связи между понятиями и их графическое представление

А.3.1 Общие положения

В терминологической работе связи между понятиями основываются на иерархических отношениях между признаками видов таким образом, чтобы наиболее экономное описание понятия образовывалось путем наименования его видов и описания признаков, отличающих его от стоящих выше или соподчиненных понятий.

Существуют три основных вида связей между понятиями, указанные в настоящем приложении: родовидовые (А.3.2), партитивные (А.3.3) и ассоциативные (А.3.4).

А.3.2 Родовидовая связь

Субординатные понятия в рамках иерархии наследуют признаки суперординатного понятия и содержат описания тех признаков, которые отличают их от суперординатных (вышестоящих) и координатных (соподчиненных) понятий, например связь *весны, лета, осени и зимы со временем года*.

Родовидовые связи изображаются графически в виде веера или дерева без стрелок (рисунок А.1).



Рисунок А.1 — Графическое представление родовидовой связи

А.3.3 Партитивная связь

Субординатные понятия в рамках одной иерархической системы являются частью суперординатного понятия, например *весна, лето, осень и зима* могут быть определены как части *года*.

Партитивные отношения изображаются в виде грабель (рисунок А.2). Единичные части изображаются одной чертой, а множественные — двумя.

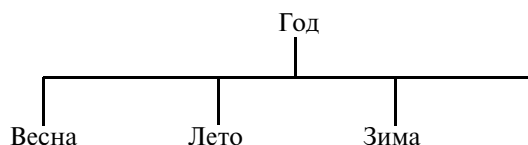


Рисунок А.2 — Графическое представление партитивной связи

А.3.4 Ассоциативная связь

Ассоциативные связи не столь экономичны, как родовидовые и партитивные связи, однако они помогают определить природу взаимоотношений между двумя понятиями в рамках системы понятий, например причина и следствие, действие и место, действие и результат, инструмент и функция, материал и продукция.

Ассоциативные связи изображаются одной чертой со стрелками с каждого конца (рисунок А.3).

хорошая погода ←————→ лето

Рисунок А.3 — Графическое представление ассоциативной связи

А.4 Графическое представление понятий

На рисунках А.4-А.13 представлены графические изображения понятий, на которых основываются предметные группы раздела 3 настоящего стандарта.

Хотя определения терминов повторяются, но не повторены примечания к ним, поэтому рекомендуется обращаться к разделу 3 для ознакомления с примечаниями.

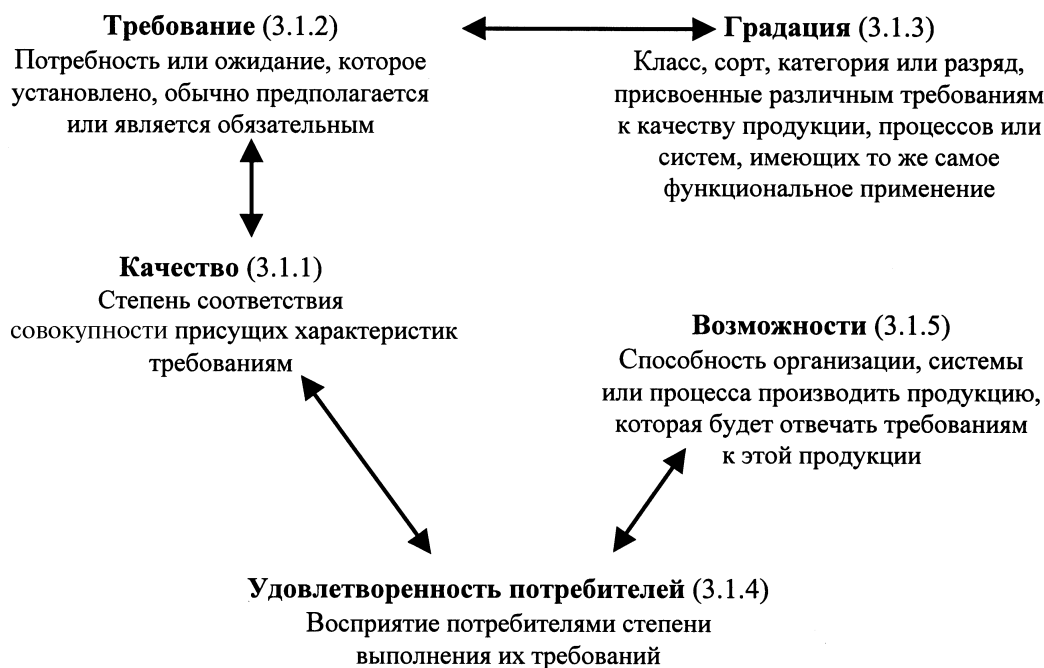


Рисунок А.4 — Понятия, относящиеся к качеству (3.1)



Рисунок А.5 — Понятия, относящиеся к менеджменту (3.2)

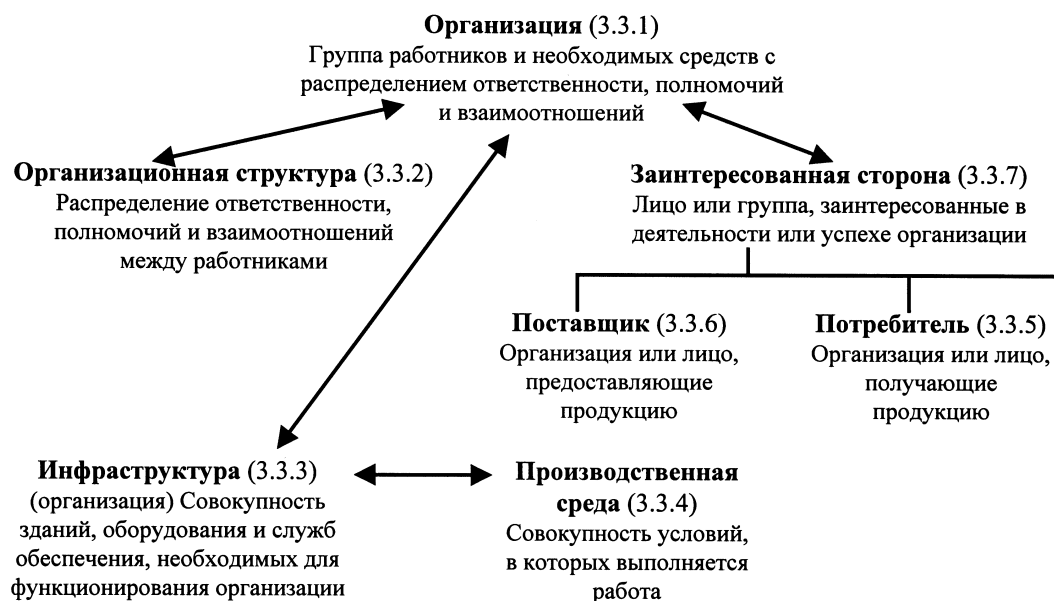


Рисунок А.6 — Понятия, относящиеся к организации (3.3)

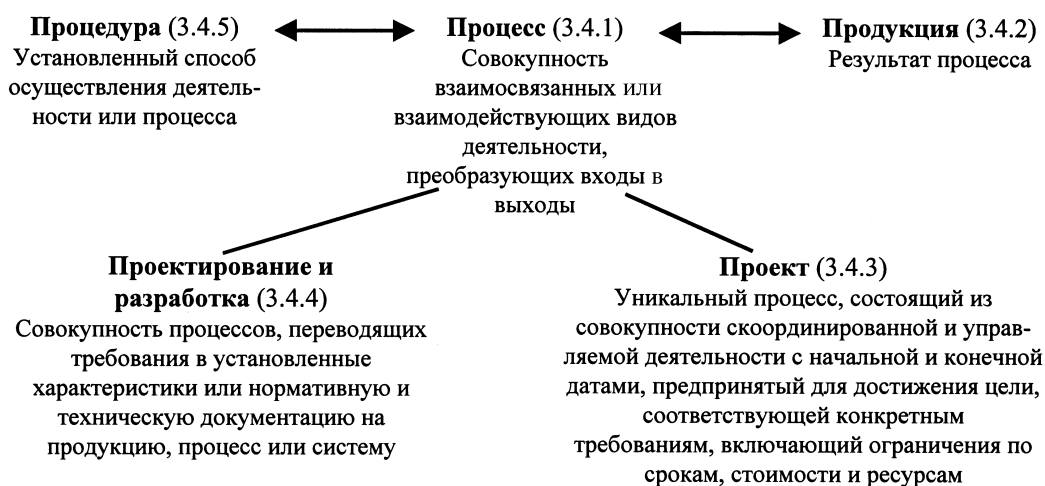


Рисунок А.7 — Понятия, относящиеся к процессам и продукции (3.4)

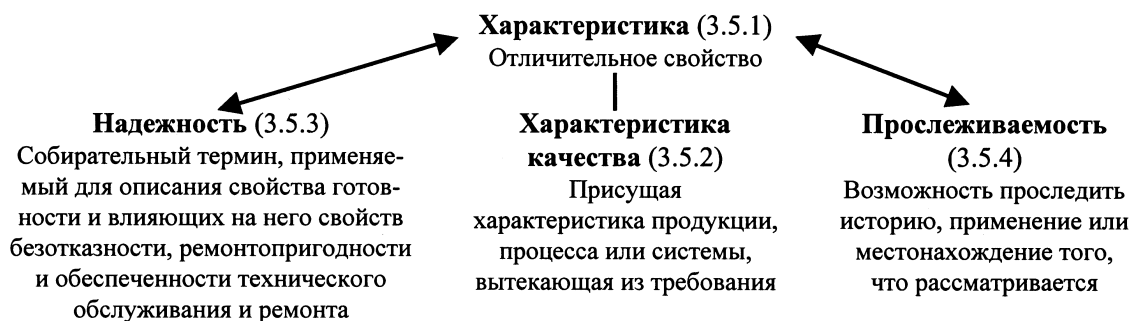


Рисунок А.8 — Понятия, относящиеся к характеристикам (3.5)



Рисунок А.9 — Понятия, относящиеся к соответствию (3.6)

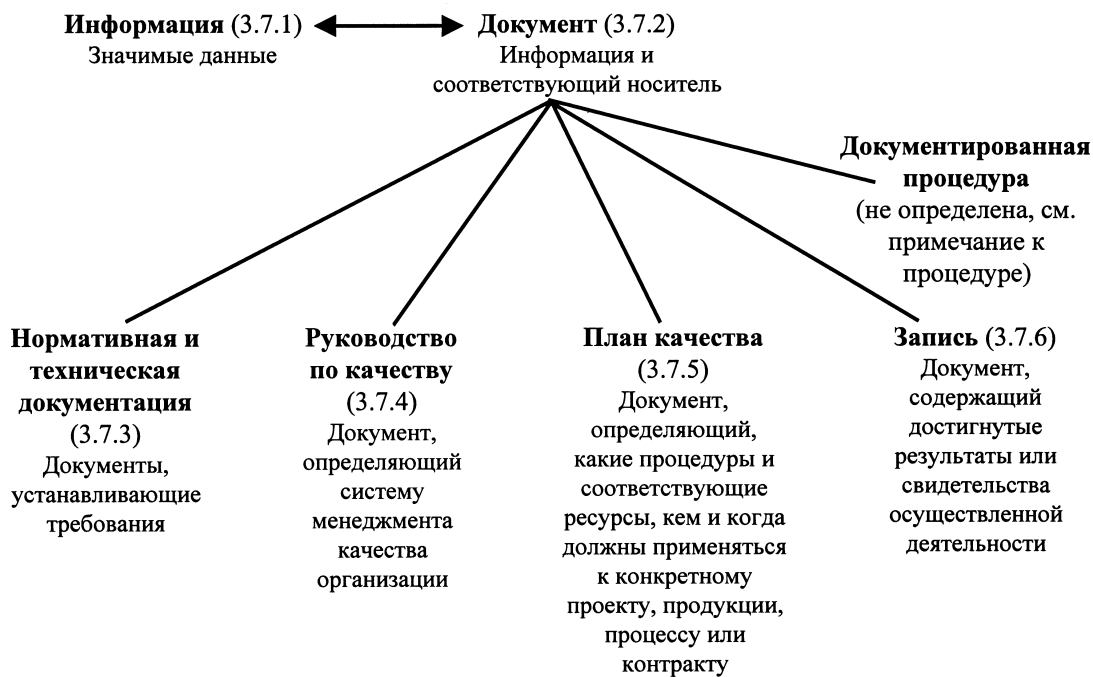


Рисунок А.10 — Понятия, относящиеся к документации (3.7)



Рисунок А.11 — Понятия, относящиеся к оценке (3.8)



Рисунок А.12 — Понятия, относящиеся к аудиту (проверке) (3.9)



Рисунок А.13 — Понятия, относящиеся к обеспечению качества процессов измерения (3.10)

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Алфавитный указатель терминов

	А			П	
Анализ		3.8.7	Переделка		3.6.7
Аудит (проверка)		3.9.1	Планирование качества		3.2.9
Аудитор		3.9.11	План качества		3.7.5
	В		Политика в области качества		3.2.4
Валидация		3.8.5	Поставщик		3.3.6
Верификация		3.8.4	Постоянное улучшение		3.2.13
Возможности		3.1.5	Потребитель		3.3.5
Выпуск		3.6.13	Предупреждающее действие		3.6.4
Высшее руководство		3.2.7	Проверяемая организация		3.9.9
	Г		Программа аудита (проверки)		3.9.2
Градация		3.1.3	Продукция		3.4.2
Группа по аудиту (проверке)		3.9.10	Проект		3.4.3
	Д		Проектирование и разработка		3.4.4
Дефект		3.6.3	Производственная среда		3.3.4
Документ		3.7.2	Прослеживаемость		3.5.4
	З		Процедура		3.4.5
Заинтересованная сторона		3.3.7	Процесс		3.4.1
Заказчик аудита (проверки)		3.9.8	Процесс измерения		3.10.2
Заключения по результатам аудита (проверки)		3.9.7	Процесс квалификации		3.8.6
Записи		3.7.6		Р	
	И		Разрешение на отклонение		3.6.11
Измерительное оборудование		3.10.4	Разрешение на отступление		3.6.12
Информация		3.7.1	Результативность		3.2.14
Инфраструктура		3.3.3	Ремонт		3.6.9
Испытание		3.8.3	Руководство по качеству		3.7.4
	К			С	
Качество		3.1.1	Свидетельство аудита (проверки)		3.9.5
Компетентность		3.9.12	Система		3.2.1
Контроль		3.8.2	Система менеджмента		3.2.2
Корректирующее действие		3.6.5	Система менеджмента качества		3.2.3
Коррекция		3.6.6	Система управления измерениями		3.10.1
Критерии аудита (проверки)		3.9.3	Снижение градации		3.6.8
	М		Соответствие		3.6.1
Менеджмент		3.2.6		Т	
Менеджмент качества		3.2.8	Технический эксперт <аудит>		3.9.11
Метрологическое подтверждение пригодности		3.10.3	Требование		3.1.2
Метрологическая служба		3.10.6		У	
Метрологическая характеристика		3.10.5	Удовлетворенность потребителей		3.1.4
	Н		Улучшение качества		3.2.12
Наблюдения аудита (проверки)		3.9.5	Управление качеством		3.2.10
Надежность		3.5.3	Утилизация несоответствующей продукции		3.6.10
Несоответствие		3.6.2		Х	
Нормативная и техническая документация		3.7.3	Характеристика		3.5.1
	О		Характеристика качества		3.5.2
Обеспечение качества		3.2.11		Ц	
Объективное свидетельство		3.8.1	Цели в области качества		3.2.5
Организационная структура		3.3.2		Э	
Организация		3.3.1	Эффективность		3.2.15

ПРИЛОЖЕНИЯ А, Б. (Измененная редакция, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ В

Библиография

- [1] ГОСТ Р ИСО 9001—2001 Системы менеджмента качества. Требования
- [2] ГОСТ Р ИСО 9004—2001 Системы менеджмента качества. Рекомендации по улучшению деятельности
- [3] ГОСТ Р ИСО 14001—98 Системы управления окружающей средой. Требования и руководство по применению
- [4] ГОСТ Р 50779.11—2000 Статистические методы. Статистическое управление качеством. Термины и определения
- [5] Руководство ИСО/МЭК 2 Стандартизация и смежные виды деятельности. Общий словарь
- [6] ИСО 704—1987 Работа в области терминологии. Принципы и методы
- [7] ИСО 1087-1 Работа в области терминологии. Словарь. Часть 1: Теория и применение
- [8] ИСО 9000-1—1994 Стандарты на менеджмент качества и обеспечение качества. Часть 1: Руководящие указания по выбору и применению
- [9] ИСО 10006—1997 Менеджмент качества. Руководящие указания по обеспечению качества при управлении проектом
- [10] ИСО 10012¹ Требования, обеспечивающие качество измерительного оборудования
- [11] ИСО 10013—1995 Руководящие указания по разработке руководств по качеству
- [12] ИСО/ТО 10017—1999 Руководящие указания по выбору статистических методов применительно к ИСО 9001—94
- [13] ИСО 10241—1992 Международные терминологические стандарты. Разработка и сплошная проверка
- [14] ИСО/ТО 13425—1995 Руководство по выбору статистических методов при стандартизации и разработке технических условий
- [15] ИСО 19011² Руководящие указания по проверке систем менеджмента качества и(или) охраны окружающей среды
- [16] МЭК 60050-191 Международный электротехнический словарь. Глава 191. Надежность и качество услуг
- [17] VIM-1993 Международный словарь основных и общих терминов в области метрологии. BIPM/IEC/IFCC/ISO/OIML/IUPAC/IUPAP
- [18] Принципы менеджмента качества³
- [19] ИСО 9000 + ИСО 14000 Информационный бюллетень. (Публикация, выпускаемая раз в два месяца, которая дает исчерпывающее освещение по исследованиям на международном уровне, касающимся стандартов ИСО на системы менеджмента качества, включая новости по их применению различными организациями в мире)⁴

¹ Предстоит публикация. (Пересмотр ИСО 10012-1—1992 и ИСО 10012-2—1997).

² Предстоит публикация.

³ Брошюра доступна по адресу Интернета: <http://www.iso.ch>

⁴ Доступна в Центральном секретариате ИСО (sale@iso.ch)

УДК 001.4:658.562.014:006.354

ОКС 03.120.10

T59

ОКСТУ 0025

Ключевые слова: система менеджмента качества, принципы менеджмента качества, процессный подход, постоянное улучшение, термины и определения

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Н.Л. Рыбалко*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 17.12.2003. Усл. печ. л. 3,72.
Уч.-изд. л. 3,45. Тираж 829 экз. С 13050. Зак. 1038.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**Системы менеджмента качества****РЕКОМЕНДАЦИИ ПО УЛУЧШЕНИЮ ДЕЯТЕЛЬНОСТИ****Quality management systems.
Guidelines for performance improvements**ОКС 03.120.10
ОКСТУ 0025

Дата введения 2001-08-31

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом сертификации (ВНИИС)

ВНЕСЕН Управлением сертификации Госстандарта России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 15 августа 2001 г. N 334-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст стандарта ИСО 9004-2000 "Системы менеджмента качества. Рекомендации по улучшению деятельности"

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Введение*

* Раздел приводится в редакции, отличной от ИСО 9004-2000.

Общие положения

Для создания системы менеджмента качества требуется стратегическое решение высшего руководства организации. На разработку и внедрение системы менеджмента качества организации влияют изменяющиеся потребности, конкретные цели, выпускаемая продукция, применяемые процессы, размер и структура организации. Настоящий стандарт базируется на восьми принципах менеджмента качества. Однако он не предполагает единообразия в структуре систем менеджмента качества или единообразия документации.

Цели организации:

- определение и удовлетворение потребностей и ожиданий своих потребителей и других заинтересованных сторон (работников организации, поставщиков, владельцев, общества), обеспечение преимуществ в конкурентной борьбе и осуществление этого результативно и эффективно;

- достижение, поддержание и повышение эффективности и возможностей организации в целом.

Применение принципов менеджмента качества не только обеспечивает непосредственные выгоды, но и вносит важный вклад в менеджмент затрат и рисков. Соображения, связанные с выгодами, менеджментом затрат и рисков, важны для организации, ее потребителей и других заинтересованных сторон. Эти соображения, касающиеся общей эффективности организации, могут влиять на:

- лояльность потребителей;

- повторные деловые контакты и обращения;

- результаты работы, такие как доход и доля на рынке;
- гибкую и быструю реакцию на возможности рынка;
- затраты и количество циклов посредством результативного и эффективного использования ресурсов;
- выстраивание цепи процессов, с помощью чего желаемые результаты достигаются наилучшим образом;
- получение конкурентных преимуществ за счет улучшения возможностей организации;
- понимание и мотивацию работников в отношении целей и задач организации, а также участия в постоянном улучшении;
- уверенность заинтересованных сторон в результативности и эффективности организации, подтвержденных финансовыми и социальными выгодами в результате деятельности организации, а также репутацией;
- способность создавать ценность как для организации, так и для ее поставщиков посредством оптимизации затрат и ресурсов, а также за счет гибкости и быстроты совместной реакции на изменения рынка.

Процессный подход

Настоящий стандарт направлен на применение "процессного подхода" при разработке, внедрении и улучшении результативности и эффективности системы менеджмента качества с целью повышения удовлетворенности заинтересованных сторон путем выполнения их требований.

Для результативного и эффективного функционирования организация должна определить и осуществлять менеджмент многочисленных взаимосвязанных видов деятельности. Деятельность, использующая ресурсы и управляемая с целью преобразования входов в выходы, может рассматриваться как процесс. Часто выход одного процесса образует непосредственно вход следующего.

Применение в организации системы процессов наряду с их идентификацией и взаимодействием, а также менеджмент процессов могут считаться "процессным подходом".

Преимущество процессного подхода состоит в непрерывности управления, которое он обеспечивает на стыке отдельных процессов в рамках их системы, а также при их комбинации и взаимодействии.

При применении в системе менеджмента качества такой подход подчеркивает важность:

- а) понимания и выполнения требований;
- б) необходимости рассмотрения процессов с точки зрения добавленной ценности;
- в) достижения результатов выполнения процессов и их результативности;
- г) постоянного улучшения процессов, основанного на объективном измерении.

Приведенная на рисунке 1 модель системы менеджмента качества, основанная на процессном подходе, иллюстрирует связи между процессами, представленными в разделах 4-8. Эта модель показывает, что заинтересованные стороны играют существенную роль при определении входных данных. Мониторинг удовлетворенности заинтересованных сторон требует оценки информации о восприятии заинтересованными сторонами выполнения их требований. Приведенная на рисунке 1 модель не детализирует процессы.

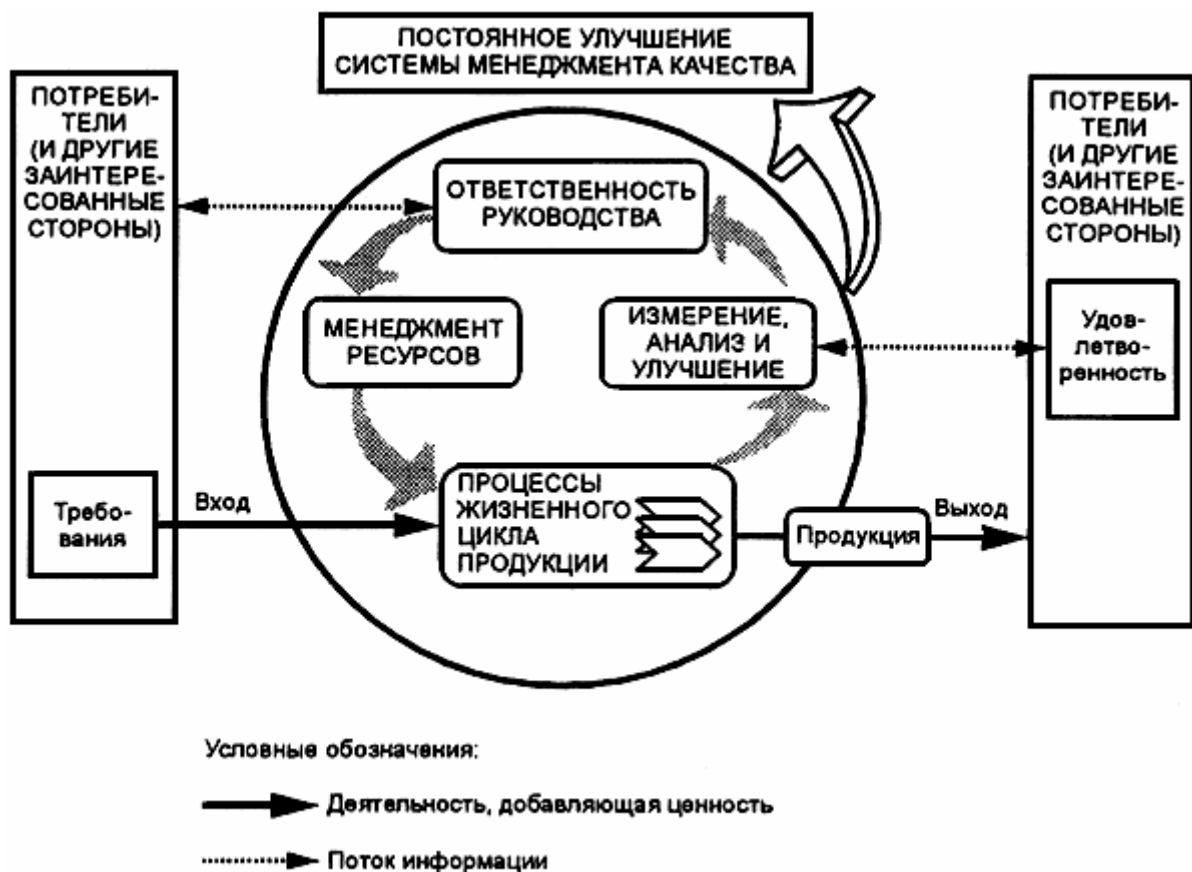


Рисунок 1 - Модель системы менеджмента качества, основанной на процессном подходе

Связь с ГОСТ Р ИСО 9001-2001

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 и ГОСТ Р ИСО 9004-2001 были разработаны как согласованная пара стандартов на системы менеджмента качества для дополнения друг друга, но их можно применять также независимо. Несмотря на то, что у стандартов различные области применения, они имеют аналогичную структуру в целях создания условий для их использования как согласованной пары.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 устанавливает требования к системе менеджмента качества, которые могут использоваться для внутреннего применения организациями, в целях сертификации или заключения контрактов. Он направлен на результативность системы менеджмента качества при выполнении требований потребителей.

ГОСТ Р ИСО 9004-2001 содержит рекомендации по более широкому спектру целей системы менеджмента качества, чем ГОСТ Р ИСО 9001-2001, особенно по постоянному улучшению деятельности организации, а также ее эффективности и результативности. ГОСТ Р ИСО 9004-2001 рекомендуется для организаций, высшее руководство которых, преследуя цель постоянного улучшения деятельности, желает выйти за рамки требований ГОСТ Р ИСО 9001-2001. Однако он не предназначен для целей сертификации или заключения контрактов.

Для большего удобства пользователей основное содержание требований ГОСТ Р ИСО 9001-2001 помещено в рамки в соответствующие разделы настоящего стандарта.

Информация, обозначенная как "Примечание", является рекомендацией по пониманию или разъяснению.

Совместимость с другими системами менеджмента

Настоящий стандарт не содержит конкретных рекомендаций в отношении других систем менеджмента, таких как менеджмент охраны окружающей среды, менеджмент профессионального здоровья и безопасности, финансовый менеджмент или менеджмент рисков. Однако он позволяет организации согласовать или интегрировать свою собственную систему менеджмента качества с соответствующими системами менеджмента. Организация может адаптировать действующую систему(ы) менеджмента для создания системы менеджмента качества в соответствии с рекомендациями настоящего стандарта.

1 Область применения

Настоящий стандарт содержит рекомендации, которые выходят за рамки требований, приведенных в ГОСТ Р ИСО 9001, и включает рассмотрение результативности и эффективности системы менеджмента качества, а следовательно, и потенциала по улучшению всей деятельности организации. По сравнению с ГОСТ Р ИСО 9001 цели, направленные на удовлетворенность потребителей и качество продукции, расширены: в них включены удовлетворенность всех заинтересованных сторон и деятельность организации в целом.

Настоящий стандарт применим к процессам организации, и, таким образом, принципы менеджмента качества, на которых он базируется, могут быть распространены на всю организацию. Внимание в данном стандарте сосредоточено на достижении постоянного улучшения, измеряемого степенью удовлетворенности потребителей и других заинтересованных сторон.

Настоящий стандарт содержит методические указания и рекомендации. Он не предназначен ни для сертификации или использования в контрактах и регламентах, ни для использования в качестве руководства по внедрению ГОСТ Р ИСО 9001.

2 Нормативные ссылки*

* Раздел приведен в редакции, отличной от ИСО 9004-2000.

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

ГОСТ Р ИСО 10011-1-93* Руководящие указания по проверке систем качества. Часть 1. Проверка

ГОСТ Р ИСО 10011-2-93* Руководящие указания по проверке систем качества. Часть 2. Квалификационные критерии для экспертов-аудиторов по проверке систем качества

ГОСТ Р ИСО 10011-3-93* Руководящие указания по проверке систем качества. Часть 3. Руководство программой проверок

* Планируется заменить ИСО 19011. Руководящие указания по проверке систем менеджмента качества и(или) охраны окружающей среды.

ГОСТ Р ИСО 14001-98 Системы управления окружающей средой. Требования и руководство по применению

ГОСТ Р ИСО 14004-98 Системы управления окружающей средой. Общие руководящие указания по принципам, системам и средствам обеспечения функционирования.

Указанный ниже стандарт содержит положения, которые посредством ссылок в этом тексте составляют положения настоящего стандарта.

ГОСТ Р ИСО 9000-2001 Системы менеджмента качества. Основные положения и словарь.

3 Определения

Применительно к настоящему стандарту используются термины и определения, данные в ГОСТ Р ИСО 9000.

Приведенные ниже термины, используемые в этом издании ГОСТ Р ИСО 9004 для описания цепочки поставки, были изменены для отражения применяемого в настоящее время словаря терминов

поставщик → организация → потребитель (заинтересованные стороны)

В тексте стандарта термин "продукция" может означать также "услугу".

4 Система менеджмента качества

4.1 Менеджмент систем и процессов

Успешное руководство и управление организацией требует систематического и открытого менеджмента. Чтобы добиться успеха, следует внедрить и поддерживать в рабочем состоянии систему менеджмента, разработанную для постоянного улучшения результативности и эффективности организации с учетом потребности заинтересованных сторон. Менеджмент организации наряду с другими аспектами включает менеджмент качества.

Высшему руководству необходимо создать организацию, ориентированную на потребителя, посредством:

- а) определения систем и процессов, которые могут быть четко поняты, подвергнуты менеджменту и улучшены с точки зрения результативности и эффективности;
- б) обеспечения результативного и эффективного выполнения и управления процессами, а также показателями и данными для определения удовлетворительной деятельности организации.

Примерами деятельности по созданию ориентированной на потребителя организации являются:

- определение и продвижение процессов, ведущих к улучшению деятельности организации;
- сбор и использование данных и информации о процессах на постоянной основе;
- развитие в направлении постоянного улучшения;
- использование подходящих методов для оценки улучшения процессов, таких как самооценка и анализ со стороны руководства.

Примеры самооценки и процессов постоянного улучшения приведены в приложениях А и Б соответственно.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

4 Система менеджмента качества

4.1 Общие требования

Организация должна разработать, задокументировать, внедрить, поддерживать в рабочем состоянии систему менеджмента качества, постоянно улучшать ее результативность в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

Организация должна:

- а) определять процессы, необходимые для системы менеджмента качества, и их применение во всей организации;
- б) определять последовательность и взаимодействие этих процессов;
- в) определять критерии и методы, необходимые для обеспечения результативности как при осуществлении, так и при управлении этими процессами;
- г) обеспечивать наличие ресурсов и информации, необходимых для поддержки этих процессов и их мониторинга;
- д) осуществлять мониторинг, измерение и анализ этих процессов;
- е) принимать меры, необходимые для достижения запланированных результатов и постоянного улучшения этих процессов.

Организация должна осуществлять менеджмент этих процессов в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

Если организация решает передать сторонним организациям выполнение какого-либо процесса, влияющего на соответствие продукции требованиям, она должна обеспечивать со своей стороны контроль за таким процессом. Управление им должно быть определено в системе менеджмента качества.

Примечание - В процессы, необходимые для системы менеджмента качества, следует включать процессы управленческой деятельности руководства, обеспечения ресурсами, процессы жизненного цикла продукции и измерения.

4.2 Документация

Руководству организации следует определить документацию, включая соответствующие записи, необходимую для разработки, внедрения и поддержания в рабочем состоянии системы менеджмента качества и поддержки результативного и эффективного выполнения процессов.

Характер и степень документированности должны отвечать контрактным, законодательным и другим обязательным требованиям, потребностям и ожиданиям потребителей и других заинтересованных сторон, а также устраивать организацию.

Документация может быть в любой форме или на любом носителе, исходя из потребностей организации.

С целью обеспечения документацией, отвечающей потребностям и ожиданиям заинтересованных сторон, руководству необходимо учитывать:

- контрактные требования потребителей и других заинтересованных сторон;
- использование организацией международных, национальных, региональных и отраслевых стандартов;
- соответствующие законодательные и другие обязательные требования;
- решения организации;
- источники внешней информации, касающиеся возможностей организации;
- информацию о потребностях и ожиданиях заинтересованных сторон.

Разработку, использование и управление документацией следует оценивать с учетом результативности и эффективности организации на основе таких критериев, как:

- функциональность (например, скорость обработки);
- простота в использовании;
- потребность в ресурсах;
- политика и цели;
- текущие и будущие требования, относящиеся к менеджменту знаний;
- сравнение с лучшими системами документации;
- взаимодействия потребителей, поставщиков и других заинтересованных сторон организации.

Доступ к документации предоставляется работникам организации и другим заинтересованным сторонам, исходя из политики обмена информацией в организации.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

4.2 Требования к документации

4.2.1 Общие положения

Документация системы менеджмента качества должна включать:

- а) документально оформленные заявления о политике и целях в области качества;
- б) руководство по качеству;
- в) документированные процедуры, требуемые настоящим стандартом;
- г) документы, необходимые организации для обеспечения эффективного планирования, осуществления процессов и управления ими;
- д) записи, требуемые настоящим стандартом.

Примечания

1. Там, где в настоящем стандарте встречается термин "документированная процедура", это означает, что процедура разработана, документально оформлена, внедрена и поддерживается в рабочем состоянии.

2 Степень документированности системы менеджмента качества одной организации может отличаться от другой в зависимости от:

- а) размера организации и вида деятельности;
- б) сложности и взаимодействия процессов;
- в) компетенции персонала.

3 Документация может быть в любой форме и на любом носителе.

4.2.2 Руководство по качеству

Организация должна разработать и поддерживать в рабочем состоянии руководство по качеству, содержащее:

- а) область применения системы менеджмента качества, включая подробности, и обоснование любых исключений;
- б) документированные процедуры, разработанные для системы менеджмента качества, или ссылки на них;
- в) описание взаимодействия процессов системы менеджмента качества.

4.2.3 Управление документацией

Документами системы менеджмента качества необходимо управлять. Записи - специальный вид документов, и ими надо управлять согласно требованиям, приведенным в 4.2.4.

Для определения необходимых средств управления должна быть разработана документированная процедура, предусматривающая:

- а) проверку документов на адекватность до их выпуска;
- б) анализ и актуализацию по мере необходимости и переутверждение документов;
- в) обеспечение идентификации изменений и статуса пересмотра документов;
- г) обеспечение наличия соответствующих версий документов в местах их применения;
- д) обеспечение сохранения документов четкими и легко идентифицируемыми;
- е) обеспечение идентификации документов внешнего происхождения и управление их рассылкой;
- ж) предотвращение непреднамеренного использования устаревших документов и применение соответствующей идентификации таких документов, оставленных для каких-либо целей.

4.2.4 Управление записями

Записи должны вестись и поддерживаться в рабочем состоянии для предоставления свидетельств соответствия требованиям и результативности функционирования системы менеджмента качества. Они должны оставаться четкими, легко идентифицируемыми и восстанавливаемыми. Надо разработать документированную процедуру для определения средств управления, требуемых при идентификации, хранении, защите, восстановлении, определении сроков сохранения и изъятии записей.

4.3 Использование принципов менеджмента качества

Для успешного руководства организацией и ее функционирования необходимо осуществлять менеджмент систематически и открыто. Рекомендации руководству организации, предлагаемые в настоящем стандарте, базируются на восьми принципах менеджмента качества.

Эти принципы были разработаны для применения высшим руководством с целью улучшения деятельности организации. Они включены в содержание настоящего стандарта и приведены ниже.

а) Ориентация на потребителя

Организации зависят от своих потребителей и поэтому должны понимать их текущие и будущие потребности, выполнять их требования и стремиться превзойти их ожидания.

б) Лидерство руководителя

Руководители обеспечивают единство цели и направления деятельности организации. Им следует создать и поддерживать внутреннюю среду, в которой работники могут быть полностью вовлечены в решение задач организации.

в) Вовлечение работников

Работники всех уровней составляют основу организации, и их полное вовлечение дает возможность организации с выгодой использовать их способности.

г) Процессный подход

Желаемый результат достигается эффективнее, когда деятельностью и соответствующими ресурсами управляют как процессом.

д) Системный подход к менеджменту

Выявление, понимание и менеджмент взаимосвязанных процессов как системы вносят вклад в результативность и эффективность организации при достижении ее целей.

е) Постоянное улучшение

Постоянное улучшение деятельности организации в целом следует рассматривать как ее неизменную цель.

ж) Принятие решений, основанное на фактах

Эффективные решения основываются на анализе данных и информации.

з) Взаимовыгодные отношения с поставщиками

Организация и ее поставщики взаимозависимы, и отношения взаимной выгоды повышают способность обеих сторон создавать ценности.

Успешное использование организацией восьми принципов менеджмента приведет в результате к выгодам для заинтересованных сторон, таким как увеличение денежного оборота, создание ценности и повышение стабильности.

5 Ответственность руководства

5.1 Общие рекомендации

5.1.1 Введение

Лидерство высшего руководства, его обязательства и активное участие являются решающими при разработке и поддержании в рабочем состоянии результативной и эффективной системы менеджмента качества с целью достижения выгоды для всех заинтересованных сторон. Их можно добиться, выявляя, поддерживая и повышая удовлетворенность потребителей.

Перед высшим руководством стоит задача рассмотреть такие меры, как:

- разработка прогноза, политики и стратегических целей, соответствующих назначению организации;
- демонстрация на собственном примере стиля управления, обеспечивающего доверие персонала;

- доведение до сведения персонала направления деятельности организации, ценностей, связанных с качеством и системой менеджмента качества;
- участие в проектах по улучшению, поиск новых методов, решений и разработка новой продукции;
- получение обратной связи непосредственно по результативности и эффективности системы менеджмента качества;
- определение процессов жизненного цикла продукции, добавляющих ценность в интересах организации;
- определение вспомогательных процессов, влияющих на результативность и эффективность процессов жизненного цикла продукции;
- создание среды, способствующей вовлечению и развитию работников;
- обеспечение организационной структуры и ресурсов, необходимых для поддержки стратегических планов организации.

Высшему руководству следует также определить методы измерения деятельности организации, чтобы установить, достигнуты ли запланированные цели, включающие:

- измерение финансовых показателей;
- измерение показателей выполнения процессов во всей организации;
- внешние измерения, такие как сравнение с лучшими достижениями и оценка третьей стороной;
- оценку удовлетворенности потребителей, работников организации и других заинтересованных сторон;
- оценку восприятия потребителями и другими заинтересованными сторонами характеристик поставленной продукции;
- измерение других показателей успеха, определенных руководством организации.

Информацию, полученную в результате таких измерений и оценок, рекомендуется рассматривать как входные данные для анализа со стороны руководства, чтобы убедиться, что постоянное улучшение системы менеджмента качества является движущей силой совершенствования деятельности организации.

5.1.2 Вопросы, которые должны приниматься во внимание

При разработке, внедрении и управлении системой менеджмента качества организации высшему руководству необходимо следовать принципам менеджмента качества, изложенным в 4.3.

Исходя из этих принципов, высшему руководству надо подтверждать лидерство и обязательства в отношении следующего:

- понимания текущих и будущих потребностей и ожиданий потребителей, дополняющих требования;
- разъяснения политики и целей для повышения понимания, мотивации и вовлечения работников организации;
- постановки цели постоянного улучшения всех процессов, выполняемых в организации;
- планирования будущего организации и менеджмента изменений;
- установления и доведения до персонала основ деятельности по достижению удовлетворенности заинтересованных сторон.

В дополнение к постепенному или продолжающемуся постоянному улучшению высшему руководству необходимо также рассматривать проекты прорыва, ведущие к изменению процессов, как способ улучшения деятельности организации. В ходе таких изменений руководству следует предпринимать шаги по обеспечению ресурсами и обмену информацией, необходимые для поддержания функций системы менеджмента качества.

Высшему руководству необходимо определить процессы жизненного цикла продукции, так как от них непосредственно зависит успех организации. Высшему руководству следует также определить те вспомогательные процессы, которые воздействуют либо на результативность и эффективность процессов жизненного цикла, либо на запросы и ожидания заинтересованных сторон.

Руководству надо убедиться, что процессы функционируют как результативная и эффективная система. Руководство должно анализировать и оптимизировать взаимодействие этих процессов, рассматривая как процессы жизненного цикла продукции, так и вспомогательные процессы.

Необходимо обратить внимание на:

- проектирование последовательных и взаимодействующих процессов для эффективного достижения желаемых результатов;
- четкое определение и управление входами процессов, их реализацией и выходами;
- мониторинг входов и выходов для верификации того, что отдельные процессы взаимосвязаны и выполняются результативно и эффективно;
- определение и менеджмент рисков, а также использование возможностей для улучшения деятельности;
- проведение анализа данных, способствующего постоянному улучшению процессов;
- определение руководителей процессов и наделение их полнотой ответственности и полномочиями;
- менеджмент каждого процесса для достижения целей этого процесса;
- потребности и ожидания заинтересованных сторон.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

5 Ответственность руководства

5.1 Обязательства руководства

Высшее руководство должно обеспечивать наличие свидетельств принятия обязательств по разработке и внедрению системы менеджмента качества, а также по постоянному улучшению ее результативности посредством:

- а) доведения до сведения организации важности выполнения требований потребителей, также законодательных и обязательных требований;
- б) разработки политики в области качества;
- в) обеспечения разработки целей в области качества;
- г) проведения анализа со стороны руководства;
- д) обеспечения необходимыми ресурсами.

5.2 Потребности и ожидания заинтересованных сторон

5.2.1 Общие положения

У каждой организации есть заинтересованные в ее деятельности стороны, каждая из которых имеет свои потребности и ожидания.

Заинтересованные стороны организаций включают:

- потребителей и конечных пользователей;
- работников организации;
- владельцев/инвесторов (таких, как акционеры, отдельные лица или группы, включая общественный сектор, имеющие конкретный интерес в организации);
- поставщиков и партнеров;

- общество в виде различных объединений и государственных структур, на которые организация или ее продукция оказывают воздействие.

5.2.2 Потребности и ожидания

Успех организации зависит от понимания и удовлетворения текущих и будущих потребностей и ожиданий нынешних и потенциальных потребителей и конечных пользователей, а также от понимания и учета потребностей и ожиданий других заинтересованных сторон.

Для понимания и удовлетворения потребностей и ожиданий заинтересованных сторон организации необходимо:

- определить свои заинтересованные стороны и поддерживать способность сбалансированно отвечать на их потребности и ожидания;
- преобразовать определенные потребности и ожидания в требования;
- довести требования до сведения всего персонала организации;
- сконцентрироваться на улучшении процессов с целью обеспечения ценности для заинтересованных сторон.

Для удовлетворения потребностей и ожиданий потребителей и конечных пользователей руководству организации следует:

- понять потребности и ожидания своих потребителей, в том числе потенциальных потребителей;
- установить основные характеристики продукции, предназначенной для ее потребителей и конечных пользователей;
- определить и оценить конкурентную обстановку на своем рынке;
- определить возможности рынка, слабые стороны и будущие преимущества в конкурентной борьбе.

Примеры потребностей и ожиданий потребителей и конечных пользователей продукции организации:

- соответствие требованиям;
- надежность;
- наличие;
- поставка;
- деятельность после завершения жизненного цикла продукции;
- цена и стоимость жизненного цикла;
- безопасность продукции;
- ответственность за качество продукции;
- воздействие на окружающую среду.

Организации следует определить потребности и ожидания своих работников в признании их деятельности, удовлетворенности работой, а также в их развитии. Такое внимание помогает обеспечивать наиболее полное вовлечение и наиболее сильную мотивацию работников.

Организации следует определить финансовые и другие результаты, отвечающие установленным потребностям и ожиданиям владельцев и инвесторов.

Руководству необходимо учитывать потенциальные выгоды для организации от установления партнерства с поставщиками с целью создания ценности для обеих сторон. Партнерство следует базировать на основе совместной стратегии, обмена знаниями, а также на распределении доходов и убытков.

При установлении партнерских отношений организации следует:

- определить основных поставщиков и другие организации в качестве потенциальных партнеров;

- совместно достичь четкого понимания потребностей и ожиданий потребителей;
- совместно достичь четкого понимания потребностей и ожиданий партнеров;
- поставить цели, обеспечивающие возможности постоянного партнерства.

При рассмотрении своих отношений с обществом организации следует:

- демонстрировать свою ответственность в области здоровья и безопасности;
- учитывать воздействие на окружающую среду, включая сохранение энергии и природных ресурсов;
- идентифицировать применимые законодательные и другие обязательные требования;
- идентифицировать текущее и потенциальное воздействие своей продукции, процессов и деятельности на общество в целом и местное сообщество в частности.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

5.2 Ориентация на потребителя

Высшее руководство должно обеспечивать определение и выполнение требований потребителей для повышения их удовлетворенности.

5.2.3 Законодательные и другие обязательные требования

Руководству следует обеспечивать знание организацией законодательных и других обязательных требований, которые применимы к ее продукции, процессам и деятельности, и включить эти требования в систему менеджмента качества. Следует также обращать внимание на:

- разъяснение соответствия текущим и перспективным требованиям с точки зрения этики, результативности и эффективности;
- выгоды для заинтересованных сторон от повышения соответствия требованиям;
- роль организации в защите интересов сообщества.

5.3 Политика в области качества

Высшему руководству необходимо использовать политику в области качества как средство управления организацией с целью улучшения ее деятельности.

Политика организации в области качества должна быть равноправной и согласованной частью общей политики и стратегии организации.

При разработке политики в области качества высшему руководству следует учитывать:

- уровень и вид будущих улучшений, необходимых для успешной деятельности организации;
- ожидаемую или желаемую степень удовлетворенности потребителей;
- развитие работников организации;
- потребности и ожидания других заинтересованных сторон;
- ресурсы, необходимые для выхода за рамки требований ГОСТ Р ИСО 9001;
- потенциальный вклад поставщиков и партнеров.

Политика в области качества может использоваться для улучшения, если она:

- согласуется с прогнозом и стратегией высшего руководства по перспективам организации;
- позволяет понять и преследовать цели в области качества во всей организации;

- подтверждает приверженность высшего руководства качеству и обязательство обеспечивать адекватными ресурсами достижение целей;

- помогает разъяснению этой приверженности качеству во всей организации при четком лидерстве высшего руководства;

- включает постоянное улучшение, связанное с удовлетворением потребностей и ожиданий потребителей и других заинтересованных сторон;

- эффективно сформулирована и умело доведена до сведения всего персонала.

Как и другие виды политики, относящиеся к бизнесу, политику в области качества следует периодически анализировать.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

5.3 Политика в области качества

Высшее руководство должно обеспечивать, чтобы политика в области качества:

а) соответствовала целям организации;

б) включала обязательство соответствовать требованиям и постоянно повышать результативность системы менеджмента качества;

в) создавала основы для постановки и анализа целей в области качества;

г) была доведена до сведения персонала организации и понятна ему;

д) анализировалась на постоянную пригодность.

5.4 Планирование

5.4.1 Цели в области качества

Стратегическое планирование и политика в области качества обеспечивают организации основу для постановки целей в области качества. Высшему руководству следует разработать эти цели, направленные на улучшение деятельности организации. Цели необходимо измерять, чтобы способствовать результативному и эффективному анализу, проводимому руководством.

При разработке этих целей руководство должно учитывать:

- фактические и будущие потребности организации и обслуживаемых рынков;

- соответствующие выводы анализа со стороны руководства;

- фактические характеристики продукции и показатели процессов;

- уровни удовлетворенности заинтересованных сторон;

- результаты самооценки;

- сравнение с лучшими достижениями, результаты анализа конкурентов, возможности для улучшения;

- ресурсы, необходимые для достижения целей.

Цели в области качества необходимо довести до сведения работников организации таким способом, который дает им возможность участвовать в их достижении. Следует определить ответственность за развертывание целей в области качества. Цели надо систематически анализировать и пересматривать по мере необходимости.

5.4 Планирование

5.4.1 Цели в области качества

Высшее руководство организации должно обеспечивать, чтобы цели в области качества, включая те, которые необходимы для выполнения требований к продукции, были установлены в соответствующих подразделениях и на соответствующих ее уровнях. Цели в области качества должны быть измеримыми и согласуемыми с политикой в области качества.

5.4.2 Планирование качества

Руководство должно взять на себя ответственность за планирование качества продукции организации. Это планирование следует направить на определение процессов, требующихся для результативного и эффективного достижения целей и выполнения требований к качеству, соответствующих стратегии организации.

Входными данными для результативного и эффективного планирования являются:

- стратегия организации;
- определенные цели организации;
- определенные потребности и ожидания потребителей и других заинтересованных сторон;
- оценка законодательных и других обязательных требований;
- оценка данных о характеристиках продукции;
- оценка данных о показателях процессов;
- уроки, извлеченные из предыдущего опыта;
- указанные возможности для улучшения;
- оценка соответствующих рисков и данных об их уменьшении.

Выходные данные планирования качества продукции для организации определяют процессы жизненного цикла продукции и вспомогательные процессы, включающие:

- необходимые для организации навыки и знания работников;
- ответственность и полномочия для осуществления планов улучшения процессов;
- необходимые ресурсы, такие, как финансовые ресурсы и инфраструктура;
- совокупность показателей для оценки улучшения деятельности организации;
- потребности в улучшении, включая средства и методы;
- потребности в документации, включая записи.

Выходные данные необходимо систематически анализировать для обеспечения результативности и эффективности процессов организации.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

5.4.2 Планирование создания и развития системы менеджмента качества

Высшее руководство должно обеспечивать:

- а) планирование создания и развития системы менеджмента качества для выполнения требований, приведенных в 4.1, а также для достижения целей в области качества;
- б) сохранение целостности системы менеджмента качества при планировании и внедрении в нее изменений.

5.5 Ответственность, полномочия и обмен информацией

5.5.1 Ответственность и полномочия

Высшему руководству следует определить и довести до сведения персонала ответственность и полномочия с целью внедрения и поддержания в рабочем состоянии результативной и эффективной системы менеджмента качества.

Надо наделить ответственностью и полномочиями всех работников организации, дав им возможность участвовать в достижении целей в области качества и создав условия для их вовлечения, мотивации и принятия ими обязательств.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

5.5 Ответственность, полномочия и обмен информацией

5.5.1 Ответственность и полномочия

Высшее руководство должно обеспечивать определение и доведение до сведения персонала организации ответственности и полномочий.

5.5.2 Представитель руководства

Высшему руководству следует назначить представителя руководства и наделить его полномочиями для управления, постоянного контроля, оценки и координации системы менеджмента качества. Такое назначение призвано содействовать результативной и эффективной работе и улучшению системы менеджмента качества. Представитель подотчетен высшему руководству и поддерживает связи с потребителями и другими заинтересованными сторонами по вопросам, касающимся системы менеджмента качества.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

5.5.2 Представитель руководства

Высшее руководство должно назначить представителя из состава руководства, который независимо от других обязанностей должен нести ответственность и иметь полномочия, распространяющиеся на:

- а) обеспечение разработки, внедрения и поддержания в рабочем состоянии процессов, требуемых системой менеджмента качества;
- б) представление отчетов высшему руководству о функционировании системы менеджмента качества и необходимости улучшения;
- в) содействие распространению понимания требований потребителей по всей организации.

Примечание - В ответственность представителя руководства может быть включено поддержание связи с внешними сторонами по вопросам, касающимся системы менеджмента качества.

5.5.3 Внутренний обмен информацией

Руководство организации должно определить и внедрить результативный и эффективный процесс обмена информацией по вопросам политики в области качества, требований, целей и их достижения. Обеспечение такой информацией может помочь в улучшении деятельности организации и непосредственно вовлекает ее работников в достижение целей в области качества. Руководству следует активно поощрять обратную связь и получение информации от работников организации как средства их вовлечения.

Обмен информацией может, например, включать:

- информирование, проводимое руководством на рабочих участках;
- групповые брифинги и другие совещания, например по признанию достижений;
- использование досок объявлений, внутренних газет/журналов;
- аудио-, видео- и электронные средства, такие, как электронная почта и web-сайты;
- обзоры, подготовленные работниками, и наглядно представленные предложения.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

5.5.3 Внутренний обмен информацией

Высшее руководство должно обеспечивать разработку в организации соответствующих процессов обмена информацией, в том числе по вопросам результативности системы менеджмента качества.

5.6 Анализ со стороны руководства

5.6.1 Общие положения

Высшему руководству необходимо распространить анализ со стороны руководства за пределы верификации результативности и эффективности системы менеджмента качества и превратить этот анализ в процесс, охватывающий всю организацию, который также оценивает эффективность системы. Анализ со стороны руководства следует превратить в трибуну по обмену новыми идеями со стимулированным лидерством высшего руководства, открытой дискуссией и оценкой входных данных.

Для добавления ценности организации по результатам анализа со стороны руководства высшему руководству надо управлять осуществлением процессов жизненного цикла продукции и вспомогательных процессов посредством систематического анализа, основанного на принципах менеджмента качества. Частота анализа устанавливается исходя из потребности организации. Входные данные к процессу анализа необходимо преобразовать в выходные данные, охватывающие не только результативность и эффективность системы менеджмента качества. Результаты анализа предоставляют данные, которые используют при планировании улучшения деятельности организации.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

5.6 Анализ со стороны руководства

5.6.1 Общие положения

Высшее руководство должно анализировать через запланированные интервалы систему менеджмента качества организации с целью обеспечения ее постоянной пригодности, адекватности и результативности. В анализ следует включать оценку возможностей улучшения и потребности в изменениях в системе менеджмента качества организации, в том числе в политике и целях в области качества.

Записи об анализе со стороны руководства должны поддерживаться в рабочем состоянии.

5.6.2 Входные данные для анализа

Входные данные к оценке результативности и эффективности системы менеджмента качества учитывают интересы потребителей и других заинтересованных сторон и содержат:

- статус и результаты достижения целей в области качества и деятельности по улучшению;
- статус пунктов, по которым требовались действия на основе анализа со стороны руководства;
- результаты аудитов (проверок) и самооценки организации;
- обратную связь об удовлетворенности заинтересованных сторон, возможно, даже до момента их участия;
- факторы, связанные с рынком (технологии, исследования и разработки, деятельность конкурентов и т.п.);
- результаты сравнения с лучшими достижениями;
- сведения о работе поставщиков;
- новые возможности улучшения;
- управление несоответствиями процессов и продукции;
- оценку рынка и стратегию;
- статус деятельности по стратегическому партнерству;
- финансовые результаты деятельности, связанной с качеством;
- другие факторы, которые могут воздействовать на организацию, такие, как финансовые, социальные или экологические условия и соответствующие изменения законов и регламентов.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

5.6.2 Входные данные для анализа

Входные данные для анализа со стороны руководства должны включать следующую информацию:

- а) результаты аудитов (проверок);
- б) обратную связь от потребителей;
- в) функционирование процессов и соответствие продукции;
- г) статус предупреждающих и корректирующих действий;
- д) последующие действия, вытекающие из предыдущего анализа со стороны руководства;
- е) изменения, которые могли бы повлиять на систему менеджмента качества;
- ж) рекомендации по улучшению.

5.6.3 Выходные данные анализа

При распространении анализа со стороны руководства на вопросы, выходящие за пределы верификации системы менеджмента качества, результаты такого анализа могут использоваться высшим руководством в качестве входных данных для процессов улучшения. Высшее руководство может применять этот процесс анализа как мощное средство при определении возможностей улучшения деятельности организации. График проведения анализов способствует своевременному обеспечению данными для стратегического планирования в организации. Отобранные выходные данные следует доводить до сведения работников организации, демонстрируя им, как процесс анализа со стороны руководства ведет к постановке новых целей, которые принесут выгоду организации.

Дополнительные выходные данные для повышения эффективности включают, например:

- цели, касающиеся характеристик продукции и показателей процессов;

- цели улучшения деятельности организации;
- оценку пригодности организационной структуры и ресурсов;
- стратегию и инициативы по маркетингу, продукции и удовлетворенности потребителей и других заинтересованных сторон;
- сокращение потерь и планы снижения идентифицированных рисков;
- информацию по стратегическому планированию будущих потребностей организации.

Необходимо иметь достаточно записей для обеспечения прослеживаемости и облегчения оценки самого процесса анализа со стороны руководства, чтобы убедиться в его постоянной эффективности и в добавлении ценности организации.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

5.6.3 Выходные данные анализа

Выходные данные анализа со стороны руководства должны включать все решения и действия:

- а) повышение результативности системы менеджмента качества и ее процессов;
- б) улучшение продукции согласно требованиям потребителей;
- в) потребности в ресурсах.

6 Менеджмент ресурсов

6.1 Общие рекомендации

6.1.1 Введение

Высшее руководство должно определить и обеспечивать наличие ресурсов, необходимых для осуществления стратегии и достижения целей организации. Они включают ресурсы для функционирования и улучшения системы менеджмента качества, а также удовлетворения потребителей и других заинтересованных сторон. К ресурсам можно отнести работников, инфраструктуру, производственную среду, информацию, поставщиков и партнеров, природные и финансовые ресурсы.

6.1.2 Вопросы, которые должны приниматься во внимание

Для улучшения деятельности организации необходимо рассмотреть все вопросы, касающиеся ресурсов, например:

- результативное, эффективное и своевременное предоставление ресурсов с учетом возможностей и ограничений;
- материальные ресурсы, такие, как усовершенствованные производственные и вспомогательные средства;
- нематериальные ресурсы, такие, как интеллектуальная собственность;
- ресурсы и механизмы, содействующие инновационным постоянным улучшениям;
- организационные структуры, включая службы, удовлетворяющие потребности менеджмента проекта и матричного подхода;
- менеджмент информации и технологии;
- повышение компетенции посредством целенаправленной подготовки, образования и обучения;
- развитие навыков и профилей лидерства для будущих менеджеров организации;
- использование природных ресурсов и их воздействие на окружающую среду;
- планирование потребностей в ресурсах на будущее.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

6 Менеджмент ресурсов

6.1 Обеспечение ресурсами

Организация должна определить и обеспечивать ресурсы, требуемые для:

- а) внедрения и поддержания в рабочем состоянии системы менеджмента качества, а также постоянного повышения ее результативности;
- б) повышения удовлетворенности потребителей путем выполнения их требований.

6.2 Работники

6.2.1 Вовлечение работников

Руководству следует улучшить результативность и эффективность организации, в том числе систему менеджмента качества, через вовлечение работников и их поддержку.

В качестве помощи в достижении целей улучшения своей деятельности организации необходимо поощрять вовлечение и развитие своих работников посредством:

- планирования обеспечения постоянной подготовки и карьеры;
- определения ответственности и полномочий персонала;
- разработки индивидуальных и групповых целей, менеджмента выполнения процесса и оценивания результатов;
- содействия вовлечению работников при постановке целей и принятии решений;
- признания и вознаграждения;
- содействия открытому, двустороннему обмену информацией;
- постоянного анализа потребностей своих работников;
- создания условий, поощряющих нововведения;
- обеспечения эффективной групповой работы;
- информирования о предложениях и мнениях;
- использования измерений степени удовлетворенности работников;
- выяснения причин прихода работников в организацию и их увольнения.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

6.2 Человеческие ресурсы

6.2.1 Общие положения

Персонал, выполняющий работу, влияющую на качество продукции, должен быть компетентным в соответствии с полученным образованием, подготовкой, навыками и опытом.

6.2.2 Компетентность, осведомленность и подготовка

6.2.2.1 Компетентность

Руководству следует убедиться в наличии компетентности, требующейся для результативной и эффективной работы организации. Это достигается на основе анализа фактических и ожидаемых потребностей в компетентности в сравнении с уже имеющейся компетентностью работников организации.

В основе соображений по поводу потребностей в компетентности лежат:

- будущие требования, связанные со стратегическими и оперативными планами и целями;
- ожидаемый менеджмент и потребность последовательного применения рабочей силы;
- изменения в процессах организации, средствах и оборудовании;
- оценивание компетентности отдельных работников для выполнения определенных видов деятельности;
- законодательные и другие обязательные требования и стандарты, влияющие на организацию и ее заинтересованные стороны.

6.2.2.2 Осведомленность и подготовка

При планировании потребностей в обучении и подготовки работников необходимо учитывать изменения, вызванные характером процессов, культурой организации и степенью подготовленности работников.

Вооружение работников знаниями, приобретение ими навыков и опыта преследуют цель повышения их компетентности.

В ходе обучения и подготовки подчеркивается важность выполнения требований, потребностей и ожиданий потребителей и других заинтересованных сторон. Подготовка также включает осознание последствий невыполнения требований для организации и ее работников.

Для оказания поддержки достижению целей организации и развитию ее работников при планировании обучения и подготовки работников учитывают:

- опыт работников;
- подразумеваемые и очевидные знания;
- навыки лидерства и менеджмента;
- средства планирования и улучшения;
- групповую работу;
- решение проблем;
- навыки общения;
- культуру и социальное поведение;
- знание рынков, потребностей и ожиданий потребителей и других заинтересованных сторон;
- творчество и новаторство.

Для содействия вовлечению работников обучение и подготовка также включают:

- прогноз будущего организации;
- политику и цели организации;
- организационные изменения и развитие;
- инициирование и внедрение процессов улучшения;
- выгоды от творческой работы и нововведений;
- влияние организации на общество;
- вводный курс для новых работников;

- периодические программы повышения квалификации для уже подготовленных работников.

В планы подготовки следует включать:

- цели;
- программы и методы;
- необходимые ресурсы;
- определение необходимой внутренней поддержки;
- оценивание повышения компетентности работников;
- измерение результативности и влияния на организацию.

Проводимые обучение и подготовку работников необходимо оценивать с точки зрения ожиданий и воздействия на результативность и эффективность организации как средств улучшения планов подготовки кадров на будущее.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

6.2.2 Компетентность, осведомленность и подготовка

Организация должна:

- а) определять необходимую компетентность для персонала, выполняющего работу, которая влияет на качество продукции;
- б) обеспечивать подготовку или предпринимать другие действия с целью удовлетворения этих потребностей;
- в) оценивать результативность предпринятых мер;
- г) обеспечивать осведомленность своего персонала об актуальности и важности его деятельности и вкладе в достижение целей в области качества;
- д) поддерживать в рабочем состоянии соответствующие записи об образовании, подготовке, навыках и опыте.

6.3 Инфраструктура

Руководству следует определить инфраструктуру, необходимую для процессов жизненного цикла продукции, учитывая в то же время потребности и ожидания заинтересованных сторон. Инфраструктура включает в себя такие ресурсы, как производственное помещение, рабочее пространство, средства труда и оборудование, вспомогательные службы, информационные и коммуникационные технологии, а также транспортные средства.

Процесс определения инфраструктуры, необходимой для достижения результативного и эффективного жизненного цикла продукции, включает:

- а) обеспечение инфраструктуры, определенной с точки зрения целей, функциональности, эксплуатационных характеристик, готовности, затрат, безопасности, секретности и возобновления;
- б) разработку и внедрение методов технического обслуживания и ремонта, чтобы убедиться, что инфраструктура продолжает отвечать потребностям организации; эти методы должны учитывать вид и частоту технического обслуживания и ремонта, а также верификацию функционирования каждого элемента инфраструктуры в зависимости от его важности и сферы использования;
- в) оценку инфраструктуры исходя из потребностей и ожиданий заинтересованных сторон;
- г) рассмотрение вопросов окружающей среды, связанных с инфраструктурой, таких, как сохранение природы, загрязнение, отходы и рециклинг.

На инфраструктуру могут воздействовать природные явления, которыми невозможно управлять. В плане инфраструктуры следует учитывать определение и уменьшение соответствующих рисков и отражать стратегию защиты интересов заинтересованных сторон.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

6.3 Инфраструктура

Организация должна определять, обеспечивать и поддерживать в рабочем состоянии инфраструктуру, необходимую для достижения соответствия требованиям к продукции.

Инфраструктура может включать:

- а) здания, рабочее пространство и связанные с ним средства труда;
- б) оборудование для процессов (как технические, так и программные средства);
- в) службы обеспечения (например, транспорт или связь).

6.4 Производственная среда

Руководство должно обеспечивать позитивное влияние производственной среды на мотивацию, удовлетворенность и работу персонала с целью улучшения деятельности организации.

При создании подходящей производственной среды - комбинации человеческого и физического факторов - следует уделять внимание:

- методам творческой работы и возможностям более полного вовлечения с целью реализации потенциала работников организации;
- правилам техники безопасности и методическим указаниям, в том числе по применению средств защиты;
- эргономике;
- размещению рабочих мест;
- социальному взаимодействию;
- средствам обслуживания персонала в организации;
- температуре, влажности, освещению, воздушной вытяжке;
- санитарным условиям, чистоте, шуму, вибрации и загрязнению.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

6.4 Производственная среда

Организация должна создавать производственную среду, необходимую для достижения соответствия требованиям к продукции, и управлять ею.

6.5 Информация

Руководству необходимо обращаться с данными как с фундаментальным источником для преобразования в информацию и постоянного развития базы знаний организации, которая важна при принятии решений, основанных на фактах, и может стимулировать нововведения.

Для менеджмента информации организации следует:

- определить свои потребности в информации;
- определить и получить доступ к внутренним и внешним источникам информации;
- преобразовать информацию в знания, используемые в организации;
- использовать данные, информацию и знания для постановки и реализации целей и стратегии;
- обеспечивать соответствующую безопасность и конфиденциальность;
- проводить оценку выгод, получаемых за счет использования информации, с целью улучшения менеджмента информации и знаний.

6.6 Поставщики и партнеры

Руководству следует установить взаимодействие с поставщиками и партнерами для поддержки и облегчения обмена информацией с целью взаимного улучшения результативности и эффективности процессов, создающих ценность.

У организации имеются различные возможности увеличить ценность посредством работы со своими поставщиками и партнерами, например:

- оптимизация количества поставщиков и партнеров;
- установление двусторонней связи на соответствующих уровнях обеих организаций для содействия быстрому решению проблем и устранения дорогостоящих отсрочек или споров;
- сотрудничество с поставщиками при валидации возможностей их процессов;
- мониторинг способности поставщиков поставлять соответствующую продукцию с целью устранения излишних верификаций;
- стимулирование поставщиков к выполнению программы постоянного улучшения деятельности и к принятию участия в других совместных инициативах по улучшению;
- вовлечение поставщиков в деятельность организации по проектированию и разработке с целью обмена знаниями, результативного и эффективного улучшения процессов жизненного цикла и поставки соответствующей продукции;
- вовлечение партнеров в определение потребностей в закупках и совместную разработку стратегии;
- оценивание, признание и вознаграждение усилий и достижений поставщиков и партнеров.

6.7 Природные ресурсы

Следует учитывать наличие природных ресурсов, которые могут влиять на деятельность организации. Несмотря на то, что такие ресурсы часто находятся вне непосредственного управления со стороны организации, они могут иметь существенное позитивное или негативное влияние на ее результаты. Организация должна иметь планы действий на случай непредвиденных обстоятельств по обеспечению ресурсами или их возобновлению с целью предотвращения или минимизации негативного воздействия на деятельность организации.

6.8 Финансовые ресурсы

Менеджмент ресурсов включает деятельность по установлению потребностей в финансовых ресурсах и их источников. Контроль за финансовыми ресурсами включает сравнение фактического применения с плановым и принятие необходимых действий.

Менеджмент финансовых ресурсов включает планирование, обеспечение наличия и контроль, необходимые для внедрения и поддержания результативной и эффективной системы менеджмента качества и достижения целей организации. Менеджмент также предусматривает разработку прогрессивных финансовых методов для поддержки и поощрения улучшения деятельности организации.

Повышение результативности и эффективности системы менеджмента качества может положительно сказываться на финансовых результатах организации, например:

а) внутренне, посредством сокращения отказов процессов и продукции или расточительного расходования материалов и времени;

б) внешне, посредством сокращения отказов продукции, снижения затрат на компенсацию по поручительствам и гарантиям, а также снижения цены потери потребителей и рынков.

Информация по таким вопросам может также обеспечивать средство установления нерезультативной или неэффективной деятельности и инициировать подходящие действия по улучшению.

Финансовую отчетность по деятельности, связанной с функционированием системы менеджмента качества и соответствием продукции, следует использовать при анализе со стороны руководства.

7 Процессы жизненного цикла продукции

7.1 Общие рекомендации

7.1.1 Введение

Высшее руководство должно обеспечивать результативное и эффективное функционирование процессов жизненного цикла продукции, вспомогательных процессов, а также связанную с ними сеть процессов, с тем чтобы организация могла удовлетворять свои заинтересованные стороны. В то время как процессы жизненного цикла приводят к созданию продукции, добавляющей ценность организации, вспомогательные процессы также необходимы организации, так как они добавляют ценность косвенно.

Любой процесс является последовательностью связанных между собой видов деятельности или деятельностью, которая имеет вход и выход. Руководству следует определить необходимые выходы процессов и идентифицировать необходимые входы и виды деятельности для результативного и эффективного достижения выходов процессов.

Взаимодействие процессов может быть сложным, приводящим к созданию сетей процессов. Для обеспечения результативной и эффективной деятельности организации руководству необходимо признать, что выход одного процесса может стать входом для другого или нескольких других процессов.

7.1.2 Вопросы, которые должны приниматься во внимание

Понимание того, что процесс может быть представлен как последовательность видов деятельности, помогает руководству при определении входов для процесса. После определения входов могут быть определены необходимые виды деятельности, действия и требующиеся ресурсы для процесса с целью достижения желаемых выходов.

Результаты верификации и валидации процессов и выходов следует также рассматривать как входы для процесса с целью достижения постоянного улучшения деятельности и популяризации ее совершенства на всех уровнях организации.

Постоянное улучшение процессов в организации повысит результативность и эффективность системы менеджмента качества и улучшит деятельность организации. В приложении В описывается "Процесс постоянного улучшения", который можно использовать для оказания помощи при определении действий, необходимых для постоянного повышения результативности и эффективности процессов.

Процессы следует задокументировать в той степени, которая требуется для поддержки результативной и эффективной работы.

Документация, связанная с процессами, способствует:

- определению и доведению до сведения персонала важных характеристик процессов;
- подготовке по вопросам функционирования процессов;
- обмену знаниями и опытом в командах и рабочих группах;
- проведению измерений и аудита процессов;
- анализу, пересмотру и улучшению процессов.

Необходимо оценивать роль работников в процессах с тем, чтобы:

- обеспечивать охрану труда персонала;
- обеспечивать наличие требуемых навыков;

- поддерживать координацию процессов;
- обеспечивать входные данные для анализа процессов, получаемые от работников;
- содействовать внедрению нововведений, предлагаемых работниками.

При стимулировании постоянного улучшения деятельности организации акцент следует делать на повышении результативности и эффективности процессов как средстве достижения благоприятных результатов. Возросшие выгоды, повышенная удовлетворенность потребителей, лучшее использование ресурсов и сокращение непроизводительных расходов - это примеры измеряемых результатов, которые были достигнуты при большей результативности и эффективности процессов.

7.1.3 Менеджмент процессов

7.1.3.1 Общие положения

Руководство определяет процессы, необходимые для жизненного цикла продукции, с целью удовлетворения требований потребителей и других заинтересованных сторон. Для обеспечения жизненного цикла продукции следует уделять внимание соответствующим вспомогательным процессам, а также желаемым выходам, этапам процессов, деятельности, потокам, мерам управления, потребностям в подготовке кадров, оборудованию, методам, информации, материалам и другим ресурсам.

Необходимо составить оперативный план по менеджменту процессов, включающий:

- требования к входу и выходу (например, спецификации и ресурсы);
- виды деятельности внутри процессов;
- верификацию и валидацию процессов и продукции;
- анализ процесса, в том числе его надежности;
- определение, оценку и уменьшение рисков;
- корректирующие и предупреждающие действия;
- возможности и действия по улучшению процессов;
- управление изменениями, относящимися к процессам и продукции.

Примерами вспомогательных процессов являются:

- менеджмент информации;
- подготовка работников;
- финансовая деятельность;
- поддержание инфраструктуры и обслуживание;
- применение промышленного оборудования, которое обеспечивает безопасность/защиту;
- маркетинг.

7.1.3.2 Входы, выходы и анализ процесса

Согласно процессному подходу необходимо определить и зарегистрировать входы для процесса с целью обеспечения основы формулирования требований, которые будут применяться при верификации и валидации выходов. По отношению к организации входы могут быть внутренними или внешними.

Решение проблемы, касающейся двусмысленных или противоречивых требований к входу, может потребовать проведения консультаций с внутренними и внешними сторонами, имеющими отношение к этой проблеме. Входные данные, полученные на основе деятельности, полная оценка которой еще не завершена, следует подвергнуть оцениванию посредством последующего анализа, верификации и валидации. Организации рекомендуется идентифицировать важные или критические характеристики продукции и процессов с целью разработки результативного и эффективного плана управления и мониторинга деятельности в ходе процессов.

При рассмотрении вопросов, относящихся ко входу, необходимо принимать во внимание следующее:

- компетентность работников;
- документация;
- возможности и мониторинг оборудования;
- охрана труда, безопасность и производственная среда.

Выходы процесса, верифицированные относительно требований к его входу, включая критерии приемки, должны учитывать потребности и ожидания потребителей и других заинтересованных сторон. В целях верификации выходы следует задокументировать и оценить относительно требований к входу и критериям приемки. Такая оценка определяет необходимые корректирующие, предупреждающие действия или потенциальные возможности повышения результативности и эффективности процесса. Верификацию продукции можно осуществлять в ходе процесса для определения его изменчивости.

Руководство организации проводит периодический анализ характеристик процесса, чтобы убедиться, что процесс соответствует действующему плану. Примеры тем для такого анализа:

- безотказность и повторяемость процесса;
- идентификация и предупреждение потенциального несоответствия;
- адекватность входов и выходов проектирования и разработки;
- согласованность входов и выходов с запланированными целями;
- возможности улучшения;
- неразрешенные вопросы.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

7 Процессы жизненного цикла продукции

7.1 Планирование процессов жизненного цикла продукции

Организация должна планировать и разрабатывать процессы, необходимые для обеспечения жизненного цикла продукции. Планирование процессов жизненного цикла продукции должно быть согласовано с требованиями к другим процессам системы менеджмента качества.

При планировании процессов жизненного цикла продукции организация должна установить, если это целесообразно:

- а) цели в области качества и требования к продукции;
- б) потребность в разработке процессов, документов, а также в обеспечении ресурсами для конкретной продукции;
- в) необходимую деятельность по верификации и валидации, мониторингу, контролю и испытаниям для конкретной продукции, а также критерии приемки продукции;
- г) записи, необходимые для обеспечения свидетельства того, что процессы жизненного цикла продукции и произведенная продукция отвечают требованиям.

Результат этого планирования должен быть в форме, соответствующей практике организации.

Примечания

1 Документ, определяющий процессы системы менеджмента качества (включая процессы жизненного цикла продукции) и ресурсы, которые предстоит применять к конкретной продукции, проекту или контракту, может рассматриваться как план качества.

2 При разработке процессов жизненного цикла продукции организация может также применять требования 7.3.

7.1.3.3 Валидация и изменения продукции и процессов

Руководству необходимо обеспечивать, чтобы валидация продукции демонстрировала ее способность удовлетворять потребности и ожидания потребителей и других заинтересованных сторон. Валидация охватывает моделирование, имитирование и испытания, а также анализ с вовлечением потребителей и других заинтересованных сторон.

Вопросы, которые следует принимать во внимание, включают в себя:

- политику и цели в области качества;
- возможности или квалификацию оборудования;
- условия эксплуатации продукции;
- использование или применение продукции;
- утилизацию продукции;
- жизненный цикл продукции;
- воздействие продукции на окружающую среду;
- воздействие применения природных ресурсов, в том числе материалов и энергии.

Процесс валидации следует проводить через соответствующие интервалы, чтобы обеспечивать своевременную реакцию на изменения, воздействующие на процесс.

Особое внимание уделяется валидации процессов:

- для особо ценной продукции и продукции с критическими требованиями к безопасности;
- там, где недостатки в продукции могут стать очевидными только при использовании;
- там, где валидация не может быть повторена;
- там, где верификация продукции невозможна.

Организации необходимо внедрить процесс результативного и эффективного управления изменениями, чтобы убедиться, что изменения продукции или процессов выгодны организации и удовлетворяют потребностям и ожиданиям заинтересованных сторон. Изменения следует определять, регистрировать, оценивать, анализировать и подвергать управлению, чтобы понять степень их влияния на другие процессы, а также потребности и ожидания потребителей и других заинтересованных сторон.

Любые изменения в процессе, влияющие на характеристики продукции, необходимо регистрировать и доводить до сведения персонала, чтобы поддерживать соответствие продукции и предоставлять информацию по корректирующим действиям или улучшению деятельности организации. Следует определить полномочия для инициирования изменения с целью обеспечения управления.

В случаях, когда выходом процесса является продукция, этот выход утверждают после любого соответствующего изменения, чтобы можно было убедиться в желаемом воздействии последнего.

Может также рассматриваться применение методов моделирования с целью планирования предупреждения отказов или недостатков процессов.

Следует проводить оценку рисков, чтобы оценивать возможность появления рисков и последствия вероятных отказов или недостатков процессов. Результаты необходимо использовать для определения и осуществления предупреждающих действий с целью уменьшения идентифицированных рисков.

Примеры средств оценки рисков:

- анализ характера и последствий отказа;
- анализ дерева отказов;
- диаграммы зависимости;

- методы моделирования;
- прогноз безотказности.

7.2 Процессы, связанные с заинтересованными сторонами

Руководству необходимо обеспечивать определение организацией взаимно приемлемых процессов для результативного и эффективного поддержания связи со своими потребителями и другими заинтересованными сторонами. Организации следует внедрить и поддерживать эти процессы для обеспечения адекватного понимания потребностей и ожиданий заинтересованных сторон и перевода этих потребностей и ожиданий в требования к организации. Эти процессы включают определение и анализ соответствующей информации, а также активное вовлечение потребителей и других заинтересованных сторон.

Примеры соответствующей информации о процессах:

- требования потребителей или других заинтересованных сторон;
- исследование рынка, в том числе данные об отраслях и конечном пользователе;
- контрактные требования;
- анализ конкурентов;
- сравнение с лучшими достижениями;
- процессы, подпадающие под законодательные или другие обязательные требования.

Организации необходимо полностью понять требования потребителей или других заинтересованных сторон до инициирования мероприятий по обеспечению соответствия этим требованиям.

Это понимание и его воздействие должны быть взаимно приемлемыми для участников.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

7.2 Процессы, связанные с потребителями

7.2.1 Определение требований, относящихся к продукции

Организация должна определить:

- а) требования, установленные потребителями, включая требования к поставке и деятельности после поставки;
- б) требования, не определенные потребителем, но необходимые для конкретного или предполагаемого использования, если оно известно;
- в) законодательные и другие обязательные требования, относящиеся к продукции;
- г) любые дополнительные требования, определенные организацией.

7.2.2 Анализ требований, относящихся к продукции

Организация должна анализировать требования, относящиеся к продукции. Этот анализ должен проводиться до принятия организацией на себя обязательства поставлять продукцию потребителю (например, участие в тендерах, принятие контрактов или заказов, принятие изменений к контрактам или заказам) и должен обеспечивать:

- а) определение требований к продукции;
- б) согласование требований контракта или заказа, отличающихся от ранее сформулированных;
- в) способность организации выполнять определенные требования.

Записи результатов анализа и последующих действий, вытекающих из анализа, должны

поддерживаться в рабочем состоянии.

Если потребители не выдвигают документированных требований, организация должна подтвердить их у потребителя до принятия к исполнению.

Если требования к продукции изменены, организация должна обеспечить, чтобы соответствующие документы были исправлены, а заинтересованный персонал был поставлен в известность об изменившихся требованиях.

Примечание - В некоторых ситуациях, таких как продажи, осуществляемые через Интернет, практически нецелесообразно проводить официальный анализ каждого заказа. Вместо этого анализ может распространяться на соответствующую информацию о продукции, такую как каталоги или рекламные материалы.

7.2.3 Связь с потребителями

Организация должна определять и осуществлять эффективные меры по поддержанию связи с потребителями, касающиеся:

- а) информации о продукции;
- б) прохождения запросов, контракта или заказа, включая поправки;
- в) обратной связи от потребителей, включая жалобы потребителей.

7.3 Проектирование и разработка

7.3.1 Общие рекомендации

Высшему руководству следует удостовериться, что в организации определены, внедрены и поддерживаются в рабочем состоянии необходимые процессы проектирования и разработки для результативного и эффективного реагирования на потребности и ожидания своих потребителей и других заинтересованных сторон.

При проектировании и разработке продукции или процессов руководству необходимо обеспечивать способность организации учитывать не только свою основную деятельность и свои функции, но и все факторы, содействующие тому, чтобы характеристики продукции и показатели процессов соответствовали ожиданиям потребителей и других заинтересованных сторон. Например, организация должна принимать во внимание жизненный цикл продукции, охрану труда, возможность проведения испытаний, пригодность, простоту в использовании, надежность, долговечность, эргономику, внешнюю среду, утилизацию продукции, а также определенные риски.

Руководство также несет ответственность за принятие мер по идентификации и уменьшению потенциального риска для пользователей продукции и процессов организации. Следует проводить оценивание рисков, чтобы оценить возможность их появления и последствия вероятных отказов или недостатков продукции или процессов. Результаты оценки надо использовать для определения и осуществления предупреждающих действий с целью уменьшения идентифицированных рисков.

Примеры средств оценивания рисков проектирования и разработки:

- анализ причин и последствий отказов проекта;
- анализ дерева отказов;
- прогноз безотказности;
- диаграммы зависимости;
- методы ранжирования;
- методы моделирования.

7.3 Проектирование и разработка

7.3.1 Планирование проектирования и разработки

Организация должна планировать и управлять проектированием и разработкой продукции.

В ходе планирования проектирования и разработки организация должна устанавливать:

а) стадии проектирования и разработки;

б) проведение анализа, верификацию и валидацию, соответствующих каждой стадии проектирования и разработки;

в) ответственность и полномочия в области проектирования и разработки.

Организация должна управлять взаимодействием различных групп, занятых проектированием и разработкой, с целью обеспечения эффективной связи и четкого распределения ответственности.

Результаты планирования должны актуализироваться, если это целесообразно, по ходу проектирования и разработки.

7.3.2 Входные и выходные данные для проектирования и разработки

Организация должна определить входные данные для процесса, влияющие на проектирование и разработку продукции и содействующие результативной и эффективной его работе с целью удовлетворения потребностей и ожиданий потребителей, а также других заинтересованных сторон. Эти внешние потребности и ожидания в сочетании с внутренними запросами организации должны быть пригодными для перевода во входные требования к процессам проектирования и разработки.

Примеры:

а) внешние входные данные:

- потребности и ожидания потребителей или рынка;

- потребности и ожидания других заинтересованных сторон;

- вклад поставщиков;

- входные данные пользователя, направленные на создание стабильного проекта и разработки;

- изменения в соответствующих законодательных и других обязательных требованиях;

- международные или национальные стандарты;

- промышленные кодексы установившейся практики;

б) внутренние входные данные:

- политика и цели;

- потребности и ожидания работников организации, включая лиц, получающих выходные данные процессов;

- технологические разработки;

- требования к компетентности проектировщиков и разработчиков;

- обратная информация о прошлом опыте;

- записи и данные о существующих процессах и продукции;

- выходы других процессов;

в) входные данные, определяющие те характеристики процессов или продукции, которые являются критическими для их безопасности, правильного функционирования и обслуживания, такие, как данные о:

- работе, монтаже и применении;
- хранении, погрузочно-разгрузочных работах и поставке;
- физических параметрах и окружающей среде;
- требованиях к утилизации продукции.

Существенное значение могут иметь входные данные, связанные с продукцией, которые основаны на оценке потребностей и ожиданий конечных пользователей, а также непосредственных потребителей. Эти входные данные необходимо сформулировать так, чтобы продукцию можно было результативно и эффективно верифицировать и валидировать.

Выходные данные включают информацию, позволяющую провести верификацию и валидацию на соответствие запланированным требованиям.

Примеры выхода проектирования и разработки:

- данные, подтверждающие сравнение входов для процесса с выходами процесса;
- спецификации на продукцию, в том числе критерии приемки;
- спецификации на процесс;
- спецификации на материалы;
- спецификации на испытания;
- требования к подготовке кадров;
- информация о пользователе и потребителе;
- требования к закупкам;
- протоколы проверки соответствия техническим условиям.

Выходы проектирования и разработки следует проанализировать по отношению к входам с целью обеспечения объективного свидетельства того, что выходы результативно и эффективно отвечают требованиям к процессу и продукции.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

7.3.2 Входные данные для проектирования и разработки

Входные данные, относящиеся к требованиям к продукции, должны быть определены, а записи должны поддерживаться в рабочем состоянии.

Входные данные должны включать:

- а) функциональные и эксплуатационные требования;
- б) соответствующие законодательные и другие обязательные требования;
- в) там, где это целесообразно, информацию, взятую из предыдущих аналогичных проектов;
- г) другие требования, важные для проектирования и разработки.

Эти входные данные должны анализироваться на достаточность. Требования должны быть полными, недвусмысленными и непротиворечивыми.

7.3.3 Выходные данные проектирования и разработки

Выходные данные проектирования и разработки должны быть представлены в форме, позволяющей провести верификацию относительно входных требований к проектированию и разработке, а также должны быть утверждены до их последующего использования.

Выходные данные проектирования и разработки должны:

- а) соответствовать входным требованиям к проектированию и разработке;
- б) обеспечивать соответствующей информацией по закупкам, производству и обслуживанию;
- в) содержать критерии приемки продукции или ссылки на них;
- г) определять характеристики продукции, существенные для ее безопасного и правильного использования.

7.3.3 Анализ проекта и разработки

Высшему руководству необходимо обеспечивать назначение соответствующих работников для управления и проведения систематического анализа, чтобы установить, достигнуты ли цели в области проектирования и разработки. Такие анализы могут проводиться в выбранных точках процесса проектирования и разработки, а также после его завершения.

Объектами таких анализов являются:

- адекватность входов для выполнения заданий по проектированию и разработке;
- ход запланированного процесса проектирования и разработки;
- соответствие целям верификации и валидации;
- оценка потенциальных рисков или причин отказов при использовании продукции;
- данные жизненного цикла, касающиеся характеристик продукции;
- управление изменениями и их последствия в ходе проектирования и разработки;
- определение и устранение проблем;
- возможности для улучшения процесса проектирования и разработки;
- потенциальное воздействие продукции на окружающую среду.

На подходящих стадиях организации следует также проводить анализы выходов проектирования и разработки и процессов для удовлетворения потребностей и ожиданий потребителей, а также работников организации, получающих выходные данные процесса. Надо также уделять внимание потребностям и ожиданиям других заинтересованных сторон.

Примеры деятельности по верификации выходов процесса проектирования и разработки:

- сравнения требований к входу по отношению к выходу процесса;
- применение сравнительных методов, таких, как альтернативные расчеты при проектировании и разработке;
- оценка по отношению к аналогам;
- проверка, моделирование и испытания с целью контроля соответствия конкретным требованиям к входным данным;
- оценка уроков, извлеченных из прошлого опыта, таких как несоответствия и недостатки процесса.

Валидация выходов процессов проектирования и разработки важна для успешного их получения и использования потребителями, поставщиками, работниками организации и другими заинтересованными сторонами.

Участие сторон позволяет фактическим пользователям оценивать выходы с помощью валидации:

- инженерного дизайна до конструирования, монтажа или применения;
- выходов программного средства до монтажа или использования;
- услуг до широкого их введения.

Может потребоваться частичная валидация выходных данных проектирования и разработки с целью обеспечения уверенности в их будущем применении.

В ходе верификации и валидации необходимо собрать достаточно данных, позволяющих проанализировать методы проектирования и разработки, а также принятые решения.

Анализ методов включает:

- улучшение процессов и продукции;
- применимость выходных данных;
- адекватность записей процесса и анализа;
- деятельность по исследованию отказов;
- будущие потребности процесса проектирования и разработки.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

7.3.4 Анализ проекта и разработки

На тех стадиях, где это целесообразно, должен проводиться систематический анализ проекта и разработки в соответствии с запланированными мероприятиями с целью:

- а) оценивания способности результатов проектирования и разработки удовлетворять требованиям;
- б) выявления любых проблем и внесения предложений по необходимым действиям.

В состав участников такого анализа должны включаться представители подразделений, имеющих отношение к анализируемой(ым) стадии(ям) проектирования и разработки. Записи результатов анализа и всех необходимых действий должны поддерживаться в рабочем состоянии.

7.3.5 Верификация проекта и разработки

Верификация должна осуществляться в соответствии с запланированными мероприятиями, чтобы удостовериться, что выходные данные проектирования и разработки соответствуют входным требованиям для проектирования и разработки. Записи результатов верификации и всех необходимых действий должны поддерживаться в рабочем состоянии.

7.3.6 Валидация проекта и разработки

Валидация проекта и разработки должна осуществляться в соответствии с запланированными мероприятиями, чтобы удостовериться, что полученная в результате продукция соответствует требованиям к установленному или предполагаемому использованию, если оно известно. Где это практически целесообразно, валидация должна быть завершена до поставки или применения продукции. Записи результатов валидации и всех необходимых действий должны поддерживаться в рабочем состоянии.

7.3.7 Управление изменениями проекта и разработки

Изменения проекта и разработки должны быть идентифицированы, а записи должны поддерживаться в рабочем состоянии. Изменения должны быть проанализированы, верифицированы и подтверждены соответствующим образом, а также согласованы до внесения. Анализ изменений проекта и разработки должен включать оценку влияния изменений на составные части и уже поставленную продукцию.

Записи результатов анализа изменений и любых необходимых действий должны поддерживаться в рабочем состоянии.

7.4 Закупки

7.4.1 Процесс закупок

Высшему руководству организации следует обеспечивать определение и внедрение результативных и эффективных процессов закупок для оценки и управления закупленной продукцией, с тем чтобы она удовлетворяла потребностям и требованиям организации, а также заинтересованных сторон.

С целью оптимизации информирования о требованиях необходимо рассмотреть использование электронной связи с поставщиками.

Для результативной и эффективной деятельности организации руководству следует включить в процессы закупок:

- своевременное, результативное и точное определение потребностей и требований к закупаемой продукции;
- оценку стоимости закупаемой продукции с учетом характеристик продукции, цены и поставки;
- потребность организации и критерии верификации закупленной продукции;
- уникальные процессы поставщиков;
- управление контрактом применительно к мероприятиям как поставщика, так и партнеров;
- гарантийную замену несоответствующей закупленной продукции;

- требования к материально-техническому обеспечению;
- идентификацию и прослеживаемость продукции;
- сохранение продукции;
- документацию, включая записи;
- управление закупленной продукцией, имеющей отклонения от требований;
- доступ на предприятия поставщика;
- сведения о поставке продукции, монтаже или применении;
- развитие поставщиков;
- определение и уменьшение рисков, связанных с закупленной продукцией.

Требования к продукции поставщика и его процессам следует разрабатывать вместе с поставщиками, извлекая выгоду из знаний этих поставщиков. Организация могла бы также вовлекать поставщиков в процесс закупок их продукции для повышения результативности и эффективности процесса закупок организации. Это могло бы также помочь организации в управлении и обеспечении наличия ее запасов.

Организации необходимо определить потребность в записях, касающихся верификации, информирования и реагирования на несоответствия продукции с целью подтверждения своего собственного соответствия требованиям.

7.4.2 Процесс управления поставщиками

Организации следует разработать результативные и эффективные процессы определения потенциальных источников для закупаемых материалов с целью развития имеющихся поставщиков или партнеров и оценки их способностей поставлять требуемую продукцию, чтобы обеспечивать результативность и эффективность процессов закупок в целом.

Примеры входов для процесса управления поставщиками:

- оценка соответствующего опыта;
- деятельность поставщиков в сравнении с деятельностью конкурентов;
- анализ качества закупленной продукции, цены, осуществления поставки и реагирования на проблемы;
- аудиты систем менеджмента поставщиков и оценка их потенциальной способности обеспечивать потребителей необходимой продукцией результативно, эффективно и в соответствии с графиком;
- контролирование сведений и имеющихся данных поставщика об удовлетворенности потребителей;
- финансовая оценка обеспечения жизнеспособности поставщиков в течение предполагаемого периода поставки и сотрудничества;
- реагирование поставщиков на запросы, котировки и участие в тендерах;
- возможности обслуживания, монтажа и поддержки со стороны поставщиков и предыстория работы в соответствии с требованиями;
- осведомленность поставщиков и соответствие применимым законодательным и другим обязательным требованиям;
- возможности материально-технического обеспечения со стороны поставщиков, включая местонахождение и ресурсы;
- положение и роль поставщика в сообществе, а также его восприятие обществом.

Руководству необходимо рассмотреть действия, требующиеся для поддержания работы организации и удовлетворения заинтересованных сторон в случае невыполнения требований поставщиками.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

7.4 Закупки

7.4.1 Процесс закупок

Организация должна обеспечивать соответствие закупленной продукции установленным требованиям к закупкам. Тип и степень управления, применяемые по отношению к поставщику и закупленной продукции, должны зависеть от ее воздействия на последующие стадии жизненного цикла продукции или готовую продукцию.

Организация должна оценивать и выбирать поставщиков на основе их способности поставлять продукцию в соответствии с требованиями организации. Должны быть разработаны критерии отбора, оценки и повторной оценки. Записи результатов оценивания и любых необходимых действий, вытекающих из оценки, должны поддерживаться в рабочем состоянии.

7.4.2 Информация по закупкам

Информация по закупкам должна описывать заказанную продукцию, включая, где это необходимо:

- а) требования к утверждению продукции, процедур, процессов и оборудования;
- б) требования к квалификации персонала;
- в) требования к системе менеджмента качества.

Организация должна обеспечивать адекватность установленных требований к закупкам до их сообщения поставщику.

7.4.3 Верификация закупленной продукции

Организация должна разработать и осуществлять контроль или другую деятельность, необходимую для обеспечения соответствия закупленной продукции установленным требованиям к закупкам.

Если организация или ее потребитель предполагают осуществить верификацию на предприятии поставщика, то организация должна установить в информации по закупкам предполагаемые меры по проверке и порядок выпуска продукции у поставщика.

7.5 Операции по производству и обслуживанию

7.5.1 Операции и процессы жизненного цикла продукции

Высшее руководство организации не должно ограничиваться управлением процессами жизненного цикла продукции для достижения соответствия требованиям и обеспечения выгод заинтересованным сторонам.

Этого можно добиться посредством улучшения результативности и эффективности процессов жизненного цикла продукции и соответствующих вспомогательных процессов, таких как:

- сокращение непроизводительных расходов;
- подготовка работников;
- обмен информацией и ее регистрация;
- развитие возможностей поставщиков;
- улучшение инфраструктуры;
- предупреждение проблем;
- методы обработки и возможности процесса;
- методы мониторинга.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

7.5 Производство и обслуживание

7.5.1 Управление производством и обслуживанием

Организация должна планировать и обеспечивать производство и обслуживание в управляемых условиях.

Управляемые условия должны включать, если это целесообразно:

- а) наличие информации, описывающей характеристики продукции;
- б) наличие рабочих инструкций в случае необходимости;
- в) применение подходящего оборудования;
- г) наличие и применение контрольных и измерительных приборов;
- д) проведение мониторинга и измерений;
- е) осуществление выпуска, поставки и действий после поставки продукции.

7.5.2 Валидация процессов производства и обслуживания

Организация должна подтверждать все процессы производства и обслуживания, результаты которых нельзя проверить посредством последовательного мониторинга или измерения. К ним относятся все процессы, недостатки которых становятся очевидными только после начала использования продукции или после предоставления услуги.

Валидация должна продемонстрировать способность этих процессов достигать запланированных результатов.

Организация должна разработать меры по этим процессам, включая, если это приемлемо:

- а) определенные критерии для анализа и утверждения процессов;
- б) утверждение соответствующего оборудования и квалификации персонала;
- в) применение конкретных методов и процедур;
- г) требования к записям;
- д) повторную валидацию.

7.5.2 Идентификация и прослеживаемость

С целью сбора данных, которые можно использовать для улучшения, организация может разработать процесс идентификации и прослеживания, выходящий за рамки требований.

Потребность в идентификации и прослеживаемости может исходить из:

- статуса продукции, в том числе статуса деталей серийного производства;
- статуса и возможностей процессов;
- данных по сравнению с лучшими достижениями, например результатов маркетинговых исследований;
- контрактных требований, таких, как возможность отзыва продукции;
- соответствующих законодательных и других обязательных требований;
- предполагаемого использования или применения;

- опасных материалов;
- уменьшения идентифицированных рисков.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

7.5.3 Идентификация и прослеживаемость

Если это целесообразно, организация должна идентифицировать продукцию при помощи соответствующих средств на всех стадиях ее жизненного цикла.

Организация должна идентифицировать статус продукции по отношению к требованиям мониторинга и измерений.

Если прослеживаемость является требованием, то организация должна управлять специальной идентификацией продукции и регистрировать ее.

Примечание - В ряде отраслей промышленности менеджмент конфигурации является средством, с помощью которого поддерживается идентификация и прослеживаемость. Вопросы менеджмента конфигурации отражены в ИСО 10007-95.

7.5.3 Собственность потребителей

Организации необходимо идентифицировать ответственность в отношении собственности и других активов, принадлежащих потребителям и другим заинтересованным сторонам и находящимся под ее управлением, с целью защиты ценности собственности.

Примеры собственности потребителей:

- составные части или компоненты, поставленные для включения в продукцию;
- продукция, поставленная для ремонта, технического обслуживания и ремонта или модернизации;
- упаковочные материалы, поставленные непосредственно потребителями;
- материалы потребителей, предназначенные для операций по услугам, таким, как хранение;
- услуги, предоставленные от имени потребителей, такие, как транспортирование собственности потребителей третьей стороне;
- интеллектуальная собственность потребителей, включая спецификации, чертежи и информацию.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

7.5.4 Собственность потребителей

Организация должна проявлять заботу о собственности потребителя, пока она находится под управлением организации или используется ею. Организация должна идентифицировать, верифицировать, защищать и сохранять собственность потребителя, предоставленную для использования или включения в продукцию. Если собственность потребителя утеряна, повреждена или признана непригодной для использования, потребитель должен быть об этом извещен, а записи должны поддерживаться в рабочем состоянии.

Примечание - Собственность потребителя может включать в себя интеллектуальную собственность.

7.5.4 Сохранение соответствия продукции

Руководству следует определить и внедрить процессы погрузочно-разгрузочных работ, упаковки, хранения, консервации и поставки продукции для предотвращения повреждения, ухудшения состояния или неправильного использования в ходе внутренней обработки и окончательной поставки продукции. Руководству необходимо вовлечь поставщиков и партнеров в определение и внедрение результативных и эффективных процессов защиты закупленных материалов.

Руководству следует рассмотреть необходимость в любых специальных требованиях, вытекающих из характера продукции. Специальные требования могут быть связаны с программными и электронными средствами, опасными материалами, продукцией, требующей специального персонала для обслуживания, монтажа или применения, а также продукцией или материалами, являющимися уникальными или незаменимыми.

Руководству следует определить ресурсы, необходимые для поддержания в рабочем состоянии продукции в течение ее жизненного цикла для предупреждения повреждения, порчи или неправильного использования. Организация сообщает вовлеченным заинтересованным сторонам информацию по ресурсам и методам, требующимся для сохранения предполагаемого использования продукции в течение всего ее жизненного цикла.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

7.5.5 Сохранение соответствия продукции

Организация должна сохранять соответствие продукции в ходе внутренней обработки и в процессе поставки к месту назначения. Это сохранение должно включать идентификацию, погрузочно-разгрузочные работы, упаковку, хранение и защиту. Сохранение должно также применяться и к составным частям продукции.

7.6 Управление устройствами для мониторинга и измерений

Руководству следует определить и внедрить результативные и эффективные процессы, включая методы и устройства, используемые при верификации и валидации продукции и процессов для обеспечения удовлетворенности потребителей и других заинтересованных сторон. Эти процессы включают наблюдения, моделирование и другую деятельность по измерению и мониторингу.

Для обеспечения уверенности в данных в процессы измерения и мониторинга необходимо включать подтверждение того, что устройства пригодны для использования и поддерживаются в рабочем состоянии с соответствующей точностью и согласно принятым эталонам, а также включать средства определения статуса устройств.

Организация должна рассматривать и другие средства устранения потенциальных ошибок в процессах, например блокировку, с целью верификации результатов процессов для минимизации потребности в управлении устройствами для измерений и мониторинга, а также добавления ценности заинтересованным сторонам.

7.6 Управление устройствами для мониторинга и измерений*

* Требования раздела 7.6 применяют наряду с метрологическими правилами и нормами, имеющими обязательную силу на территории Российской Федерации, которые содержатся в нормативных документах по обеспечению единства измерений, утверждаемых Госстандартом России в соответствии с Законом Российской Федерации "Об обеспечении единства измерений".

Организация должна определить мониторинг и измерения, которые предстоит осуществлять, а также устройства для мониторинга и измерений, необходимые для обеспечения свидетельства соответствия продукции установленным требованиям.

Организация должна разработать процессы для подтверждения того, что способ мониторинга и измерения совместим с требованиями к мониторингу и измерениям.

Там, где необходимо обеспечивать имеющие законную силу результаты, измерительное оборудование должно быть:

а) откалибровано или поверено в установленные периоды или перед его применением по образцовым эталонам, передающим размеры единиц в сравнении с международными или национальными эталонами. При отсутствии таких эталонов база, использованная для калибровки или поверки, должна быть зарегистрирована;

б) отрегулировано или повторно отрегулировано по мере необходимости;

в) идентифицировано с целью установления статуса калибровки;

г) защищено от регулировок, которые сделали бы недействительными результаты измерения;

д) защищено от повреждения и ухудшения состояния в ходе обращения, технического обслуживания и хранения.

Кроме того, организация должна оценить и зарегистрировать правомочность предыдущих результатов измерения, если обнаружено, что оборудование не соответствует требованиям. Организация должна предпринять соответствующее действие в отношении такого оборудования и любой измеренной продукции. Записи результатов калибровки и поверки должны поддерживаться в рабочем состоянии.

Если при мониторинге и измерении установленных требований используют компьютерные программные средства, их способность удовлетворять предполагаемому применению должна быть подтверждена. Это должно быть осуществлено до начала применения и повторно подтверждено по мере необходимости.

Примечание - См. ИСО 10012-1 и ИСО 10012-2.

8 Измерение, анализ и улучшение

8.1 Общие рекомендации

8.1.1 Введение

Измерение данных важно для принятия решений, основанных на фактах. Высшему руководству следует обеспечивать эффективное измерение, сбор и валидацию данных, чтобы убедиться в результативной работе организации и удовлетворенности заинтересованных сторон. Эта деятельность включает анализ действенности и цели измерения, а также предполагаемое использование данных для обеспечения добавленной ценности организации.

Примеры измерения показателей процессов организации:

- измерение и оценка продукции организации;

- возможности процессов;

- достижение целей проекта;
- удовлетворенность потребителей и других заинтересованных сторон.

Организации необходимо постоянно осуществлять мониторинг действий по улучшению своей деятельности и регистрировать их реализацию, так как это может обеспечивать данные для будущих улучшений.

Результаты анализа данных, полученных в ходе деятельности по улучшению, служат одним из входов для анализа со стороны руководства с целью обеспечения информации по улучшению деятельности организации.

8.1.2 Вопросы, которые должны приниматься во внимание

При измерении, анализе и улучшении необходимо учитывать, что:

- а) данные измерений следует преобразовывать в информацию и знания, которые пойдут на пользу организации;
- б) измерение, анализ и улучшение продукции и процессов необходимо использовать для расстановки соответствующих приоритетов организации;
- в) применяемые организацией методы измерения следует периодически анализировать, а данные верифицировать на постоянной основе на точность и полноту;
- г) сравнение с лучшими достижениями отдельных процессов необходимо использовать как средство улучшения результативности и эффективности процессов;
- д) измерения удовлетворенности потребителей следует рассматривать как жизненно важные для оценки деятельности организации;
- е) использование измерений, сбор и доведение до сведения всех заинтересованных сторон полученной информации существенны для организации и составляют основу улучшения ее деятельности и вовлечения заинтересованных сторон; такая информация должна быть актуальной и иметь четко определенное назначение;
- ж) следует применять соответствующие средства передачи информации, вытекающей из анализа измерений;
- з) результативность и эффективность поддержания связи с заинтересованными сторонами необходимо измерять, чтобы установить, своевременно и четко ли понята информация;
- и) если критерии показателей процессов и характеристик продукции удовлетворяются, может быть целесообразно по-прежнему проводить мониторинг и анализ данных о характеристиках с целью лучшего понимания их природы;
- к) использование соответствующих статистических или других методов может помочь в понимании отклонений как процесса, так и измерения и может, следовательно, улучшить показатели процесса и характеристики продукции посредством управления такими отклонениями;
- л) следует периодически обсуждать самооценку в целях оценивания полноты развития системы менеджмента качества, уровня работы организации, а также определения возможностей для улучшения деятельности (см. приложение А).

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

8 Измерение, анализ и улучшение

8.1 Общие положения

Организация должна планировать и применять процессы мониторинга, измерения, анализа и улучшения, необходимые для:

- а) демонстрации соответствия продукции;
- б) обеспечения соответствия системы менеджмента качества;
- в) постоянного повышения результативности системы менеджмента качества.

Это должно включать определение применимых методов, в том числе статистических, и область их использования.

8.2 Измерение и мониторинг

8.2.1 Измерение и мониторинг работы системы

8.2.1.1 Общие положения

Высшее руководство должно обеспечивать, чтобы при определении областей улучшения деятельности системы менеджмента качества использовались результативные и эффективные методы.

Примеры таких методов:

- отслеживание удовлетворенности потребителей и других заинтересованных сторон;
- внутренние аудиты;
- измерение финансовых показателей;
- самооценка.

8.2.1.2 Измерение и мониторинг удовлетворенности потребителей

Измерение и мониторинг удовлетворенности потребителей базируются на анализе информации, связанной с потребителями. Сбор такой информации может быть активным или пассивным. Руководству надо учитывать, что имеется много источников информации, связанной с потребителями, и разработать результативные и эффективные процессы сбора, анализа и использования указанной информации для улучшения деятельности организации. Организации следует определить внутренние и внешние источники информации о потребителях и конечных пользователях, доступные в письменной и устной форме.

Примеры информации, связанной с потребителями:

- обзоры потребителей и пользователей;
- обратная связь по перспективам продукции;
- требования потребителей и информация по контракту;
- потребности рынка;
- данные о предоставлении услуг;
- информация, относящаяся к конкуренции.

Руководству необходимо использовать измерение удовлетворенности потребителей как жизненно важное средство. Запрашивание, измерение и мониторинг организацией обратной связи об удовлетворенности потребителей обеспечивают информацию на постоянной основе. Этот процесс учитывает соответствие требованиям, удовлетворение потребностей и ожиданий потребителей, а также цену и поставку продукции.

Организации следует разработать и использовать источники информации об удовлетворенности потребителей, а также сотрудничать со своими потребителями с целью прогнозирования будущих потребностей. Организации надо планировать и разрабатывать процессы, чтобы результативно и эффективно учитывать мнения потребителей. С помощью планирования этих процессов необходимо определить и внедрить методы сбора данных, включая источники информации, частоту сбора и анализа данных.

Примеры источников информации об удовлетворенности потребителей:

- жалобы потребителей;
- непосредственное общение с потребителями;
- анкетирования и обзоры;
- сбор и анализ данных по субподряду;
- целевые группы;
- отчеты организаций-потребителей;
- сообщения в различных средствах информации;

- изучение отраслей промышленности и экономики.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

8.2 Мониторинг и измерение

8.2.1 Удовлетворенность потребителей

Организация должна проводить мониторинг информации, касающийся восприятия потребителями соответствия организации требованиям потребителей, как одного из способов измерения работы системы менеджмента качества. Должны быть установлены методы получения и использования этой информации.

8.2.1.3 Внутренний аудит

Высшему руководству следует обеспечить разработку результативного и эффективного процесса внутреннего аудита для оценки сильных и слабых сторон системы менеджмента качества. Процесс внутреннего аудита действует как средство менеджмента при независимой оценке любого указанного процесса или вида деятельности. Он предоставляет независимый инструмент для использования при получении объективных свидетельств того, что существующие требования выполнены, так как при внутреннем аудите оценивается результативность и эффективность организации.

Важно, чтобы руководство обеспечивало проведение действий по улучшению, вытекающих из результатов внутреннего аудита. Планирование должно быть гибким, чтобы можно было внести изменения в акценты исходя из выводов и объективных свидетельств, полученных в ходе аудита. Соответствующие входные данные от областей, подлежащих аудиту, а также от других заинтересованных сторон следует учитывать при разработке планов внутренних аудитов.

Объекты рассмотрения при внутреннем аудите:

- результативное и эффективное внедрение процессов;
- возможности постоянного улучшения;
- возможности процессов;
- результативное и эффективное применение статистических методов;
- использование информационных технологий;
- анализ данных о затратах на качество;
- результативное и эффективное использование ресурсов;
- ожидания и результаты функционирования процессов и продукции;
- адекватность и точность измерения деятельности;
- деятельность по улучшению;
- отношения с заинтересованными сторонами.

В отчеты по внутренним аудитам иногда включают свидетельства отличной работы организации, с тем чтобы предоставить возможность руководству признать и отметить работников.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

8.2.2 Внутренние аудиты (проверки)

Организация должна проводить внутренние аудиты (проверки) через запланированные интервалы с целью установления того, что система менеджмента качества:

а) соответствует запланированным мероприятиям, требованиям настоящего стандарта и требованиям к системе менеджмента качества, разработанным организацией;

б) внедрена результативно и поддерживается в рабочем состоянии.

Программа аудитов (проверок) должна планироваться с учетом статуса и важности процессов и участков, подлежащих аудиту, а также результатов предыдущих аудитов. Критерии, область применения, частота и методы аудитов должны быть определены. Выбор аудиторов и проведение аудитов должны обеспечивать объективность и беспристрастность процесса аудита. Аудиторы не должны проверять свою собственную работу.

Ответственность и требования к планированию и проведению аудитов, а также к отчету о результатах и поддержанию в рабочем состоянии записей должны быть определены в документированной процедуре.

Руководство, ответственное за проверяемые области деятельности, должно обеспечивать, чтобы действия предпринимались без излишней отсрочки для устранения обнаруженных несоответствий и вызвавших их причин. Последующие действия должны включать верификацию предпринятых мер и отчет о результатах верификации.

Примечание - См. ГОСТ Р ИСО 10011-1, ГОСТ Р ИСО 10011-2 и ГОСТ Р ИСО 10011-3.

8.2.1.4 Финансовые меры

Руководству необходимо рассматривать преобразование данных, полученных в ходе процессов, в информацию финансового характера для обеспечения сравнимых мер применительно ко всем процессам и содействия повышению результативности и эффективности деятельности организации.

Примеры финансовых мер:

- анализ стоимости предупреждающих и оценочных мер;
- анализ стоимости несоответствия;
- анализ стоимости внутренних и внешних отказов;
- анализ стоимости жизненного цикла.

8.2.1.5 Самооценка

Высшему руководству следует рассматривать вопросы проведения самооценки. Самооценка - тщательное оценивание, обычно проводимое самим руководством организации, итогом которого является мнение или суждение о результативности и эффективности организации и уровне зрелости системы менеджмента качества. Самооценка может использоваться организацией для сравнения своей деятельности с лучшими достижениями внешних организаций и показателями мирового уровня по данному виду деятельности. Она помогает при оценивании улучшения деятельности организации, в то время как процесс внутреннего независимого аудита организации используется для получения объективных свидетельств того, что существующие политика, процедуры или требования выполнены (при внутреннем аудите оцениваются результативность и эффективность системы менеджмента качества).

Масштаб и степень самооценки необходимо планировать исходя из целей и приоритетов организации. Метод самооценки, приведенный в приложении А, направлен на установление степени результативности и эффективности внедрения системы менеджмента качества в организации.

Некоторые преимущества применения метода самооценки, данного в приложении А, заключаются в том, что он:

- прост для понимания;
- легок при использовании;

- требует минимальных ресурсов руководства;
- обеспечивает входные данные для улучшения функционирования системы менеджмента качества организации.

Приложение А является одним из примеров самооценки. Самооценку не следует рассматривать как альтернативу внутреннему или внешнему аудиту качества. Применение метода, описанного в приложении А, может предоставить руководству общую картину деятельности организации и уровня зрелости системы менеджмента качества. Самооценка может также обеспечивать входные данные для определения областей в организации, требующих улучшения, и оказания помощи в расстановке приоритетов.

8.2.2 Измерение и мониторинг процессов

Организации следует определить методы измерения и проводить измерения для оценки выполнения процессов. Организации необходимо включить эти измерения в процессы и использовать при менеджменте процессов.

Измерения применяют при ежедневном менеджменте операций, при оценке процессов, которые могут быть объектами для поэтапных или постоянных улучшений, а также для проектов прорыва согласно прогнозу и стратегическим целям организации.

Необходимо, чтобы измерения выполнения процессов охватывали потребности и ожидания заинтересованных сторон сбалансированно.

Примеры:

- возможности;
- время реагирования;
- продолжительность цикла или производительность;
- измеряемые аспекты надежности;
- выпуск продукции;
- результативность и эффективность работы сотрудников организации;
- применение технологий;
- сокращение непроизводительных расходов;
- распределение и сокращение затрат.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

8.2.3 Мониторинг и измерение процессов

Организация должна применять подходящие методы мониторинга и, где это целесообразно, измерения процессов системы менеджмента качества. Эти методы должны демонстрировать способность процессов достигать запланированных результатов. Если запланированные результаты не достигнуты, то, когда это целесообразно, должны предприниматься коррекции и корректирующие действия для обеспечения соответствия продукции.

8.2.3 Измерение и мониторинг продукции

Организации следует разработать и установить требования к измерению (включая критерии приемки) своей продукции. Измерение продукции надо планировать и осуществлять с целью проверки того, что требования заинтересованных сторон выполнены и использованы для улучшения процессов жизненного цикла продукции.

При выборе методов измерения для обеспечения соответствия продукции требованиям, а также при рассмотрении потребностей и ожиданий потребителей организации необходимо учитывать:

- а) виды характеристик продукции, от которых затем зависят виды измерений, подходящие средства измерения, необходимая точность и требующиеся навыки;

- б) необходимые оборудование, программные средства и инструменты;
- в) расположение подходящих точек измерения в последовательности процесса жизненного цикла продукции;
- г) характеристики, подлежащие измерению в каждой точке, документацию и критерии приемки, которые будут применяться;
- д) установленные потребителями точки для освидетельствования или верификации выбранных характеристик продукции;
- е) контроль или испытания в присутствии заказчика, или осуществляемые законодательными и регламентирующими полномочными органами;
- ж) где, когда и как организация намерена (или это требуется потребителями или законодательными и регламентирующими полномочными органами) привлечь квалифицированную третью сторону для проведения:
 - испытаний типа,
 - контроля или испытаний в ходе процесса,
 - верификации продукции,
 - валидации продукции,
 - квалификации продукции;
- з) квалификацию работников, материалов, продукции, процессов и системы менеджмента качества;
- и) окончательный контроль с целью подтверждения, что деятельность по верификации и валидации завершена и одобрена;
- к) регистрацию результатов измерения продукции.

Организации следует анализировать методы, используемые при измерении продукции, и предусматриваемые записи по верификации, чтобы учитывать возможности улучшения деятельности.

Типичные примеры записей об измерении продукции, которые рассматривались бы при улучшении деятельности:

- протоколы контроля и испытаний;
- уведомления о выпуске материалов;
- бланки приемки продукции;
- сертификаты соответствия, если это необходимо.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

8.2.4 Мониторинг и измерение продукции

Организация должна осуществлять мониторинг и измерять характеристики продукции с целью проверки соблюдения требований к продукции. Это должно осуществляться на соответствующих стадиях процесса жизненного цикла продукции согласно запланированным мероприятиям.

Свидетельства соответствия критериям приемки должны поддерживаться в рабочем состоянии. Записи должны указывать лицо(а), санкционировавшее(ие) выпуск продукции.

До завершения всех запланированных мероприятий выпуск продукции и предоставление услуги не должны осуществляться, если иное не утверждено соответствующим уполномоченным или, где это применимо, потребителем.

8.2.4 Измерение и мониторинг удовлетворенности заинтересованных сторон

Организация должна определить информацию по измерениям, требующуюся для выполнения потребностей заинтересованных сторон (кроме потребителей) и касающуюся процессов организации, с тем чтобы добиться баланса при распределении ресурсов. Такая информация включает измерения, относящиеся к работникам организации, владельцам и инвесторам, поставщикам и партнерам, а также обществу.

Примеры измерений:

а) в отношении своих работников организации следует:

- изучать мнения своих работников о степени удовлетворенности их потребностей и ожиданий;
- проводить оценку индивидуальной и коллективной работы сотрудников и их вклада в результаты организации.

б) в отношении владельцев и инвесторов организации следует:

- оценивать свои способности в достижении поставленных целей;
- оценивать свою финансовую деятельность;
- оценивать воздействие внешних факторов на свои результаты;
- определять ценность, полученную в результате предпринятых действий.

в) в отношении поставщиков и партнеров организации следует:

- изучать мнения поставщиков и партнеров, касающихся их удовлетворенности процессами закупок, осуществляемыми организацией;
- контролировать и обеспечивать обратную связь по деятельности поставщиков и партнеров по их соответствию политике в области закупок организации;
- оценивать качество закупленной продукции, вклад поставщиков и выгоды от взаимоотношений.

г) в отношении общества организации следует:

- определять и отслеживать подходящие данные о результатах, связанных с ее целями, для достижения удовлетворительного взаимодействия с обществом;
- периодически оценивать результативность и эффективность своих действий и восприятие своей деятельности соответствующими слоями общества.

8.3 Управление несоответствиями

8.3.1 Общие положения

Высшему руководству необходимо наделить работников организации полномочиями и ответственностью сообщать о несоответствиях на любой стадии процесса для обеспечения своевременного обнаружения и устранения несоответствий, а также определить полномочия по реагированию на несоответствия с целью поддержания соответствия процессов и продукции требованиям. Организации следует результативно и эффективно управлять идентификацией несоответствующей продукции, изоляцией и утилизацией, чтобы предотвратить неправильное ее использование.

Там, где это практически целесообразно, несоответствия необходимо регистрировать одновременно с указанием места их нахождения, чтобы облегчить изучение и обеспечивать данные для анализа и деятельности по улучшению. Организация может также принять решение о регистрации и управлении несоответствиями, относящимися как к процессам жизненного цикла продукции, так и вспомогательным процессам.

Организация может также рассмотреть зарегистрированную информацию по тем несоответствиям, которые были исправлены в ходе работы. Такие данные могут предоставить ценную информацию по улучшению результативности и эффективности процессов.

8.3.2 Анализ несоответствий и их устранение

Руководство организации должно обеспечить разработку результативного и эффективного процесса проведения анализа и устранения выявленных несоответствий. Необходимо, чтобы анализ несоответствий проводили

уполномоченные лица с целью установления, требуют ли внимания какие-либо тенденции или способы их возникновения. Негативные тенденции рассматриваются на предмет их изменения в лучшую сторону, а также как входные данные для анализа со стороны руководства, когда обсуждаются задачи по их уменьшению и привлечению необходимых ресурсов.

Работникам, осуществляющим анализ, необходимо обладать компетентностью для оценивания общего воздействия несоответствий, а также полномочиями и ресурсами по устранению несоответствий и определению подходящих корректирующих действий. Утверждение устранения несоответствия может быть контрактным требованием потребителей или требованием других заинтересованных сторон.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

8.3 Управление несоответствующей продукцией

Организация должна обеспечивать, чтобы продукция, которая не соответствует требованиям, была идентифицирована и управлялась с целью предотвращения непреднамеренного использования или поставки. Средства управления, соответствующая ответственность и полномочия для работы с несоответствующей продукцией должны быть определены в документированной процедуре.

Организация должна решать вопрос с несоответствующей продукцией одним или несколькими следующими способами:

- а) осуществлять действия с целью устранения обнаруженного несоответствия;
- б) санкционировать ее использование, выпуск или приемку, если имеется разрешение на отклонение от соответствующего полномочного органа и потребителя, где это применимо;
- в) осуществлять действия с целью предотвращения ее первоначального предполагаемого использования или применения.

Записи о характере несоответствий и любых последующих предпринятых действиях, включая полученные разрешения на отклонения, должны поддерживаться в рабочем состоянии.

Когда несоответствующая продукция исправлена, она должна быть подвергнута повторной верификации для подтверждения соответствия требованиям. Если несоответствующая продукция выявлена после поставки или начала использования, организация должна предпринять действия, адекватные последствиям (или потенциальным последствиям) несоответствия.

8.4 Анализ данных

Решения должны быть основаны на анализе данных, полученных в результате измерений, и информации, собранной согласно требованиям настоящего стандарта. В этом контексте организации следует анализировать данные различных источников как для оценки деятельности в сравнении с планами, целями и другими определенными задачами, так и определения областей для улучшения, включая возможные выгоды для заинтересованных сторон.

Решения, основанные на фактах, требуют результативных и эффективных действий, таких как:

- применение утвержденных методов анализа;
- применение соответствующих статистических методов;
- принятие решений и мер, основанных на результатах логического анализа, уравновешивающего опыт и интуицию.

Анализ данных может помочь установить первопричину существующих потенциальных проблем и, следовательно, способствовать принятию решений по корректирующим и предупреждающим действиям, требующимся для улучшения.

Для результативной оценки руководством деятельности организации в целом необходимо обобщить и проанализировать данные и информацию, полученные от всех подразделений организации. Деятельность организации в целом надо отражать в форме, удобной для различных уровней руководства.

Результаты такого анализа могут быть использованы организацией для определения:

- тенденций;
- удовлетворенности потребителей;
- удовлетворенности других заинтересованных сторон;
- результативности и эффективности процессов;
- вклада поставщиков;
- успешного достижения целей по улучшению деятельности;
- экономических аспектов качества, финансовых и рыночных показателей;
- сравнимости своей деятельности с лучшими достижениями;
- конкурентоспособности.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

8.4 Анализ данных

Организация должна определить, собирать и анализировать соответствующие данные для демонстрации пригодности и результативности системы менеджмента качества, а также оценивания, в какой области можно осуществлять постоянное повышение результативности системы менеджмента качества. Данные должны включать информацию, полученную в результате мониторинга и измерения и из других соответствующих источников.

Анализ данных должен предоставлять информацию по:

- а) удовлетворенности потребителей;
- б) соответствию требованиям к продукции;
- в) характеристикам и тенденциям процессов и продукции, включая возможности проведения предупреждающих действий;
- г) поставщикам.

8.5 Улучшение

8.5.1 Общие положения

Руководству следует прежде всего постоянно стремиться к улучшению результативности и эффективности процессов организации, а не ожидать появления проблемы, чтобы выявить возможности улучшения. Диапазон улучшений может быть от постепенных постоянно продолжающихся улучшений до стратегических проектов прорыва в сфере улучшения. Организации необходимо располагать процессом определения и менеджмента деятельности по улучшению. Эти улучшения могут привести к изменениям в продукции или процессах и даже в системе менеджмента качества или в организации.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

8.5 Улучшение

8.5.1 Постоянное улучшение

Организация должна постоянно повышать результативность системы менеджмента качества посредством использования политики и целей в области качества, результатов аудитов, анализа данных, корректирующих и предупреждающих действий, а также анализа со стороны руководства.

8.5.2 Корректирующие действия

Высшее руководство должно обеспечивать использование корректирующих действий как средства улучшения. Планирование корректирующих действий включает оценивание важности проблем и выражается через потенциальное воздействие на такие аспекты, как эксплуатационные затраты, цена несоответствия, характеристики продукции, надежность, безопасность, а также удовлетворенность потребителей и других заинтересованных сторон. В процессе выполнения корректирующих действий принимают участие работники соответствующих служб. При принятии действий необходимо также обращать внимание на результативность и эффективность процессов, подвергать мониторингу сами действия для обеспечения достижения желаемых целей. Следует рассматривать корректирующие действия на предмет включения в анализ со стороны руководства.

После принятия решения о проведении корректирующих действий организации необходимо определить источники информации и собрать информацию для определения корректирующих действий. Определенные корректирующие действия следует направить на устранение причин несоответствий, чтобы избежать повторного возникновения проблем.

Примеры источников информации для рассмотрения корректирующих действий:

- жалобы потребителей;
- отчеты о несоответствиях;
- отчеты о внутренних аудитах;
- выходные данные анализа со стороны руководства;
- выходные данные анализа информации;
- выходные данные измерений удовлетворенности;
- соответствующие записи о системе менеджмента качества;
- работники организации;
- измерения процессов;
- результаты самооценки.

Имеется много способов установления причин несоответствий, включая анализ, проводимый отдельным лицом или группой, назначенной для разработки корректирующих действий. Организации следует определять приоритеты при инвестировании корректирующих действий исходя из возможных последствий рассматриваемой проблемы.

При оценивании потребности в действиях с целью исключения повторения несоответствий организация должна предусмотреть проведение подготовки работников, включенных в проекты корректирующих действий.

Организация включает анализ первопричин, если это целесообразно, в процесс корректирующих действий. Результаты анализа первопричин следует проверить испытанием до определения и инициирования корректирующих действий.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

8.5.2 Корректирующие действия

Организация должна предпринимать корректирующие действия с целью устранения причин несоответствий для предупреждения повторного их возникновения. Корректирующие действия должны быть адекватными последствиям выявленных несоответствий.

Должна быть разработана документированная процедура для определения требований к:

- а) анализу несоответствий (включая жалобы потребителей);
- б) установлению причин несоответствий;
- в) оцениванию необходимости действий, чтобы избежать повторения несоответствий;
- г) определению и осуществлению необходимых действий;
- д) записям результатов предпринятых действий;
- е) анализу предпринятых корректирующих действий.

8.5.3 Предупреждение потерь

Руководство должно планировать уменьшение воздействия потерь в организации с целью поддержания показателей процессов и характеристик продукции. Предупреждение потерь в форме планирования следует применять в отношении процессов жизненного цикла продукции и вспомогательных процессов, а также деятельности и продукции с целью обеспечения удовлетворенности заинтересованных сторон.

Для того, чтобы планирование предупреждения потерь было результативным и эффективным, его надо осуществлять систематически. Систематичность планирования базируется на данных, полученных посредством соответствующих методов, включающих оценку предыдущих сведений по тенденциям и критического состояния деятельности организации и ее продукции. Данные могут быть получены посредством:

- использования средств анализа рисков, таких, как анализ характера и последствий отказа;
- анализа потребностей и ожиданий потребителей;
- анализа рынка;
- использования выходных данных анализа, в том числе анализа со стороны руководства;
- измерений удовлетворенности;
- измерений процессов;
- использования объединяющих источников информации от заинтересованных сторон;
- соответствующих записей системы менеджмента качества;
- уроков, извлеченных из прошлого опыта;
- результатов самооценки;
- процессов, обеспечивающих раннее предупреждение о приближении неуправляемых условий.

Такие данные обеспечивают информацию для разработки результативного и эффективного плана предупреждения потерь и определения приоритетов, касающихся каждого процесса и продукции, чтобы удовлетворять потребности и ожидания заинтересованных сторон.

Результаты оценки эффективности и результативности планов предупреждения потерь следует использовать как выходные данные анализа со стороны руководства и применять их как входные данные для модификации планов, а также как входные данные для процессов улучшения.

ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования

8.5.3 Предупреждающие действия

Организация должна определить действия с целью устранения причин потенциальных несоответствий для предупреждения их появления. Предупреждающие действия должны соответствовать возможным последствиям потенциальных проблем.

Должна быть разработана документированная процедура для определения требований к:

- а) установлению потенциальных несоответствий и их причин;
- б) оцениванию необходимости действий с целью предупреждения появления несоответствий;
- в) определению и осуществлению необходимых действий;
- г) записям результатов предпринятых действий;
- д) анализу предпринятых предупреждающих действий.

8.5.4 Постоянное улучшение деятельности организации

Для содействия обеспечения будущего организации и удовлетворенности заинтересованных сторон руководству необходимо создать культурную среду, способствующую вовлечению работников в активный поиск возможностей улучшения показателей процессов, деятельности и характеристик продукции.

С целью вовлечения работников высшему руководству следует создать среду, в которой полномочия делегируются так, чтобы работники приняли на себя ответственность по определению областей, где организация может улучшить свою деятельность.

Этого можно добиться посредством такой деятельности, как:

- постановка целей перед работниками организаций, а также в рамках проектов;
- сравнение с достижениями конкурентов и лучшей практикой;
- признание и вознаграждение за достижение улучшений;
- наглядность предложений, включая своевременное реагирование руководства.

Для обеспечения структуры деятельности по улучшению высшему руководству необходимо определить и внедрить процесс постоянного улучшения, который можно применять к процессам жизненного цикла продукции, вспомогательным процессам и другой деятельности.

В целях достижения результативности и эффективности процесса улучшения следует уделять внимание процессам жизненного цикла продукции и вспомогательным процессам с точки зрения:

- результативности (например степени выполнения требований);
- эффективности (например расхода ресурсов, выраженных во времени и деньгах на единицу продукции);
- внешних воздействий (например изменения законов и регламентов);
- потенциальной слабости (например отсутствия возможностей или согласованности);
- возможности применения лучших методов;
- управления плановыми и неплановыми изменениями;
- измерения запланированных выгод.

Такой процесс постоянного улучшения необходимо использовать как средство улучшения внутренней результативности и эффективности организации, а также для повышения удовлетворенности потребителей и других заинтересованных сторон.

Руководству следует поддерживать улучшения в форме постепенной продолжающейся деятельности, неотъемлемой от существующих процессов, а также возможностей прорыва для получения максимальной выгоды для организации и заинтересованных сторон.

Примеры входных данных для поддержки процесса улучшения содержат информацию, полученную из:

- данных валидации;
- данных результатов процесса;
- данных испытаний;
- данных самооценки;
- установленных требований и обратной связи от заинтересованных сторон;
- опыта работников организации;
- финансовых данных;
- данных о характеристиках продукции;
- данных о предоставлении услуги.

Руководству следует обеспечивать, чтобы изменения, вносимые в продукцию или процесс, были одобрены, распределены по приоритетам, спланированы, получили материально-техническую поддержку и управлялись в целях удовлетворения требований заинтересованных сторон, а также не превышали возможностей организации.

В приложении Б приведен процесс постоянного улучшения для применения организацией.

ПРИЛОЖЕНИЕ А (справочное)

Рекомендации по самооценке

A.1 Введение

Самооценка - это всестороннее оценивание, итогом которого является мнение или суждение о результативности и эффективности организации и уровне зрелости системы менеджмента качества. Самооценку обычно проводит руководство организации. Цель самооценки заключается в предоставлении организации рекомендаций, основанных на фактах, касающихся областей применения ресурсов для улучшения ее деятельности.

Самооценка может быть полезной при измерении достижений в сравнении с целями, а также для повторной оценки постоянного соответствия этим целям.

В настоящее время существует много моделей самооценки организаций по критериям системы менеджмента качества. Наиболее широко признаваемыми и применяемыми моделями являются модели национальных и региональных премий по качеству, считающиеся также моделями совершенства организаций.

Метод самооценки обеспечивает простой и легкий в применении способ установления уровня развития (зрелости) системы менеджмента качества организации и определения основных областей для улучшения.

Конкретные особенности метода самооценки по ГОСТ Р ИСО 9004 таковы, что он может:

- применяться ко всей системе менеджмента качества или ее части, или к любому процессу;
- применяться к организации в целом или ее части;
- быть быстро осуществлен внутренними средствами;
- быть осуществлен многопрофильной группой или одним работником организации при поддержке высшего руководства;
- сформировать входные данные для более всестороннего процесса самооценки системы менеджмента;

- определить и облегчить расстановку приоритетов возможностей для улучшения;
- способствовать развитию системы менеджмента качества в направлении уровня мирового класса.

Метод самооценки, изложенный в настоящем стандарте, предназначен для оценивания уровней развития системы менеджмента качества по каждому основному разделу ГОСТ Р ИСО 9004 посредством балльной шкалы от 1 (отсутствует формализованная система) до 5 (лучшие показатели в классе деятельности).

В настоящем приложении приведены рекомендации в форме обычных вопросов, которые организация может поставить для оценивания своей деятельности по каждому основному разделу ГОСТ Р ИСО 9004.

Другое преимущество настоящего метода состоит в том, что результаты, контролируемые по времени, могут быть использованы при оценке развития организации.

Настоящий подход к самооценке не заменяет внутренние аудиты системы менеджмента качества или использование существующих моделей премий по качеству.

А.2 Показатели уровней развития (зрелости)

Уровни развития деятельности, охватываемые настоящим методом самооценки, приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 - Уровни развития деятельности

Уровень развития	Характеристика уровня	Пояснения
1	Нет формализованного подхода	Систематический подход к проблемам отсутствует, нет результатов, результаты слабые или непредсказуемые
2	Подход, основанный на реакции на проблемы	Систематический подход, основанный на возникшей проблеме или коррекции; наличие минимальных данных о результатах улучшения
3	Устоявшийся формализованный системный подход	Систематический процессный подход, систематические улучшения на ранней стадии; наличие данных о соответствии целям и существовании тенденций улучшения
4	Акцент на постоянное улучшение	Применение процесса улучшения; хорошие результаты и устойчивые тенденции улучшения
5	Лучшие показатели в классе деятельности	Значительно интегрированный процесс улучшения; лучшие в классе результаты в сравнении с продемонстрированными достижениями

А.3 Вопросы для самооценки

Модели премий по качеству, а также другие модели самооценки имеют широкий диапазон детальных критериев по оценке деятельности систем менеджмента. Самооценка обеспечивает удобный подход к оценке уровня развития организации, базирующийся на разделах 4-8 настоящего стандарта. Каждой организации необходимо разработать комплекс вопросов по тем пунктам настоящего стандарта, которые соответствуют ее потребностям.

Примеры типичных вопросов для самооценки приводятся ниже. Номера подразделов даны в круглых скобках.

Вопрос 1: Менеджмент систем и процессов (4.1)

а) Как руководство применяет процессный подход для достижения результативного и эффективного управления процессами, результатом которого является улучшение деятельности?

Вопрос 2: Документация (4.2)

а) Как используются документы и записи для поддержки результативного и эффективного функционирования процессов организации?

Вопрос 3: Ответственность руководства. Общие рекомендации (5.1)

а) Как высшее руководство подтверждает свое лидерство, обязательства и вовлечение?

Вопрос 4: Потребности и ожидания заинтересованных сторон (5.2)

- а) Как организация определяет потребности и ожидания потребителей на постоянной основе?
- б) Как организация определяет потребности работников в признании, удовлетворенности работой, компетентности и развитии?
- в) Как организация принимает во внимание потенциальные выгоды от установления партнерства со своими поставщиками?
- г) Как организация определяет потребности и ожидания других заинтересованных сторон, которые могут отразиться на постановке целей?
- д) Как организация добивается учета законодательных и других обязательных требований?

Вопрос 5: Политика в области качества (5.3)

- а) Как политика в области качества обеспечивает понимание в организации потребностей и ожиданий потребителей и других заинтересованных сторон?
- б) Как политика в области качества приводит к явным и ожидаемым улучшениям?
- в) Как политика в области качества учитывает прогноз на будущее организации?

Вопрос 6: Планирование (5.4)

- а) Как цели преобразуют политику в области качества в измеряемые показатели?
- б) Как цели организации доводятся до каждого уровня руководства для обеспечения индивидуального вклада в их достижение?
- в) Как руководство обеспечивает наличие ресурсов, необходимых для достижения целей?

Вопрос 7: Ответственность, полномочия и обмен информацией (5.5)

- а) Как высшее руководство обеспечивает установление ответственности и доведение ее до сведения работников организации?
- б) Как доведенные до сведения персонала требования к качеству, цели и достижения содействуют улучшению деятельности организации?

Вопрос 8: Анализ со стороны руководства (5.6)

- а) Как высшее руководство обеспечивает наличие действующей входной информации для анализа со стороны руководства?
- б) Как в деятельности по анализу со стороны руководства учитывается оценка информации по улучшению результативности и эффективности процессов организации?

Вопрос 9: Менеджмент ресурсов. Общие рекомендации (6.1)

- а) Как высшее руководство планирует своевременное наличие ресурсов?

Вопрос 10: Работники (6.2)

- а) Как руководство пропагандирует участие и поддержку работников при улучшении результативности и эффективности организации?
- б) Как руководство обеспечивает адекватность уровня компетентности работников организации текущим и будущим потребностям?

Вопрос 11: Инфраструктура (6.3)

- а) Как руководство обеспечивает соответствие инфраструктуры задаче достижения целей организации?
- б) Как руководство рассматривает вопросы охраны окружающей среды, связанные с инфраструктурой?

Вопрос 12: Производственная среда (6.4)

а) Как руководство обеспечивает, чтобы производственная среда способствовала мотивации, удовлетворенности, развитию и деятельности работников организации?

Вопрос 13: Информация (6.5)

а) Как руководство обеспечивает доступность соответствующей информации для принятия решения, основанного на фактах?

Вопрос 14: Поставщики и партнеры (6.6)

а) Как руководство вовлекает поставщиков в определение потребностей по закупкам и в разработку совместной стратегии?

б) Как руководство рекламирует партнерские отношения с поставщиками?

Вопрос 15: Природные ресурсы (6.7)

а) Как организация обеспечивает наличие необходимых природных ресурсов для своих процессов жизненного цикла продукции?

Вопрос 16: Финансовые ресурсы (6.8)

а) Как руководство планирует, обеспечивает, управляет и контролирует финансовые ресурсы, необходимые для поддержания в рабочем состоянии результативной и эффективной системы менеджмента качества и обеспечения достижения целей организации?

б) Как руководство обеспечивает осведомленность работников о связи между качеством продукции и затратами?

Вопрос 17: Процессы жизненного цикла продукции. Общие рекомендации (7.1)

а) Как руководство применяет процессный подход для обеспечения результативного и эффективного функционирования процессов жизненного цикла продукции и вспомогательных процессов, а также связанной сети процессов?

Вопрос 18: Процессы, связанные с заинтересованными сторонами (7.2)

а) Как руководство определяет процессы, связанные с потребителями, для рассмотрения их потребностей?

б) Как руководство определяет процессы, связанные с другими заинтересованными сторонами, для рассмотрения их потребностей и ожиданий?

Вопрос 19: Проектирование и разработка (7.3)

а) Как высшее руководство определяет процессы проектирования и разработки для обеспечения их соответствия потребностям и ожиданиям потребителей организации и других заинтересованных сторон?

б) Как на практике осуществляется менеджмент процессов проектирования и разработки, в том числе определение требований к проектированию и разработке, и достижения запланированных выходов?

в) Как в процессах проектирования и разработки учитывается такая деятельность, как анализ, верификация и валидация проекта и менеджмент конфигурации?

Вопрос 20: Закупки (7.4)

а) Как высшее руководство определяет процессы закупок для обеспечения соответствия закупленной продукции потребностям организации?

б) Как осуществляется менеджмент процессов закупок?

в) Как организация обеспечивает соответствие закупленной продукции, начиная со спецификации и кончая приемкой?

Вопрос 21: Операции по производству и обслуживанию (7.5)

а) Как высшее руководство обеспечивает, учитывает потребности потребителей и других заинтересованных сторон во входах процессов жизненного цикла продукции?

б) Как осуществляется менеджмент процессов жизненного цикла от входов до выходов?

в) Как в процессах жизненного цикла отражены такие виды деятельности, как верификация и валидация?

Вопрос 22: Управление устройствами для мониторинга и измерений (7.6)

а) Как руководство управляет устройствами для мониторинга и измерений с целью получения и использования правильных данных?

Вопрос 23: Измерение, анализ и улучшение. Общие рекомендации (8.1)

а) Как руководство пропагандирует важность измерения, анализа и деятельности по улучшению, чтобы обеспечивать удовлетворенность заинтересованных сторон результатами деятельности организации?

Вопрос 24: Измерение и мониторинг (8.2)

а) Как руководство обеспечивает сбор данных, касающихся потребителей, для анализа с целью получения информации для улучшений?

б) Как руководство обеспечивает сбор данных от других заинтересованных сторон для анализа и возможных улучшений?

в) Как организация использует самооценку системы менеджмента качества для улучшения результативности и эффективности деятельности организации в целом?

Вопрос 25: Управление несоответствиями (8.3)

а) Как организация управляет несоответствиями процессов и продукции?

б) Как организация анализирует несоответствия для извлечения уроков и улучшения процессов и продукции?

Вопрос 26: Анализ данных (8.4)

а) Как организация анализирует данные с целью оценки своей деятельности и определения областей для улучшения?

Вопрос 27: Улучшение (8.5)

а) Как организация использует корректирующие действия для оценивания и устранения зафиксированных проблем, влияющих на ее деятельность?

б) Как организация использует предупреждающие действия для предотвращения потерь?

в) Как руководство обеспечивает применение систематических методов и средств улучшения с целью совершенствования деятельности организации?

А.4 Документирование результатов самооценки

Существует много способов формализации вопросов по самооценке для оценивания деятельности, определения рейтингов развития и регистрации возможных действий по улучшению. Один из способов приведен в таблице А. 2.

Таблица А. 2 - Пример записи результатов самооценки

Номер подраздела	Номер вопроса	Наблюдения по фактической деятельности	Рейтинг	Действия по улучшению
5.2	4а)	Что касается данного пункта, наш процесс лучше любого другого процесса в мире	5	Не требуются
5.2	4а)	Что касается данного пункта, у нас нет системы	1	Необходимо разработать соответствующий процесс. Ответственный и сроки?

Самооценка может использоваться избирательно, исходя из потребностей организации. Один подход годен для осуществления самооценки на индивидуальной основе для всей или части системы менеджмента качества и затем для реализации улучшения, другой подход - для многопрофильной группы работников, осуществляющей самооценку всей или части системы менеджмента качества, за которой последовало бы рассмотрение и анализ со стороны группы, затем достижение консенсуса по установке приоритетов улучшения и планам действий. Результативное и эффективное применение самооценки в организации зависит только от творческого воображения и изобретательности сотрудников организации, заинтересованных в достижении совершенства.

A.5 Связь между потенциальными преимуществами от применения ГОСТ Р ИСО 9004-01 и самооценки

Имеется много различных способов для принятия решения о том, какие действия следует предпринять в результате самооценки. Одним из подходов является рассмотрение выходных данных самооценки совместно с потенциальными ключевыми преимуществами, которые можно получить от стабильной системы менеджмента качества. Такой подход позволил бы организации определить и инициировать проекты по улучшению, которые, вероятно, обеспечили бы наиболее благоприятные результаты исходя из ее приоритетных потребностей. Для удобства применения такого подхода ниже приводятся примеры потенциальных преимуществ, связанных с вопросами, приведенными в разделе A.3, и относящихся к отдельным подразделам настоящего стандарта. Эти примеры можно использовать как точку отсчета при составлении перечня, подходящего для организации. Ниже даются примеры потенциальных преимуществ.

1. Менеджмент систем и процессов (4.1)

Обеспечивает систематический и наглядный способ руководства и управления организацией, которая постоянно улучшает свою деятельность.

2. Документация (4.2)

Обеспечивает информацию и дополнительные сведения о результативности и эффективности системы менеджмента качества.

3. Ответственность руководства. Общие рекомендации (5.1)

Обеспечивает согласованное и наглядное вовлечение высшего руководства.

4. Потребности и ожидания заинтересованных сторон (5.2)

Обеспечивает сбалансированное рассмотрение в рамках системы менеджмента качества потребностей и ожиданий всех заинтересованных сторон с целью создания результативной и эффективной системы.

5. Политика в области качества (5.3)

Обеспечивает понятность потребностей всех заинтересованных сторон и направление деятельности всей организации, приводящее к очевидным и ожидаемым результатам.

6. Планирование (5.4)

Переводит политику в области качества в измеряемые цели и планы для обеспечения четкой фокусировки на важных участках всей организации.

Способствует извлечению уроков из прошлого опыта.

7. Ответственность, полномочия и обмен информацией (5.5)

Обеспечивает согласованный и всеобъемлющий подход во всей организации и проясняет роли, ответственность и связи со всеми заинтересованными сторонами.

8. Анализ со стороны руководства (5.6)

Вовлекает высшее руководство в улучшение системы менеджмента качества.

Дает оценку выполнения планов и определяет соответствующие действия по улучшению.

9. Менеджмент ресурсов. Общие рекомендации (6.1)

Обеспечивает наличие адекватных ресурсов (работники, инфраструктура, производственная среда, информация, поставщики и партнеры, природные и финансовые ресурсы) для достижения целей организации.

10. Работники (6.2)

Обеспечивает лучшее понимание роли, ответственности, целей и повышает вовлечение работников на всех уровнях организации для достижения целей улучшения деятельности.

Поощряет признание и вознаграждение.

Преимущества 11, 12, 13 и 15, связанные с инфраструктурой (6.3), производственной средой (6.4), информацией (6.5) и природными ресурсами (6.7)

Обеспечивают эффективное использование ресурсов, кроме человеческих.

Содействуют пониманию ограничений и возможностей для обеспечения достижимости целей и осуществимости планов.

14. Поставщики и партнеры (6.6)

Пропагандирует отношения партнерства с поставщиками и другими организациями для взаимной выгоды.

16. Финансовые ресурсы (6.8)

Обеспечивает лучшее понимание взаимосвязи между затратами и выгодами.

Поощряет улучшение, направленное на результативное и эффективное достижение целей организации.

17. Процессы жизненного цикла продукции. Общие рекомендации (7.1)

Содействует разработке операций организации для достижения желаемых результатов.

18. Процессы, связанные с заинтересованными сторонами (7.2)

Обеспечивает менеджмент ресурсов и деятельности как процессов.

Обеспечивает, чтобы потребности и ожидания всех заинтересованных сторон были понятны во всей организации.

19. Проектирование и разработка (7.3)

Обеспечивает создание процессов проектирования и разработки, чтобы результативно и эффективно реагировать на потребности и ожидания потребителей и других заинтересованных сторон.

20. Закупки (7.4)

Обеспечивает соответствие поставщиков политике и целям организации в области качества.

21. Операции по производству и обслуживанию (7.5)

Обеспечивает устойчивую удовлетворенность потребителей посредством производства продукции, предоставления услуг и поддержки, отвечающих потребностям и ожиданиям потребителей.

22. Управление устройствами для мониторинга и измерений (7.6)

Обеспечивает точность данных для анализа.

23. Измерение, анализ и улучшение. Общие рекомендации (8.1)

Обеспечивает результативные и эффективные измерения, сбор и валидацию данных для улучшения.

24. Измерение и мониторинг (8.2)

Обеспечивает управление методами измерения и мониторинга процессов и продукции.

25. Управление несоответствиями (8.3)

Обеспечивает результативное устранение несоответствий, встретившихся в продукции и процессах.

26. Анализ данных (8.4)

Обеспечивает принятие решений, основанных на фактах.

27. Улучшение (8.5)

Повышает результативность и эффективность организации.

Сосредоточивает усилия на предупреждении и улучшении исхода из тенденций.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б (справочное)

Процесс постоянного улучшения

Стратегической целью организации является постоянное улучшение процессов для совершенствования деятельности организации и обеспечения выгоды ее заинтересованным сторонам.

Имеются два основных подхода к проведению постоянного улучшения процессов:

- а) проекты прорыва, ведущие или к пересмотру и улучшению существующих процессов, или внедрению новых процессов; как правило, их осуществляют многопрофильные группы вне обычной деятельности;
- б) деятельность по поэтапному постоянному улучшению, проводимая работниками в рамках существующих процессов.

Проекты прорыва обычно содержат перепроектирование существующих процессов и включают:

- определение целей и краткое описание проекта по улучшению;
- анализ существующего процесса ("такого, как есть" процесса) и возможностей реализации изменения;
- определение и планирование улучшения процесса;
- внедрение улучшения;
- верификацию и валидацию улучшения процесса;
- оценку достигнутого улучшения, включая извлеченные уроки.

Проекты прорыва управляются результативным и эффективным способом, использующим методы менеджмента проекта. После внесения изменения новый план проекта служит основой постоянного менеджмента процесса.

Работники организации являются лучшими поставщиками идей по постоянному улучшению процессов и часто принимают участие в рабочих группах. Деятельностью по поэтапному постоянному улучшению процессов следует управлять, чтобы понимать ее последствия. Вовлеченных работников организации надо наделить полномочиями, технической поддержкой и необходимыми ресурсами для изменений, связанных с улучшением.

Постоянное улучшение при помощи любого из двух указанных методов включает в себя:

- а) причину улучшения - проблему процесса следует определить, а область для улучшения выбрать, указав на причину работы над ней;
- б) фактическую ситуацию - надо оценить результативность и эффективность существующего процесса. Соберите и проанализируйте данные для выявления типов проблем, которые чаще всего возникают. Выберите конкретную проблему и поставьте задачу по улучшению;
- в) анализ - следует определить и проверить первопричину проблемы;
- г) идентификацию возможных решений - исследуйте альтернативные решения. Необходимо выбрать и внедрить лучшее решение, т.е. такое, которое устранит первопричины проблемы и предотвратит ее повторное возникновение;
- д) оценку последствий - следует подтвердить, что проблема и ее первопричины устранены или их воздействия уменьшены, что решение сработало и задача по улучшению выполнена;
- е) внедрение и стандартизацию нового решения - необходимо заменить старый процесс на улучшенный, таким образом предотвращая повторное возникновение проблемы и ее первопричин;

ж) оценку результативности и эффективности процесса после завершения действий по улучшению - результативность и эффективность проекта по улучшению следует оценить и рассмотреть применение его решения еще где-нибудь в организации.

Процесс улучшения повторяется применительно к остающимся проблемам, а также разработке целей и принятию решений по дальнейшему улучшению процесса.

Для содействия вовлечению и осведомленности работников о деятельности по улучшению руководству следует рассматривать такие меры, как:

- формирование небольших групп с выбором лидеров самими группами;
- разрешение работникам управлять рабочим пространством и улучшать его;
- повышение знаний, накопление опыта и совершенствование навыков работников как части общей деятельности организации по менеджменту качества.

ПРИЛОЖЕНИЕ В

Библиография

- [1] ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2000 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий
- [2] ИСО 9000-3-97 Стандарты по менеджменту качества и обеспечению качества. Часть 3: Руководящие указания по применению ИСО 9001:1994 при разработке, поставке, установке и обслуживании компьютерного программного обеспечения
- [3] ИСО 9004-4-93 Стандарты в области менеджмента качества и обеспечения качества. Часть 4: Руководство по управлению программой надежности
- [4] ИСО 10005-95 Менеджмент качества. Руководящие указания по программам качества
- [5] ИСО 10006-97 Менеджмент качества. Руководящие указания по обеспечению качества при управлении проектом
- [6] ИСО 10007-95 Менеджмент качества. Руководящие указания по управлению конфигурацией
- [7] ИСО 10012-1-92 Требования по обеспечению качества измерительного оборудования. Часть 1: Система метрологического подтверждения для измерительного оборудования
- [8] ИСО 10012-2-97 Обеспечение качества измерительного оборудования. Часть 2: Руководящие указания по управлению измерительными процессами
- [9] ИСО 10013-95 Руководящие указания по разработке руководств по качеству
- [10] ИСО/ТО 10014-98 Руководящие указания по управлению экономикой качества
- [11] ИСО 10015-99 Управление качеством. Руководящие указания по обучению
- [12] ИСО/ТО 10017-99 Руководящие указания по выбору статистических методов применительно к ИСО 9001-1994
- [13] ИСО 10576-1-* Статистические методы. Руководящие указания по оцениванию соответствия установленным требованиям. Часть 1: Общие принципы

* Предстоит публикация

- [14] ИСО/ТО 13425-95 Руководство по выбору статистических методов при разработке стандартов и технических условий
- [15] МЭК 60300-1-* Управление общей надежностью. Часть 1: Управление программой общей надежности

* Предстоит публикация. (Пересмотр ИСО 9000-4-93)

- [16] Справочник ИСО-95 Четвертое издание. Статистические методы управления качеством. Том 1. Терминология и символы. Приемочный статистический контроль
- [17] Справочник ИСО-95 Четвертое издание. Статистические методы управления качеством. Том 2. Методы и результаты измерения. Интерпретация статистических данных. Управление процессами
- [18] Принципы менеджмента качества*

* Брошюра доступна на web-сайте: <http://www.iso.ch>

- [19] ИСО 9000+ИСО 14000 Информационный бюллетень. (Публикация, выпускаемая один раз в два месяца, которая дает исчерпывающее освещение по исследованиям на международном уровне, касающимся стандартов ИСО на системы менеджмента качества, включая новости по их применению различными организациями в мире.)*

* Доступна в Центральном секретариате ИСО (sales@iso.ch)

- [20] Ссылки на web-сайтах: о HYPERLINK <http://www.iso.ch> п,
о HYPERLINK <http://www.bsi.org.uk/iso-tc176-sc2> п

Текст документа сверен по:
официальное издание
Госстандарт России -
М.: ИПК Издательство стандартов, 2001



ГОСТ 27384-2002

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА

Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН УНИИМ, ВНИИстандарт, ГУП МосводоканалНИИпроект, ГУАК Минприроды России, ГУП ЦИКВ, ЗАО «РОСА», Департамент Госсанэпиднадзора Минздрава России, Российская ассоциация водоснабжения и водоотведения, НПО «Тайфун» ИЭМ ЦММ, Уфаводоканал, ВСЕГИНГЕО, НИИ экологии и гигиены окружающей среды им. А.М. Сысина

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 3 от 5 апреля 2002 г., по переписке)

За принятие стандарта проголосовали

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт

Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета по стандартизации и метрологии от 12 ноября 2002 г. № 408-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 27384-2002 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2004 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 27384-87

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА

Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств

Water.

Rates of measurement error of characteristics of composition and properties

Дата введения 2004-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает нормы погрешности измерений показателей состава и свойств природных, питьевых и сточных вод (далее - вод).

Показатели состава и свойств вод измеряют по методикам выполнения измерений, соответствующим требованиям ГОСТ 8.010*.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.010-90* Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

[ГОСТ 17.1.1.01-77](#) Охрана природы. Гидросфера. Использование и охрана вод. Основные термины и определения

[ГОСТ 17.1.1.04-80](#) Охрана природы. Гидросфера. Классификация подземных вод по целям водопользования

ГОСТ 19179-73 Гидрология суши. Термины и определения

[ГОСТ 27065-86](#) Качество вод. Термины и определения

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563-96.

3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **нормы характеристик погрешности измерений;** нормы погрешности измерений: Характеристики погрешности измерений, задаваемые в качестве требуемых или допускаемых.

В качестве норм погрешности измерений приняты границы допускаемого интервала (нижняя и верхняя), в которых погрешность измерений находится с вероятностью $P = 0,95$.

3.2 приписанная характеристика погрешности измерений: Характеристика погрешности измерений, приписываемая любому результату совокупности измерений, полученному при соблюдении требований стандартизированной или аттестованной методики.

В качестве приписанной характеристики погрешности измерений приняты границы интервала (нижняя и верхняя), в которых погрешность измерений находится с вероятностью $P = 0,95$.

3.3 методика выполнения измерений: Совокупность условий, операций и правил, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с известной погрешностью.

3.4 природная вода: По ГОСТ 19179.

3.5 питьевая вода: По [ГОСТ 17.1.1.04](#).

3.6 сточная вода (в том числе сточная нормативно-очищенная): По [ГОСТ 17.1.1.01](#).

3.7 нормативы качества вод; НКВ: Установленные количественные характеристики показателей качества вод по видам водопользования (предельно допустимые концентрации - ПДК, ориентировочно допустимые уровни - ОДУ, ориентировочно безопасные уровни воздействия - ОБУВ и т. п.).

3.8 качество вод: По [ГОСТ 27065](#).

4 Общие положения

4.1 Настоящий стандарт применяют при разработке и пересмотре методик измерений показателей состава и свойств вод, при организации контроля качества вод, оценке состояния измерений в лабораториях, аккредитации лабораторий, а также при метрологическом контроле и надзоре за деятельностью лабораторий, осуществляющих контроль качества вод.

4.2 Приписанные значения характеристик погрешности результатов измерений показателей состава и свойств вод, получаемых с применением методик, соответствующих требованиям ГОСТ 8.010, не должны превышать норм погрешности измерений, приведенных в данном стандарте. При выполнении этого условия для принятия решений по оценке превышения установленных нормативов

качества вод (например ПДК) к рассмотрению принимают результаты измерений без учета значений приписанных характеристик погрешности измерений.

4.3 Нормы погрешности измерений установлены для доверительной вероятности $P = 0,95$ и приведены в относительной форме выражения для диапазонов измеряемых значений показателей состава и свойств вод, включая значения нормативов качества вод.

5 Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств вод на уровне нормативов качества вод

5.1 Нормы погрешности измерений (на уровне норматива качества вод) обобщенных показателей состава питьевой воды, органических и неорганических веществ, а также веществ, поступающих в воду и образующихся в процессе ее обработки, приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Единица измерения	Норматив качества воды, не более	Нормы погрешности $\pm \delta_n, \%$
Обобщенные показатели			
Общая минерализация (сухой остаток)	мг/дм ³	1000	10
Окисляемость перманганатная	мг/дм ³	5,0	30
Нефтепродукты (суммарно)	мг/дм ³	0,1	50
Анионоактивные поверхностно-активные вещества (ПАВ)	мг/дм ³	0,5	30

Фенольный индекс	мг/дм ³	0,25	20
Неорганические вещества			
Алюминий	мг/дм ³	5,0	30
Барий	мг/дм ³	0,1	30
Бериллий	мг/дм ³	0,0002	50
Бромиды	мг/дм ³	0,2	40
Бор (суммарно)	мг/дм ³	0,5	50
Железо (суммарно)	мг/дм ³	0,3	25
Кадмий (суммарно)	мг/дм ³	0,001	30
Марганец (суммарно)	мг/дм ³	0,1	25
Медь (суммарно)	мг/дм ³	1,0	25
Молибден (суммарно)	мг/дм ³	0,25	25
Мышьяк (суммарно)	мг/дм ³	0,05	30
Никель (суммарно)	мг/дм ³	0,1	25
Нитраты	мг/дм ³	45	15

Нитриты	мг/дм ³	3,0	25
Перхлораты	мг/дм ³	5,0	40
Ртуть (суммарно)	мг/дм ³	0,0005	50
Свинец (суммарно)	мг/дм ³	0,03	30
Селен (суммарно)	мг/дм ³	0,01	25
Стронций	мг/дм ³	7,0	25
Сульфаты	мг/дм ³	500	10
Фториды	мг/дм ³	1,2 - 1,5	15
Хлораты	мг/дм ³	20	40
Хлориды	мг/дм ³	350	15
Хлориты	мг/дм ³	0,2	40
Хром (шестивалентный)	мг/дм ³	0,05	30
Цианиды	мг/дм ³	0,035	50
Цинк	мг/дм ³	5,0	20
Органические вещества			

γ-ГХЦГ (линдан)	мг/дм ³	0,002	50
ДЦГ (сумма изомеров)	мг/дм ³	0,002	40
2,4-Д	мг/дм ³	0,03	40
Четыреххлористый углерод	мг/дм ³	0,006	40
Бензол	мг/дм ³	0,01	50
Бенз(а)пирен	мг/дм ³	0,000005	70
Вещества, поступающие в воду и образующиеся в воде в процессе обработки			
Хлор остаточный свободный	мг/дм ³	0,3 - 0,5	30
Хлор остаточный связанный	мг/дм ³	0,8 - 1,2	25
Хлороформ	мг/дм ³	0,2	30
Озон остаточный	мг/дм ³	0,3	30
Формальдегид	мг/дм ³	0,05	25
Полиакриламид	мг/дм ³	2,0	20
Кремнекислота (по кремнию)	мг/дм ³	10	20
Полифосфаты (по фосфат-иону)	мг/дм ³	3,5	30

Органолептические показатели			
Мутность	ЕМФ (единицы мутности по формазину)	2,6	20
	или мг/дм (по каолину)	1,5	20
Показатели радиационной безопасности			
Общая α -радиоактивность	Бк/дм ³	0,1	50
Общая β -радиоактивность	Бк/дм ³	1,0	50

5.2 Нормы погрешности измерений (на уровне нормативов качества вод) концентраций химических веществ, которые могут присутствовать в питьевой воде (за исключением указанных в [таблице 1](#)), приведены в таблице 2.

Таблица 2

Норматив качества воды, мг/дм ³	Нормы погрешности $\pm \delta_n$, %
До 0,000005	80
От 0,000005 » 0,00001 включ.	70
Св. 0,00001 » 0,0001 »	60
» 0,0001 » 0,001 »	50
» 0,001 » 0,01 »	40

» 0,01	» 0,1	»	30
» 0,1	» 1	»	25
» 1	» 10	»	20
» 10			15

5.3 Нормы погрешности измерений (на уровне норматива качества вод) водородного показателя, жесткости и цветности питьевых, природных и сточных вод, а также неорганических и органических веществ и других обобщенных показателей природных и сточных вод приведены в таблице 3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Таблица 3

Наименование показателя	Норматив качества воды	Нормы погрешности $\pm \delta_n, \%$
Питьевая, природная и сточная вода		
Водородный показатель, единицы рН*	От 1 до 10 включ.	0,2
Общая жесткость, ммоль/дм ^{3**}	Св. 2	15
Цветность, град	От 1 до 10 включ.	50
	» 10 » 50 »	20
	Св. 50	10

Природная и сточная вода		
Азот (суммарно), фосфор (суммарно), нефтепродукты (суммарно), жиры, смолы, масла, синтетические поверхностно-активные вещества (СПАВ), мг/дм ³	От 0,01 до 0,1 включ.	60
Биохимическое потребление кислорода (БПК); перманганатная окисляемость, бихроматная окисляемость (химическое потребление кислорода, ХПК), мгО ₂ /дм ³	Св. 0,1 » 1,0 »	50
	» 1,0 » 100 »	40
	» 100	30
* Данные приведены в абсолютной форме. ** В Российской Федерации - ⁰ Ж по ГОСТ Р 52029-2003 .		

5.4 Нормы погрешности измерений (на уровне норматива качества вод) показателей состава и свойств природных и сточных вод (за исключением указанных в таблице 3) приведены в таблице 4.

Таблица 4

Норматив качества воды, мг/дм ³	Нормы погрешности ± δ _н , %
До 0,00001	80
От 0,00001 » 0,0001 включ.	70
Св. 0,0001 » 0,001 »	60
» 0,001 » 0,01 »	50
» 0,01 » 0,1 »	40

» 0,1 » 1 »	35
» 1 » 10 »	30
» 10 » 100 »	25
» 100 » 500 »	20
» 500 » 1000 »	15

6 Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств вод для больших и меньших значений нормативов качества вод

6.1 Нормы погрешности измерений показателя состава и свойств вод, за исключением водородного показателя, общей жесткости и цветности, приведенных в [таблице 3](#), для больших и меньших значений нормативов качества вод (НКВ) приведены в таблице 5.

Таблица 5

Значение показателя, доли НКВ	Нормы погрешности измерений*
От 0,01 до 0,05 включ.	2 δ_H
Св. 0,05 » 0,1 »	1,5 δ_H
» 0,1 » 0,5 »	1,2 δ_H

» 0,5 »	δ_n
» 5	$0,7 \delta_n$
* Значения бн приведены в таблицах 1-4 для соответствующих типов вод.	

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Ключевые слова: нормы погрешности измерений, питьевая вода, природная вода, сточная вода, показатели состава и свойств вод

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К КОМПЕТЕНТНОСТИ
ИСПЫТАТЕЛЬНЫХ И КАЛИБРОВОЧНЫХ ЛАБОРАТОРИЙ**

General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

ОКС 03.120.10

Дата введения 2007-07-01

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. N 184-ФЗ "О техническом регулировании", а правила применения национальных стандартов Российской Федерации - ГОСТ Р 1.0-2004 "Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения"

1 ПОДГОТОВЛЕН Ассоциацией аналитических центров (ААЦ) "Аналитика", ВНИИС на основе собственного аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Рабочей комиссией по аккредитации органов по сертификации и испытательных лабораторий (центров) Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2006 г. N 506-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО/МЭК 17025:2005 "Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий" (ISO/IEC 17025:2005 "General requirements for the competence of testing and calibration laboratories" с технической поправкой 1 Cor. 1:2006).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении С

5 ВЗАМЕН ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2000

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе "Национальные стандарты", а текст изменений и поправок - в ежемесячно издаваемых информационных указателях "Национальные стандарты". В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе "Национальные стандарты". Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования - на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

Введение к национальному стандарту ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006 "Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий"

Национальный стандарт ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006 является идентичным по отношению к международному стандарту ИСО/МЭК 17025:2005. Однако в силу различий в понятийной основе различных языков не всегда возможно обеспечить адекватность используемой терминологии при переводе. Поэтому в настоящем предисловии даны некоторые комментарии, предназначенные для правильного и однозначного восприятия некоторых особенностей перевода текста оригинала на русский язык.

В Российской Федерации, наряду с калибровкой средств измерений, широко распространена их поверка. Положения настоящего стандарта, касающиеся калибровки, могут быть отнесены также и к поверке.

В соответствии с ГОСТ Р ИСО 9000-2001 "СМК. Основные положения и словарь" английский термин "customer" следовало бы перевести как "потребитель", но словосочетание "потребитель лаборатории" противоречит нормам русского языка, поэтому в настоящем стандарте использован термин "заказчик".

В соответствии с ИСО 17000-2004 англоязычному термину "complaint" соответствует русский термин "жалоба". В настоящем стандарте при переводе был использован термин "претензия".

Английские термины "reference material" и "certified reference material" в настоящем стандарте переведены как "стандартный образец" и "аттестованный стандартный образец" соответственно. Это не соответствует пока еще действующим национальным стандартам, но учитывает тенденцию унификации терминологии.

В тексте стандарта неоднократно встречается термин "неопределенность". В отечественной метрологической практике до настоящего времени более

широко использовалось понятие "характеристика погрешности", близкое по смыслу к понятию "неопределенность".

В международных стандартах ИСО/МЭК 17025 и ИСО 5725 понятие "метод измерений" включает в себя совокупность операций и правил, выполнение которых обеспечивает получение результатов с известной точностью. Таким образом, понятие "метод измерений" по ИСО/МЭК 17025 адекватно понятию "методика выполнения измерений" (МВИ) по ГОСТ Р 8.563 (подраздел 3.1).

Также следует упомянуть, что уже после принятия международного стандарта ИСО/МЭК 17025:2005 было подписано официальное заявление трех международных организаций (ISO-ILAC-IAF) по "Требованиям к системе менеджмента лабораторий по ИСО/МЭК 17025:2005". В этом документе констатируется, что "соответствие лаборатории требованиям ИСО/МЭК 17025:2005 означает, что лаборатория соответствует и требованиям к технической компетентности, и требованиям к системе менеджмента, которые являются необходимыми для лаборатории для обеспечения получения технически обоснованных результатов испытаний и калибровки. Требования к системе менеджмента в ИСО/МЭК 17025 написаны адаптированным языком применительно к работе лабораторий, соответствуют принципам ИСО 9001:2000 и удовлетворяют установленным там требованиям".

Введение к международному стандарту ИСО/МЭК 17025:2005

Первое издание стандарта ИСО/МЭК 17025 (1999) явилось итогом работы по обобщению большого опыта внедрения Руководства ИСО/МЭК 25 и EN 45001, взамен которых он был введен. Оно содержало все требования, которым должны соответствовать испытательные и калибровочные лаборатории, если они хотят продемонстрировать, что у них действует система менеджмента, что они технически компетентны и способны получать технически обоснованные результаты.

Первое издание содержало ссылки на ИСО 9001:1994 и ИСО 9002:1994. Эти стандарты были заменены ИСО 9001:2000, что вызвало необходимость пересмотра ИСО/МЭК 17025. В настоящем втором издании отдельные пункты были изменены только в свете необходимости приведения их содержания в соответствие с ИСО 9001:2000.

Органам по аккредитации, признающим компетентность испытательных и калибровочных лабораторий, необходимо использовать настоящий стандарт в качестве основы для проведения их аккредитации. Раздел 4 содержит требования к менеджменту. Раздел 5 устанавливает требования к технической компетентности в области проводимых лабораторией испытаний и/или калибровки.

Возрастающее использование систем менеджмента в целом усилило необходимость удостовериться в том, что лаборатории, входящие в состав более крупных организаций или предлагающих другие услуги, могут использовать системы менеджмента качества, считающиеся

соответствующими ИСО 9001 и настоящему стандарту. Особое внимание было обращено на включение в настоящий стандарт всех требований ИСО 9001, относящихся к сфере услуг по испытаниям и калибровке, охватываемым системой менеджмента лаборатории.

Таким образом, испытательные и калибровочные лаборатории, выполняющие требования настоящего стандарта, будут действовать и в соответствии с требованиями ИСО 9001.

Соответствие системы менеджмента качества, действующей в лаборатории, требованиям ИСО 9001, еще не является демонстрацией способности лаборатории получать технически обоснованные данные и результаты. Также соответствие настоящему стандарту не является подтверждением того, что система менеджмента качества лаборатории соответствует всем требованиям ИСО 9001.

Признание результатов испытаний и калибровки разными странами будет достигнуто в случае, если лаборатория работает в соответствии с требованиями настоящего стандарта и если она аккредитована органами по аккредитации, которые заключили соглашения о взаимном признании с подобными органами других стран, применяющими настоящий стандарт.

Применение настоящего стандарта должно способствовать сотрудничеству между лабораториями и другими органами, а также обмену информацией, опытом и гармонизации стандартов и процедур.

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает общие требования к компетентности лабораторий в проведении испытаний и/или калибровки, включая отбор образцов, испытания и калибровку, проводимые по стандартным методам, нестандартным методам и методам, разработанным лабораторией.

1.2 Настоящий стандарт применим для всех организаций, осуществляющих испытания и/или калибровку. В их число входят, например, лаборатории, являющиеся первой, второй или третьей стороной, а также лаборатории, где проводятся испытания и/или калибровка, составляющие часть контроля сертификации продукции.

Настоящий стандарт распространяется на все лаборатории независимо от численности персонала или видов их деятельности в области испытаний и калибровки. В том случае, если лаборатория не осуществляет один или более видов деятельности, установленных настоящим стандартом, таких как отбор образцов и проектирование/разработка новых методов, требования соответствующих разделов на них не распространяются.

1.3 Приведенные примечания являются пояснениями к тексту, примерами и рекомендациями. Они не содержат требований и не являются неотъемлемой частью настоящего стандарта.

1.4 Настоящий стандарт предназначен для применения лабораториями при разработке собственных систем менеджмента качества, а также систем менеджмента административной и технической деятельности. Заказчики лабораторий, регулирующие органы и органы по аккредитации могут также применять его при подтверждении или признании компетентности лабораторий. Настоящий стандарт не предназначен для использования в качестве основы для сертификации лабораторий.

Примечание 1 - Термин "система менеджмента" в данном стандарте означает систему качества, административную и техническую системы, управляющие деятельностью лаборатории.

Примечание 2 - Сертификация системы менеджмента иногда также называется регистрацией.

1.5 Соответствие деятельности лабораторий требованиям безопасности и другим обязательным требованиям не рассматривается в настоящем стандарте.

1.6 Если испытательные и калибровочные лаборатории выполняют требования настоящего стандарта, то действующая у них система менеджмента качества для деятельности по проведению испытаний и калибровки также соответствует ИСО 9001. В Приложении А приведено соответствие настоящего стандарта ИСО 9001.

Настоящий стандарт содержит требования к технической компетентности, которые отсутствуют в ИСО 9001.

Примечание 1 - Иногда возникает необходимость разъяснить или истолковать некоторые требования настоящего стандарта с целью обеспечения их согласованного применения требований. Указания по применению настоящего стандарта в конкретных областях, в частности для органов по аккредитации (см. ИСО/МЭК 17011 [11]), приведены в приложении В.

Примечание 2 - Если лаборатория хочет получить аккредитацию на часть или все виды осуществляемой ею деятельности по испытаниям и калибровке, ей следует выбрать орган по аккредитации, выполняющий требования ИСО/МЭК 17011 [11].

2 Нормативные ссылки

Указанные в данном разделе документы являются необходимыми для применения настоящего стандарта. Для датированных ссылок используют только указанное издание. Для недатированных ссылок - последнее издание со всеми изменениями и дополнениями.

ИСО/МЭК 17000 Оценка соответствия. Словарь и общие принципы

Международный словарь основных и общих терминов в области метрологии (МСМ), подготовленный МБМВ, МЭК, МФКХ, ИСО, ИЮПАК, ИЮПАП и МОЗМ.

Примечание - Другие стандарты, руководства и прочие документы по вопросам, рассматриваемым в настоящем стандарте, приведены в библиографии.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины и определения по ИСО/МЭК 17000 и МСМ.

Примечание - Общие определения, относящиеся к качеству, приведены в ИСО 9000 [6], тогда как ИСО/МЭК 17000 содержит определения, относящиеся к сертификации и аккредитации лабораторий. При отличии определений ИСО 9000 [6] предпочтение следует отдавать определениям ИСО/МЭК 17000 и МСМ.

4 Требования к менеджменту

4.1 Организация

4.1.1 Лаборатория или организация, в состав которой она входит, должна являться самостоятельной правовой единицей, способной нести юридическую ответственность.

4.1.2 В обязанности лаборатории входит проведение испытаний и калибровки таким образом, чтобы выполнялись требования настоящего стандарта и удовлетворялись требования заказчика, а также предписания регулирующих органов или организаций, осуществляющих официальное признание.

4.1.3 Система менеджмента лаборатории должна охватывать работы, выполняемые на основной территории, в удаленных местах, а также на временных или передвижных точках.

4.1.4 Если лаборатория входит в состав организации, осуществляющей деятельность, отличную от испытаний и/или калибровки, то обязанности руководящего персонала организации, принимающего участие или имеющего влияние на деятельность лаборатории по проведению испытаний и/или калибровки, должны быть четко определены, чтобы идентифицировать потенциальные конфликты интересов.

Примечание 1 - Если лаборатория входит в состав более крупной организации, то организационные меры должны быть такими, чтобы подразделения, интересы которых находятся в конфликте, например производство, служба маркетинга, сбыта или финансовая служба, не оказывали отрицательного влияния на соответствие лаборатории настоящему стандарту.

Примечание 2 - Если лаборатория хочет быть признана лабораторией третьей стороны, то она должна быть способна продемонстрировать, что она беспристрастна и что ни она, ни ее сотрудники не испытывают никакого коммерческого, финансового или другого давления, которое могло бы оказать влияние на их техническое суждение. Испытательной или калибровочной лаборатории, являющейся третьей стороной, не следует заниматься деятельностью, которая может поставить под угрозу веру в независимость ее суждения и честность в связи с деятельностью по проведению испытаний и калибровки.

4.1.5 Лаборатория должна:

a) располагать руководящим и техническим персоналом, который вне зависимости от других обязанностей имеет полномочия и ресурсы, необходимые для выполнения своих обязанностей, включая внедрение, поддержание и улучшение системы менеджмента, и выявления случаев отступлений от системы менеджмента или от процедур проведения испытаний и/или калибровки, а также для инициирования действий по предупреждению или сокращению таких отступлений (см. 5.2);

b) принимать меры, обеспечивающие свободу руководства и сотрудников от любого неподобающего внутреннего и внешнего коммерческого, финансового или другого давления и влияния, которое может оказывать отрицательное воздействие на качество их работы;

c) определять политику и процедуры, позволяющие обеспечить конфиденциальность информации и прав собственности ее заказчиков, включая процедуры защиты электронного хранения и передачи результатов;

d) определять политику и процедуры, позволяющие избежать вовлечения в деятельность, которая снизила бы доверие к ее компетентности, беспристрастности ее суждений или честности;

e) определять организационную и управленческую структуру лаборатории, ее место в вышестоящей организации и взаимосвязи между менеджментом качества, технической деятельностью и вспомогательными службами;

f) устанавливать ответственность, полномочия и взаимоотношения всех сотрудников, занятых в управлении, выполнении или проверке работ, влияющих на качество испытаний и/или калибровки;

g) обеспечивать надзор за персоналом, проводящим испытания и калибровку (включая стажеров), со стороны лиц, знакомых с методиками и процедурами, целью каждого испытания и/или калибровки, а также с оценкой результатов испытания или калибровки;

h) иметь техническую администрацию, несущую общую ответственность за техническую деятельность и предоставление необходимых ресурсов для обеспечения требуемого качества работы лаборатории;

i) назначать одного сотрудника менеджером по качеству (как бы он ни назывался), который, независимо от других функций и обязанностей, должен нести ответственность и располагать полномочиями, обеспечивающими внедрение системы менеджмента качества и ее постоянное функционирование; менеджер по качеству должен иметь прямой доступ к высшему руководству, принимающему решения по политике или ресурсам;

j) назначать заместителей руководящего персонала (см. примечание);

к) обеспечивать осознание персоналом значимости и важности своей деятельности и свой вклад в достижение целей системы менеджмента.

Примечание - Отдельные сотрудники могут выполнять более одной функции, и может оказаться нецелесообразным назначать заместителей по каждой функции.

4.1.6 Высшее руководство должно обеспечивать разработку в организации соответствующих процессов обмена информацией, в том числе по вопросам результативности системы менеджмента.

4.2 Система менеджмента

4.2.1 Лаборатория должна разработать, внедрить и поддерживать систему менеджмента в соответствии с областью своей деятельности. Лаборатория должна документально оформить свою политику, системы, программы, процедуры и инструкции в объеме, необходимом для обеспечения качества результатов испытаний и/или калибровки. Документация системы должна быть доведена до сведения соответствующего персонала, понята им, доступна ему и выполняться им.

4.2.2 Политика и задачи системы менеджмента, относящиеся к качеству, включая заявление о политике в области качества, должны быть установлены в руководстве по качеству (как бы оно ни называлось). Общие задачи должны быть установлены в заявлении о политике в области качества. Заявление о политике в области качества должно быть выпущено от имени высшего руководства. Оно должно включать в себя, как минимум, следующее:

a) обязательство руководства лабораторий соблюдать установившуюся профессиональную практику и сохранять высокое качество испытаний и калибровки при обслуживании заказчиков;

b) заявление руководства об уровне обслуживания, осуществляемого лабораторией;

c) задачи системы менеджмента, относящиеся к качеству;

d) требование ко всем сотрудникам лаборатории, участвующим в проведении испытаний и калибровки, ознакомиться с документацией по

качеству и следовать в своей деятельности установленной политике и процедурам;

е) обязательство руководства лаборатории действовать в соответствии с настоящим стандартом и постоянно улучшать результативность системы менеджмента.

Примечание - Заявление о политике в области качества должно быть кратким и может включать в себя положение о том, что испытания и калибровку следует всегда выполнять в соответствии с установленными методами и требованиями заказчиков. Если лаборатория является частью более крупной организации, то некоторые элементы политики в области качества могут содержаться в других документах.

4.2.3 Высшее руководство должно подтвердить свои обязательства по развитию и внедрению системы менеджмента и постоянному ее улучшению.

4.2.4 Высшее руководство должно довести до сведения организации важность удовлетворения требований заказчика, а также выполнения законных и обязательных требований.

4.2.5 Руководство по качеству должно включать в себя или иметь ссылки на вспомогательные процедуры, включая технические процедуры. В нем должно быть дано описание структуры документации, используемой в системе менеджмента качества.

4.2.6 Функции и ответственность технического руководящего персонала и менеджера по качеству, включая их ответственность за обеспечение соответствия настоящему стандарту, должны быть определены в Руководстве по качеству.

4.2.7 Высшее руководство должно обеспечить полноту и целостность системы менеджмента при планировании и осуществлении изменений в системе менеджмента.

4.3 Управление документацией

4.3.1 Общие положения

Лаборатория должна разработать и поддерживать процедуры управления всеми документами, являющимися частью системы менеджмента (разработанными лабораторией или поступившими извне), такими как регламенты, стандарты, другие нормативные документы, методики испытаний и/или калибровки, а также чертежи, программное обеспечение, технические условия, инструкции и руководства.

Примечание 1 - В этом контексте "документ" может означать заявления о политике, процедуры, технические условия, калибровочные (градуировочные) таблицы, схемы, текстовый материал, плакаты, заметки, памятки, программное

обеспечение, чертежи, планы и т.д. Они могут быть представлены на различных носителях: бумажных или электронных - в цифровом, аналоговом, фотографическом или текстовом виде.

Примечание 2 - Управление данными, относящимися к испытаниям и калибровке, описано в 5.4.7, управление записями - в 4.13.

4.3.2 Утверждение и выпуск документов

4.3.2.1 Прежде чем выдать для использования сотрудниками лаборатории документы, являющиеся частью системы менеджмента, их должен проверить и утвердить уполномоченный для этого сотрудник. Должен быть подготовлен и легкодоступен "мастер-лист" или эквивалентная процедура контроля документов, содержащая конкретные результаты текущей ревизии, статуса и распределения документов в системе менеджмента, чтобы предотвратить использование недействительных и/или устаревших документов.

4.3.2.2 Принятая(ые) процедура(ы) должна(ы) гарантировать, что:

a) официальные издания соответствующих документов доступны на всех участках, где осуществляются основные операции, важные для эффективной деятельности лаборатории;

b) документы периодически анализируются и при необходимости пересматриваются, чтобы обеспечить их постоянную пригодность и соответствие предъявляемым требованиям;

c) недействительные или устаревшие документы оперативно изымаются из всех мест выпуска или использования либо другим образом предупреждается их непреднамеренное использование;

d) устаревшие документы, сохраняемые в юридических или информационных целях, соответствующим образом маркируются.

4.3.2.3 Документы системы менеджмента, разработанные лабораторией, должны иметь уникальную идентификацию. Среди элементов такой идентификации должны присутствовать дата выпуска и/или обозначение пересмотра, нумерация страниц, общее число страниц или отметка конца документа и сведения об организации, выпустившей документ.

4.3.3 Изменения в документах

4.3.3.1 Изменения в документах должна анализировать и утверждать та же служба, которая делала первоначальный анализ, если специально не назначены другие лица. Назначенные сотрудники должны иметь доступ к соответствующей исходной информации, служащей основой для работы по анализу и утверждению.

4.3.3.2 Измененный или новый текст должен быть идентифицирован в документе или в соответствующих приложениях, если это практически осуществимо.

4.3.3.3 Если система управления документацией лаборатории разрешает вносить изменения от руки в ожидании очередного изменения документов, то должны быть определены процедуры и полномочия для внесения таких изменений. Изменения должны быть четко отмечены, завизированы и датированы. Пересмотренный документ должен быть официально переиздан, как только это станет практически осуществимым.

4.3.3.4 Должны быть установлены процедуры для описания внесения и управления изменениями в документах, хранящихся в компьютерных системах.

4.4 Анализ запросов, заявок на подряд и контрактов

4.4.1 Лаборатория должна установить и поддерживать процедуры анализа запросов, заявок на подряд и контрактов. Политика и процедуры анализа, ведущего к заключению контракта на испытания и/или калибровки, должны гарантировать, что:

a) требования, включая используемые методы, адекватно определены и задокументированы (см. 5.4.2);

b) лаборатория имеет возможности и ресурсы, позволяющие выполнить требования;

c) выбран соответствующий метод испытания и/или калибровки, способный удовлетворить требованиям заказчиков (см. 5.4.2).

Любые расхождения между запросом или заявкой на подряд и контрактом должны быть устранены до начала какой-либо работы. Каждый контракт должен быть согласован обеими сторонами (лабораторией и заказчиком).

Примечание 1 - Запрос, заявку на подряд и контракт следует проанализировать рациональным и эффективным способом с учетом финансовых, юридических аспектов и календарного плана. Для внутренних заказчиков процедура анализа запросов, заявок на подряд и контрактов может быть упрощена.

Примечание 2 - Анализ возможностей должен установить, что лаборатория располагает необходимыми материальными, людскими и информационными ресурсами и что персонал лаборатории обладает необходимыми навыками и опытом для проведения испытаний и/или калибровки. Анализ может также учитывать результаты предыдущего участия в межлабораторных сравнительных испытаниях или проверках квалификации, и/или осуществлении программ предварительных испытаний и/или калибровки с использованием проб или образцов, для которых известно измеряемое

значение или результат испытания, с целью определения неопределенностей измерений, пределов обнаружения, доверительных интервалов и др.

Примечание 3 - Контракт может быть как устным, так и письменным соглашением о предоставлении заказчику услуг по проведению испытаний и/или калибровки.

4.4.2 Следует вести записи анализа запросов, заявок на подряд и контрактов с учетом любых существенных изменений. Также следует хранить записи о соответствующих переговорах с заказчиком, касающихся его требований или результатов работ, выполненных в ходе выполнения контракта.

Примечание 1 - Для решения плановых и других задач считается достаточным указать дату и идентификационные данные (например, инициалы) лица, ответственного в лаборатории за выполнение работ по контракту. В отношении повторяющихся плановых вопросов анализ необходим только на начальной исследовательской стадии или при заключении контракта на длительную плановую работу, проводимую в рамках генерального соглашения с заказчиком, при условии, что требования заказчика остаются неизменными. В отношении новых, сложных или перспективных задач по испытаниям и/или калибровке следует вести более подробные записи.

4.4.3 Анализ должен также включать в себя все работы, выполняемые лабораторией по субподряду.

4.4.4 Заказчик должен быть информирован обо всех отклонениях от контракта.

4.4.5 Если контракт нуждается в изменениях после того, как работа началась, то должен быть повторен тот же процесс анализа контракта и любые изменения должны быть сообщены всему персоналу, которого они касаются.

4.5 Заключение субподрядов на проведение испытаний и калибровки

4.5.1 Если лаборатория заключает субподряд по непредвиденным причинам (например, перегруженность, необходимость в дополнительной экспертизе или временная неспособность) или на постоянной основе (например, на условиях постоянного субподряда, соглашений о представительстве или льготах), то эта работа должна быть передана компетентному субподрядчику. Компетентным является такой субподрядчик, который выполняет работу в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

4.5.2 Лаборатория должна уведомить заказчика о субподряде в письменном виде и в необходимых случаях получить одобрение заказчика, предпочтительно тоже в письменном виде.

4.5.3 Лаборатория несет ответственность перед заказчиком за работу, выполняемую субподрядчиком, за исключением тех случаев, когда субподрядчика выбирает заказчик или регулирующий орган.

4.5.4 Лаборатория должна вести регистрацию всех субподрядчиков, к услугам которых она прибегает для проведения испытаний и/или калибровки, и записи, подтверждающие соответствие выполненной работы требованиям настоящего стандарта.

4.6 Приобретение услуг и запасов

4.6.1 В лаборатории должна быть установлена политика и процедура(ы) по выбору и приобретению необходимых услуг и запасов, влияющих на качество испытаний и/или калибровки. Должны существовать процедуры по приобретению, получению и хранению реактивов и материалов, расходуемых при проведении испытаний и калибровке.

4.6.2 Лаборатория должна обеспечивать сохранность полученных запасов, реактивов и расходных материалов, влияющих на качество испытаний и/или калибровки, до тех пор, пока они не будут проконтролированы или другим образом оценены как соответствующие стандартным требованиям или требованиям, установленным методиками для данных испытаний и/или калибровки. Эти используемые услуги и запасы должны соответствовать установленным требованиям. Записи о действиях, предпринятых с целью проверки соответствия, должны сохраняться.

4.6.3 Закупочная документация на каждую единицу (партию) закупаемой продукции или услугу, которая влияет на качество результатов работы лаборатории, должна содержать данные, описывающие эту продукцию или услугу. Описание должно быть проанализировано, а его техническое содержание одобрено, прежде чем эта продукция или услуга будет допущена к использованию.

Примечание - Описание может включать тип, класс, качество, точную идентификацию, спецификации, чертежи, инструкции по проведению контроля, другие технические данные, включая утверждение результатов испытаний, требуемое качество и стандарт системы менеджмента, в соответствии с которым они были изготовлены.

4.6.4 Лаборатория должна проводить оценку поставщиков важнейших расходных материалов, запасов и услуг, оказывающих влияние на качество испытаний и калибровки, хранить записи об этой оценке и перечень утвержденных ею поставщиков.

4.7 Обслуживание заказчиков

4.7.1 Лаборатория должна сотрудничать с заказчиками или их представителями для уточнения запроса заказчика и контроля за деятельностью лаборатории в связи с выполняемой работой при условии, что

лаборатория обеспечивает конфиденциальность по отношению к другим заказчикам.

Примечание 1 - Такое сотрудничество может включать:

а) предоставление заказчику или его представителю разумного доступа к соответствующим участкам лаборатории с тем, чтобы наблюдать за испытаниями и/или калибровкой, проводимыми для заказчика;

б) подготовку, упаковку и отправку образцов (проб), прошедших испытания и/или калибровку, необходимых заказчику с целью проверки.

Примечание 2 - Заказчики придают большое значение эффективному обмену информацией, советам и руководящим указаниям по техническим вопросам, а также мнениям и толкованиям, основанным на результатах. Связь с заказчиком, особенно при долгосрочных контрактах, следует поддерживать в течение всей работы. Лаборатории следует извещать заказчика обо всех задержках или значительных отклонениях при проведении испытаний и/или калибровки.

4.7.2 Лабораториям рекомендуется иметь обратную связь с заказчиками, положительную или отрицательную (например, опросы заказчиков). Обратную связь следует использовать для улучшения системы менеджмента и обслуживания заказчиков, совершенствования испытаний и калибровки.

Примечание - Примеры обратной связи включают в себя изучение удовлетворенности заказчиков и рассмотрение с ними результатов испытаний или калибровки.

4.8 Претензии

В лаборатории должна быть предусмотрена политика и процедуры по урегулированию претензий заказчиков или других сторон. Необходимо хранить записи по всем рекламациям, расследованиям, а также корректирующим действиям, предпринятым лабораторией (см. 4.11).

4.9 Управление работами по испытаниям и/или калибровке, не соответствующими установленным требованиям

4.9.1 Лаборатория должна иметь политику и процедуры, к которым прибегают в случаях, если какой-либо аспект испытаний и/или калибровки или результаты этой работы не соответствуют собственным процедурам лаборатории или согласованным с заказчиком требованиям. Политика и процедуры должны гарантировать, что:

а) обязанности и полномочия по управлению несоответствующими работами определены и если несоответствующая работа выявлена, то установлены и предприняты соответствующие действия (включая приостановку работы и при необходимости приостановку выдачи протоколов

испытаний и сертификатов о калибровке);

b) проведена оценка значимости несоответствующей работы;

c) незамедлительно приняты корректирующие действия вместе с решением о приемлемости несоответствующей работы;

d) при необходимости заказчик извещен и работа отменена;

e) установлена ответственность за разрешение возобновить работу.

Примечание - Выявление несоответствующей работы или проблемы, касающейся системы менеджмента качества или проведения испытаний и/или калибровки, может произойти на различных участках в рамках системы менеджмента качества и технических операций. Примерами являются претензии заказчиков, управление качеством, калибровка средств измерений, проверка расходных материалов, надзор за персоналом или управление им, проверка протоколов испытаний и сертификатов о калибровке, анализ со стороны руководства, а также внутренние и внешние проверки.

4.9.2 Если результаты оценки указывают на то, что несоответствующая работа может повториться или есть сомнения по поводу соответствия действий лаборатории ее собственным политике и процедурам, то незамедлительно должны быть выполнены процедуры, относящиеся к корректирующему действию, описанные в 4.11.

4.10 Улучшение

Лаборатория должна постоянно улучшать результативность своей системы менеджмента, используя политику в области качества, цели в области качества, результаты проверок (аудитов), анализа данных, корректирующих и предупреждающих действий и анализа со стороны руководства.

4.11 Корректирующие действия

4.11.1 Общие положения

Лаборатория должна разработать политику и процедуру и определить соответствующие полномочия за принятие корректирующих действий в случаях, если выявлены несоответствующая работа или отступления от политики или процедур, предусмотренных системой менеджмента или техническими операциями.

Примечание - Проблема с системой менеджмента или техническими операциями в лаборатории может быть установлена различными путями при контроле за несоответствующей работой, внутренних или внешних проверках, анализе со стороны руководства, обратной связи с заказчиками или при помощи наблюдений персонала.

4.11.2 Анализ причин

Процедура корректирующего действия должна начинаться с выяснения основных(ой) причин(ы) проблемы.

Примечание - Анализ причин является ключевым и иногда наиболее сложным моментом в процедуре корректирующего действия. Часто основная причина не очевидна, и поэтому требуется тщательный анализ всех возможных причин проблемы. В их число могут входить требования заказчика, образцы, спецификации образцов, методы и процедуры, квалификация и подготовка персонала, расходные материалы или оборудование и его калибровка.

4.11.3 Выбор и принятие корректирующих действий

Когда возникает потребность в корректирующих действиях, лаборатория должна определить возможные из них. Она должна выбрать и принять действие(я), наиболее подходящее(ие) для устранения проблемы и предотвращения ее (их) повторения.

Корректирующие действия должны оптимально соответствовать масштабу и опасности проблемы.

Лаборатория должна задокументировать и реализовать все требуемые изменения, исходя из анализа корректирующих действий.

4.11.4 Контроль за корректирующими действиями

Лаборатория должна контролировать результаты, чтобы убедиться в эффективности корректирующих действий.

4.11.5 Дополнительные проверки

Если установление несоответствий или отклонений ставит под сомнение соответствие лаборатории ее собственным политике и процедурам или настоящему стандарту, то лаборатория должна как можно скорее обеспечить проверку по 4.14 определенных областей деятельности.

Примечание - Подобные дополнительные проверки часто проводят после принятия корректирующих действий с целью подтверждения их эффективности. Дополнительная проверка бывает необходима только тогда, когда речь идет о серьезных вопросах или опасности для дела.

4.12 Предупреждающие действия

4.12.1 Должны быть определены необходимые улучшения и потенциальные источники несоответствий технического характера или связанные с системой менеджмента. Если требуется предупреждающее действие, то необходимо разработать, внедрить и реализовать план действий, чтобы снизить

вероятность повтора подобных несоответствий и использовать возможность проведения улучшений.

4.12.2 Процедуры предупреждающих действий должны включать в себя инициирование таких действий и проведение контроля с целью обеспечения их результативности.

Примечание 1 - Предупреждающее действие является предварительным процессом, направленным скорее на изыскание возможностей улучшений, чем реакцией на идентификацию проблем или претензий.

Примечание 2 - Помимо анализа рабочих процедур предупреждающее действие может включать анализ данных, в том числе анализ тенденций и риска, а также результатов проверки квалификации.

4.13 Управление записями

4.13.1 Общие положения

4.13.1.1 Лаборатория должна разработать и поддерживать процедуры идентификации, сбора, индексирования, доступа, систематизации, хранения, ведения и изъятия записей по качеству и техническим вопросам. Записи по качеству должны включать в себя отчеты о внутренних проверках, результаты анализа со стороны руководства, а также записи о корректирующих и предупреждающих действиях.

4.13.1.2 Записи должны быть удобочитаемыми, легкодоступными и находиться в местах, обеспечивающих их защиту от повреждений, порчи и утери. Должны быть установлены сроки хранения записей.

Примечание - Записи могут храниться на любом носителе, например бумажном или электронном.

4.13.1.3 Все записи должны храниться в условиях безопасности и конфиденциальности.

4.13.1.4 Лаборатория должна иметь процедуры для защиты и восстановления записей на электронных носителях, а также для предупреждения несанкционированного доступа или внесения изменений в них.

4.13.2 Технические записи

4.13.2.1 Записи о первичных наблюдениях, производственные записи и достаточный объем информации должны храниться в течение установленного времени в лаборатории для того, чтобы установить аудиторское заключение, записи о калибровке, записи о персонале и копии каждого протокола испытаний или выданного сертификата о калибровке. Записи о каждом испытании или калибровке должны содержать достаточно информации, чтобы

обеспечить, по возможности, выявление факторов, влияющих на неопределенность, и проведение повторных испытаний или калибровки в условиях, максимально приближенных к первоначальным. Записи должны содержать сведения о персонале, ответственном за отбор образцов, проведение каждого испытания и/или калибровки и контроль результатов.

Примечание 1 - В некоторых областях деятельности хранение записей всех первичных наблюдений может оказаться невозможным или нецелесообразным.

Примечание 2 - Технические записи представляют собой сумму сведений (см. 5.4.7) и информации, являющейся результатом проведения испытаний и/или калибровки и указывающих, достигнуты ли установленные показатели качества или параметры процессов.

4.13.1.1* Наблюдения, данные и вычисления должны регистрироваться во время их проведения и идентифицироваться с конкретной задачей.

* Нумерация соответствует оригиналу. - Примечание изготовителя базы данных.

4.13.2.3 Если в записях обнаруживаются ошибки, то каждая ошибка должна быть перечеркнута и рядом должно быть написано правильное значение. Все подобные изменения должны быть подписаны или завизированы лицом, внесшим изменение. Если записи хранятся в электронном виде, то должны быть приняты меры, чтобы избежать потери или изменения первоначальных данных.

4.14 Внутренние проверки

4.14.1 Лаборатория должна периодически и в соответствии с предварительно установленными графиком и процедурой проводить внутренние проверки своей деятельности, чтобы подтвердить соответствие требованиям системы менеджмента и настоящего стандарта. Программа внутренней проверки должна охватывать все элементы системы менеджмента, включая деятельность по проведению испытаний и/или калибровки. Менеджер по качеству несет ответственность за планирование и организацию проверок в соответствии с графиком и требованиями руководства. Проверки должны проводиться подготовленным и квалифицированным персоналом, и, если есть такая возможность, независимым от проверяемой деятельности.

Примечание - Периодичность проведения внутренних проверок составляет один год.

4.14.2 Если в результате проведенной проверки возникают сомнения в эффективности деятельности либо в правильности или достоверности результатов проведенных испытаний и калибровки, то лаборатория должна своевременно предпринять корректирующие действия и известить об этом заказчиков в письменном виде.

4.14.3 Область проверяемой деятельности, результаты проверки и предполагаемые корректирующие действия должны быть зарегистрированы.

4.14.4 Последующие проверки должны удостоверить и зафиксировать внедрение и эффективность предпринятого корректирующего действия.

4.15 Анализ со стороны руководства

4.15.1 В соответствии с предварительно установленными графиком и процедурой высшее руководство лаборатории должно периодически проводить анализ системы менеджмента лаборатории и деятельности по проведению испытаний и/или калибровки с целью обеспечения их постоянной пригодности и результативности и необходимые изменения или улучшения. Анализ должен учитывать:

- пригодность политики и процедур;
- отчеты руководящих и контролирующих сотрудников;
- результаты последних внутренних проверок;
- корректирующие и предупреждающие действия;
- оценки, проведенные сторонними органами;
- результаты межлабораторных сравнительных испытаний или проверок квалификации;
- изменения объема и вида работы;
- обратную связь с заказчиками;
- претензии;
- рекомендации по улучшению;
- другие факторы, такие как деятельность по управлению качеством, ресурсы и подготовка персонала.

Примечание 1 - Обычно анализ со стороны руководства проводится один раз в год.

Примечание 2 - Результаты должны быть введены в систему планирования лаборатории и включать в себя цели, задачи и планы работ на следующий год.

Примечание 3 - Анализ со стороны руководства включает в себя рассмотрение смежных вопросов на регулярных заседаниях руководства.

4.15.2 Результаты анализов со стороны руководства и последующие действия должны быть зарегистрированы. Руководство должно обеспечить выполнение этих действий в соответствующие согласованные сроки.

5 Технические требования

5.1 Общие положения

5.1.1 Правильность и надежность испытаний и/или калибровки, проводимых лабораторией, определяют следующие факторы:

- человеческий фактор (см. 5.2);**
- помещения и условия окружающей среды (см. 5.3);**
- методы испытаний и калибровки и оценка пригодности метода (см. 5.4);**
- оборудование (см. 5.5);**
- прослеживаемость измерений (см. 5.6.);**
- отбор образцов (см. 5.7);**
- обращение с объектами испытаний и калибровки (см. 5.8).**

5.1.2 Степени влияния факторов на общую неопределенность измерения значительно различаются в зависимости от видов испытаний и калибровки. Лаборатория должна учитывать эти факторы при разработке методов и процедур испытаний и калибровки, при подготовке и оценке квалификации персонала и при выборе и калибровке используемого оборудования.

5.2 Персонал

5.2.1 Руководство лаборатории должно гарантировать компетентность всех, кто работает со специальным оборудованием, проводит испытания и/или калибровки, оценивает результаты и подписывает протоколы испытаний и сертификаты о калибровке. За стажерами должен быть обеспечен соответствующий надзор. Специфические задачи следует поручать персоналу с учетом соответствующего образования, подготовки, опыта и/или проявляемого мастерства.

Примечание 1 - В некоторых технических областях (например, в области неразрушающего контроля) может потребоваться, чтобы сотрудники, выполняющие некоторые задания, прошли сертификацию. Лаборатория несет ответственность за выполнение установленных требований к сертификации персонала. Требования к сертификации персонала могут быть регламентированы, введены в стандарты для конкретной технической области или предъявлены заказчиком.

Примечание 2 - Персонал, ответственный за содержание протоколов испытаний, помимо соответствующей квалификации, подготовки, опыта и удовлетворительных знаний по проводимым испытаниям, должен также обладать:

- необходимым знанием технологии производства объектов испытаний, материалов, продукции или того, как они применяются или должны применяться, а также дефектов или возможных ухудшений качества при использовании или обслуживании;

- знанием основных требований, содержащихся в законодательстве и стандартах;

- пониманием значимости обнаруженных отклонений по сравнению с нормальным использованием соответствующих изделий, материалов, продукции и др.

5.2.2 Руководство лаборатории должно сформулировать цели образования, подготовки и формирования навыков персонала лаборатории. Лаборатория должна иметь политику и процедуры выявления потребностей в подготовке и осуществления подготовки персонала. Программа подготовки должна соответствовать имеющимся и предстоящим задачам лаборатории. Результативность проводимого обучения персонала должна быть оценена.

5.2.3 Лаборатория должна использовать персонал, нанятый ею или приглашенный по контракту. Если используется персонал, приглашенный по контракту или оказывающий дополнительную техническую или профессиональную помощь, лаборатория должна удостовериться, что он компетентен, работает под контролем и в соответствии с системой менеджмента лаборатории.

5.2.4 Лаборатория должна иметь описания текущих проводимых работ для руководящего, технического и вспомогательного персонала, участвующего в проведении испытаний и калибровки.

Примечание - Описание работ может быть проведено различными способами. Как минимум, следует определить следующее:

- обязанности по проведению испытаний и/или калибровки;
- обязанности по планированию испытаний и/или калибровки и оценке результатов;
- обязанности по формулированию мнений и толкований;
- обязанности по модификации и разработке методов, а также по оценке пригодности новых методов;
- требуемые специальные знания и опыт;

- квалификацию и программы подготовки;
- функции руководства.

5.2.5 Руководство должно уполномочить специально подобранный персонал для проведения конкретных работ по отбору проб (образцов), испытаниям и/или калибровке, для оформления протоколов испытаний и выдачи сертификатов о калибровке, подготовки мнений и толкований и эксплуатации конкретного оборудования. Лаборатория должна вести записи о полномочиях, компетенции, профессиональном и образовательном уровне, обучении, мастерстве и опыте всего технического персонала, включая специалистов, работающих по контракту. Эта информация должна быть всегда доступна и содержать дату подтверждения полномочий и компетенции.

5.3 Помещения и условия окружающей среды

5.3.1 Условия проведения испытаний и/или калибровки, в частности источники энергии, освещение и окружающая среда, должны быть такими, чтобы обеспечивалось правильное проведение испытаний и/или калибровки.

Лаборатория должна обеспечить, чтобы условия окружающей среды не приводили к недостоверным результатам или не оказывали неблагоприятное воздействие на требуемое качество измерений. Особое внимание должно быть уделено тем случаям, когда отбор образцов и испытания и/или калибровки проводятся не в стационарных помещениях лаборатории. Технические требования к помещениям и условиям окружающей среды, которые могут оказать влияние на результаты испытаний и калибровки, должны быть документированы.

5.3.2 Лаборатория должна контролировать и регистрировать условия окружающей среды в соответствии с техническими требованиями, методиками и процедурами, если они влияют на качество результатов. Особое внимание следует уделять, например, биологической стерильности, пыли, электромагнитным помехам, радиации, влажности, электроснабжению, температуре, уровню шума и вибрации применительно к соответствующей технической деятельности. Испытания и калибровка должны быть прекращены, если условия окружающей среды подвергают опасности результаты испытаний и/или калибровки.

5.3.3 Соседние участки, на которых проводятся несовместимые работы, должны быть надежно изолированы друг от друга. Должны быть приняты меры по предотвращению взаимного влияния.

5.3.4 Использование участков, оказывающих влияние на качество испытаний и/или калибровки, и доступ к ним следует контролировать. Лаборатория должна установить степень контроля на основе конкретных обстоятельств.

5.3.5 Должны быть приняты меры по обеспечению порядка и чистоты в лаборатории. При необходимости должны быть разработаны специальные процедуры.

5.4 Методы испытаний и калибровки, а также оценка пригодности методов

5.4.1 Общие положения

Лаборатория в своей деятельности должна использовать методы и процедуры, соответствующие области ее деятельности. Они включают отбор образцов, обращение с ними, транспортирование, хранение и подготовку объектов, подлежащих испытаниям и/или калибровке, и, если уместно, оценку неопределенностей измерений, а также статистические методы анализа данных испытаний и/или калибровки.

В лаборатории должны быть инструкции по использованию и управлению всем соответствующим оборудованием, обращению и подготовке объектов, подлежащих испытаниям и/или калибровке, или по тому и другому, если отсутствие таких инструкций может подвергнуть сомнению результаты испытаний и/или калибровки. Все инструкции, стандарты, руководства и справочные данные, относящиеся к работе лаборатории, должны актуализироваться и быть доступными для персонала (см. 4.3). Отклонения от методов испытаний и калибровки допускаются только при условии их документального оформления, технического обоснования, одобрения и согласия заказчика.

Примечание - Международные, региональные, национальные стандарты или общепринятые технические условия, содержащие достаточную и краткую информацию о том, как проводить испытания и/или калибровку, не нуждаются в дополнениях или переоформлении в качестве внутренних процедур, если эти стандарты написаны так, что они могут быть использованы в опубликованном виде сотрудниками лаборатории. При необходимости разрабатывают дополнительную документацию на случай альтернативных вариантов метода или дополнительных подробностей.

5.4.2 Выбор методов

Лаборатория должна использовать методы испытаний и/или калибровки, включая методы отбора образцов, которые отвечают потребностям заказчиков и пригодны для предпринимаемых испытаний и/или калибровки. Преимущественно следует использовать методы, приведенные в международных, региональных (межгосударственных) или национальных стандартах. Лаборатория должна удостовериться, что она использует последнее действующее издание стандарта, кроме случаев, когда оно не подходит или это невозможно сделать. При необходимости к стандарту можно приложить дополнительные подробности с тем, чтобы обеспечить согласованное применение.

Если заказчик не указал метод, который следует использовать, то лаборатория должна выбрать соответствующие методы, которые приведены в международных, региональных или национальных стандартах, рекомендованы авторитетными техническими организациями, описаны в соответствующих научных статьях или журналах или были рекомендованы изготовителем оборудования. Разработанные или принятые лабораторией методы также могут быть использованы, если они пригодны и оценены. О выбранном методе следует уведомить заказчика. Лаборатория должна подтвердить, что она может правильно использовать стандартные методы, прежде чем приступить к испытаниям или калибровке. Если стандартный метод меняется, то подтверждение следует повторить.

Лаборатория должна известить заказчика в случае, если предложенный им метод представляется непригодным или устаревшим.

5.4.3 Методы, разработанные лабораторией

Введение методов испытаний и калибровки, разработанных лабораторией для собственного использования, должно быть планируемым видом работы, поручаемым квалифицированному персоналу, располагающему необходимыми ресурсами.

Планы должны актуализироваться по мере разработки, и между всеми сотрудниками, участвующими в этом процессе, должен быть обеспечен эффективный обмен информацией.

5.4.4 Нестандартные методы

Если необходимо использовать методы, не являющиеся стандартными, то они должны быть согласованы с заказчиком и содержать четкое описание требований заказчика и цели испытания и/или калибровки. Перед использованием разработанный метод должен пройти оценку пригодности.

Примечание - Что касается новых методов испытаний и/или калибровки, то до проведения испытаний и/или калибровки следует разработать процедуры, содержащие, как минимум, следующую информацию:

- a) соответствующую идентификацию;
- b) область распространения;
- c) описание типа объекта, подлежащего испытанию или калибровке;
- d) параметры или количественные показатели и диапазоны, подлежащие определению;
- e) аппаратуру и оборудование, включая требования к техническим характеристикам;

f) требуемые исходные эталоны и стандартные образцы;

g) требуемые условия окружающей среды и необходимый период стабилизации;

h) описание процедуры, включая:

- прикрепление идентификационных знаков, обращение, перемещение, транспортирование, хранение и подготовку объекта испытания;

- проверки, необходимые перед началом работ;

- проверки нормального функционирования и при необходимости калибровку и регулировку оборудования перед каждым его использованием;

- способ регистрации наблюдений и результатов;

- меры безопасности, которые следует соблюдать;

i) критерии и/или требования для принятия или непринятия результата;

j) регистрируемые данные, метод анализа и форму представления;

к) неопределенность или процедуру оценки неопределенности.

5.4.5 Оценка пригодности методов

5.4.5.1 Оценка пригодности - это подтверждение путем исследования и предоставления объективных доказательств того, что конкретные требования к специфическому целевому использованию выполняются.

5.4.5.2 Лаборатория должна оценивать пригодность нестандартных методов, методов, созданных/разработанных лабораторией, стандартных методов, используемых за пределами целевой области распространения ее деятельности, а также расширений и модификаций стандартных методов для подтверждения того, что методы подходят для целевого использования. Полнота этой оценки зависит от необходимости соответствовать потребностям данного применения или области применения. Лаборатория должна регистрировать полученные результаты, процедуру, использованную для оценки пригодности, и решение о том, подходит ли метод для целевого использования.

Примечание 1 - Оценка пригодности может включать в себя процедуры отбора образцов, обращения и транспортирования.

Примечание 2 - Эффективность метода определяют одним из следующих способов или их сочетанием:

- калибровкой с использованием исходных эталонов и стандартных образцов;
- сравнением результатов, полученных с помощью других методов;
- межлабораторными сравнительными испытаниями;
- систематическим оцениванием факторов, оказывающих влияние на результат;
- оцениванием неопределенности результатов на основе научного осмысления теоретических принципов метода и практического опыта.

Примечание 3 - Если в оцененные на пригодность нестандартные методы внесены изменения, то влияние этих изменений следует задокументировать и, если уместно, провести новую оценку.

5.4.5.3 Диапазон и точность оценок (таких как неопределенность результатов, предел обнаружения, избирательность метода, линейность, предел повторяемости и/или воспроизводимости, устойчивость к внешним воздействиям и/или чувствительность к влиянию матрицы пробы/объекта испытаний), получаемых методами, пригодность которых подтверждена, как соответствующих назначению, должны удовлетворять потребностям заказчиков.

Примечание 1 - Оценка пригодности включает в себя спецификацию требований, определение характеристик методов, проверку соответствия требованиям с помощью используемого метода и подтверждение пригодности.

Примечание 2 - По мере разработки метода следует проводить регулярный анализ с целью проверки того, что потребности заказчика все еще удовлетворяются. Любое изменение в требованиях, требующее внесения изменений в план разработки, должно быть одобрено и утверждено.

Примечание 3 - Оценка пригодности - это всегда компромисс между затратами, риском и техническими возможностями. Известно много случаев, когда диапазон определения и неопределенность значений (например, точности, предела обнаружения, избирательности, линейности, повторяемости, воспроизводимости, устойчивости, чувствительности к влияниям) были даны только в упрощенном виде из-за недостатка информации.

5.4.6 Оценка неопределенности измерений

5.4.6.1 Калибровочная или испытательная лаборатория, проводящая калибровку самостоятельно, должна иметь и применять процедуру оценки неопределенности результатов измерений при калибровке для всех видов калибровки.

5.4.6.2 Испытательные лаборатории должны иметь и применять процедуры оценки неопределенности измерений. В некоторых случаях характер метода испытаний может помешать тщательному, обоснованному с точки зрения метрологии и статистики расчету неопределенности измерения. В подобных случаях лаборатория должна по крайней мере попытаться идентифицировать все составляющие неопределенности и провести ее разумную оценку, а также принять меры, чтобы форма представления результатов не создавала ложного представления о неопределенности. Разумная оценка должна основываться на знании сущности метода, области измерений и учитывать имеющийся опыт и данные оценки пригодности.

Примечание 1 - Степень необходимой тщательности при оценке неопределенности измерений зависит от следующих факторов:

- требования метода испытаний;**
- требования заказчика;**
- наличия узких пределов, на которых основываются решения о соответствии нормативной и технической документации.**

Примечание 2 - Если широко признанный метод испытаний устанавливает пределы значений основных источников неопределенности измерения и форму представления вычисленных результатов, то считается, что лаборатория соответствует требованиям настоящего пункта, следуя методу испытаний и инструкциям по представлению результатов (см. 5.10).

5.4.6.3 При оценке неопределенности измерения все составляющие неопределенности, являющиеся существенными в данной ситуации, должны быть приняты во внимание при помощи соответствующих методов анализа.

Примечание 1 - Источниками неопределенности могут являться исходные эталоны и стандартные образцы, применяемые методы и оборудование, окружающая среда, свойства и состояние объекта испытания или калибровки, а также оператор.

Примечание 2 - Прогнозируемое длительное поведение объекта испытания или калибровки, как правило, не принимают в расчет при оценке неопределенности измерений.

Примечание 3 - Дополнительная информация содержится в ИСО 5725 [1]-[6] и Руководстве по выражению неопределенности измерения [23].

5.4.7 Управление данными

5.4.7.1 Расчеты и передачи данных следует систематически проверять.

5.4.7.2 Если используют компьютеры или автоматизированное оборудование для сбора, обработки, регистрации, отчетности, хранения или поиска данных испытаний и калибровки, то лаборатория должна удостовериться, что:

a) разработанное пользователем компьютерное программное обеспечение достаточно подробно задокументировано и должным образом оценено как пригодное для применения;

b) разработаны и внедрены процедуры защиты данных; эти процедуры должны включать в себя, но не ограничиваться этим, целостность и конфиденциальность ввода или сбора данных, хранения данных, передачи данных и обработки данных;

c) для должного функционирования обеспечен технический уход за компьютерами и автоматизированным оборудованием и для них созданы соответствующие условия окружающей среды и выполнены работы, необходимые для поддержания точности данных испытаний и калибровки.

Примечание - Коммерческое готовое программное обеспечение (например, обработка тестов, база данных и статистические программы), обычно используемое в обозначенных рамках их применения, может считаться достаточно оцененным. Однако конфигурацию/модификацию программного обеспечения, используемого в лаборатории, следует оценить (см. перечисление a) 5.4.7.2).

5.5 Оборудование

5.5.1 Лаборатория должна располагать оборудованием всех видов для отбора образцов, измерений и испытаний, требуемым для правильного проведения испытаний и/или калибровки (включая отбор проб, подготовку объектов испытаний и/или калибровки, обработку и анализ данных испытаний и/или калибровки). Если лаборатория нуждается в использовании оборудования, находящегося вне ее постоянного контроля, то она должна удостовериться, что требования настоящего стандарта выполняются.

5.5.2 Оборудование и его программное обеспечение, используемые для проведения испытаний, калибровки и отбора образцов, должны обеспечивать требуемую точность и соответствовать техническим требованиям, предъявляемым к данным испытаниям и/или калибровке. Программы калибровки должны быть утверждены для основных параметров или характеристик средств измерений, если эти характеристики оказывают значительное влияние на результаты. До ввода в эксплуатацию оборудование (включая оборудование для отбора образцов) должно быть калибровано и/или проверено на соответствие техническим требованиям, действующим в

лаборатории, и требованиям стандартов. Оно должно быть проверено и/или калибровано до его использования (см. 5.6).

5.5.3 С оборудованием должен работать уполномоченный персонал. Актуализированные инструкции по использованию и обслуживанию оборудования (включая любые соответствующие руководства, предоставленные производителем оборудования) должны быть всегда доступны для использования персоналом лаборатории.

5.5.4 Каждая единица оборудования и ее программное обеспечение, используемые при проведении испытаний и калибровки и оказывающие влияние на результат, должны, если это практически осуществимо, быть однозначно идентифицированы.

5.5.5 Каждая единица оборудования и ее программное обеспечение, существенные для проведения испытаний и/или калибровки, должны быть зарегистрированы. Записи должны включать, по крайней мере, следующие сведения:

a) идентификацию каждой единицы оборудования и ее программного обеспечения;

b) наименование изготовителя, идентификацию типа, серийный номер или другую уникальную идентификацию;

c) результаты проверок соответствия оборудования нормативной и технической документации (см. 5.5.2);

d) местонахождение на данный момент (если уместно);

e) инструкции изготовителя (при их наличии) или данные о месте их нахождения;

f) даты, результаты и копии всех протоколов, сертификатов о калибровке, свидетельств о регулировках, критерии приемки и планируемую дату очередной калибровки;

g) план обслуживания (при необходимости) и проведенное обслуживание;

h) описание любых повреждений, неисправностей, модификаций или ремонта оборудования.

5.5.6 В лаборатории должны быть задокументированные процедуры по безопасному обращению, транспортированию, хранению, использованию и плановому обслуживанию измерительного оборудования с целью обеспечения надлежащего функционирования и предупреждения загрязнения или порчи.

Примечание - Если для проведения испытаний, калибровки или отбора образцов используется измерительное оборудование, не находящееся на основной территории лаборатории, то могут понадобиться дополнительные процедуры.

5.5.7 Если оборудование было подвергнуто перегрузке или неправильному обращению, показало сомнительные результаты, оказалось с дефектами или его параметры выходили за установленные пределы, то оно должно быть выведено из эксплуатации. Оборудование необходимо изолировать, чтобы предотвратить его использование, или четко указать на ярлыке или в маркировке, что оно непригодно к использованию до тех пор, пока не будет отремонтировано, калибровано или испытано на предмет правильного функционирования. В лаборатории должны быть изучены последствия дефекта или отклонения от установленных на предыдущих испытаниях и/или калибровке параметров и разработана процедура "Управление несоответствующими работами" (см. 4.9).

5.5.8 Все оборудование, находящееся под контролем лаборатории и нуждающееся в калибровке, должно быть маркировано, закодировано или каким-либо другим образом идентифицировано (обозначен статус калибровки, включая дату проведения последней калибровки, а также дату и критерии необходимости проведения повторной калибровки), если это практически осуществимо.

5.5.9 Если по какой-либо причине оборудование выходит из-под прямого контроля лаборатории, то лаборатория должна удостовериться, что функционирование и статус калибровки оборудования были проверены и признаны удовлетворительными, прежде чем оборудование будет возвращено в эксплуатацию.

5.5.10 Если необходимы промежуточные проверки с целью сохранения уверенности в статусе калибровки оборудования, то эти проверки следует проводить в соответствии с установленной процедурой.

5.5.11 Если при калибровке требуется введение ряда корректировочных коэффициентов, то лаборатория должна располагать процедурами, обеспечивающими надлежащую актуализацию их копий (например, в программном обеспечении компьютера).

5.5.12 Регулировка испытательного и калибровочного оборудования, включая аппаратные средства и программное обеспечение, которые могут сделать недействительными результаты испытаний и/или калибровки, должна быть исключена.

5.6 Прослеживаемость измерений

5.6.1 Общие положения

Все средства измерений, используемые для испытаний и/или калибровочных работ, включая средства для вспомогательных измерений (например, для контроля параметров окружающей среды), имеющих значительное влияние на точность и достоверность результатов испытания, калибровки или отбора образцов, должны быть калиброваны перед вводом в эксплуатацию.

В лаборатории должны быть установлены программа и процедура для проведения калибровки средств измерений.

Примечание - Такая программа должна включать в себя систему выбора, использования, калибровки, проверки, контроля и поддержания эталонов единиц физических величин, стандартных образцов, применяемых в качестве эталонов, а также измерительного и испытательного оборудования, используемого при проведении испытаний и калибровки.

5.6.2 Специальные требования

5.6.2.1 Калибровка

5.6.2.1.1 Для калибровочных лабораторий должна быть создана функционирующая программа калибровки оборудования для того, чтобы обеспечивать прослеживаемость калибровки и измерений, проведенных лабораторией, к Международной системе единиц (СИ).

Калибровочная лаборатория устанавливает связь своих исходных эталонов и средств измерений посредством неразрывной цепи калибровки или сличений, связывающих их с первичными эталонами единиц СИ. Соотнесение с единицами СИ достигается через национальные эталоны. Национальные эталоны могут быть первичными эталонами, которые являются первичной реализацией единиц СИ или узаконенных наравне с СИ единиц на основе фундаментальных физических констант, или вторичными эталонами, которые калибруются другим национальным метрологическим институтом. При использовании услуг сторонних организаций по калибровке средств измерений передача размеров единиц должна обеспечиваться тем, что такие услуги предоставляются лабораториями, которые могут продемонстрировать свою компетентность, измерительные возможности и прослеживаемость. Сертификаты о калибровке, выдаваемые этими лабораториями, должны содержать результаты измерений, включая неопределенность измерений и/или утверждение о соответствии установленным метрологическим требованиям (см. 5.10.4.2).

Примечание 1 - Калибровочные лаборатории, соответствующие требованиям настоящего стандарта, рассматриваются как компетентные. Сертификат о калибровке с логотипом органа по аккредитации, выданный

калибровочной лабораторией, аккредитованной на соответствие настоящему стандарту в отношении проведения данного вида калибровки, является достаточным свидетельством прослеживаемости указанных калибровочных данных.

Примечание 2 - Прослеживаемость к единицам СИ может быть достигнута сличением через соответствующий первичный эталон (см. МСМ:1993, 6.4) или через естественную константу, значение которой в обозначениях соответствующей единицы СИ известно и рекомендовано Генеральной конференцией по мерам и весам (ГКМВ) и Международным комитетом мер и весов (МКМВ).

Примечание 3 - Калибровочные лаборатории, имеющие свои собственные первичные эталоны или реализующие единицы СИ на основе фундаментальных физических констант, могут заявить о прослеживаемости своих измерений к системе СИ только после того, как эти эталоны пройдут сличение, прямо или косвенно, с другими подобными эталонами национального метрологического института.

Примечание 4 - Термин "установленные метрологические требования" означает, что из сертификата о калибровке должно быть ясно, по каким техническим требованиям были выполнены измерения - путем включения этих требований или однозначной ссылки на них.

Примечание 5 - Если термины "международный эталон" или "национальный эталон" используются в связи с прослеживаемостью, то предполагается, что эти эталоны имеют свойства первичных эталонов для реализации единиц системы СИ.

Примечание 6 - При передаче размеров единиц от национальных эталонов не обязательно обращаться к национальному метрологическому институту страны, в которой лаборатория расположена.

Примечание 7 - Если калибровочная лаборатория желает или нуждается в получении единиц от национального метрологического института другой страны, то эта лаборатория должна выбрать национальный метрологический институт, который активно участвует в деятельности МБМВ напрямую или через региональные организации.

Примечание 8 - Неразрывная цепь калибровки или сличений может быть реализована в несколько этапов, выполняемых различными лабораториями, которые могут продемонстрировать прослеживаемость.

5.6.2.1.2 Есть определенные виды калибровочных работ, которые в настоящее время не могут быть выполнены в единицах СИ. В этих случаях калибровка должна обеспечивать достоверность измерений путем передачи размеров единиц от соответствующих эталонов единиц физических величин, например:

- использование аттестованных стандартных образцов, предоставленных компетентным поставщиком, чтобы получить надежные значения физических или химических характеристик;

- использование установленных методов и/или согласованных эталонов, четко описанных и принятых всеми заинтересованными сторонами.

По возможности требуется участие в соответствующей программе межлабораторных сравнительных испытаний.

5.6.2.2 Проведение испытаний

5.6.2.2.1 В отношении испытательных лабораторий требования, приведенные в 5.6.2.1, применимы к используемому измерительному и испытательному оборудованию с измерительными функциями, если только не было установлено, что влияние калибровки на общую неопределенность результатов испытаний незначительно. Когда возникает такая ситуация, лаборатория должна гарантировать, что используемое оборудование может обеспечить необходимую неопределенность измерения.

Примечание - Точность, с которой требования 5.6.2.1 следует выполнять, зависит от относительного влияния неопределенности калибровки на общую неопределенность. Если неопределенность является доминирующим фактором, то требования должны быть строго соблюдены.

5.6.2.2.2 Если передача размеров единиц СИ невозможна и/или нецелесообразна, то для испытательных лабораторий действуют те же самые требования по прослеживаемости, что и для калибровочных лабораторий, например, к стандартным образцам, согласованным методам и/или согласованным эталонам (см. 5.6.2.1.2).

5.6.3 Исходные эталоны и стандартные образцы

5.6.3.1 Исходные эталоны

Лаборатория должна иметь программу и процедуру калибровки своих эталонов сравнения. Исходные эталоны должны быть калиброваны органом, который может обеспечить передачу размеров единиц, как описано в 5.6.2.1. Такие исходные эталоны, имеющиеся в лаборатории, должны использоваться только для калибровки, а не для каких-то других целей, если их характеристики не будут признаны недействительными.

Исходные эталоны должны калиброваться до и после любой регулировки (юстировки).

5.6.3.2 Стандартные образцы

Стандартные образцы, по возможности, должны быть привязаны к единицам измерений системы СИ или к аттестованным стандартным образцам. Внутренние стандартные образцы должны проверяться, настолько тщательно, насколько это технически и экономически целесообразно.

5.6.3.3 Промежуточные проверки

Проверки, необходимые для поддержания доверия к калибровочному статусу исходных, первичных эталонов, эталонов сравнения или рабочих эталонов и аттестованных стандартных образцов, должны проводиться в соответствии с определенными процедурами и графиками.

5.6.3.4 Транспортирование и хранение

Лаборатория должна иметь процедуры безопасного обращения, транспортирования, хранения и использования исходных эталонов и стандартных образцов для того, чтобы предупредить загрязнение или повреждение, а также для того, чтобы сохранить их целостность.

Примечание - Если исходные эталоны и стандартные образцы используются для проведения испытаний, калибровки или отбора образцов вне стационарной лаборатории, то могут потребоваться дополнительные процедуры.

5.7 Отбор образцов

5.7.1 Лаборатория должна иметь план и процедуры отбора образцов, если лаборатория проводит отбор образцов веществ, материалов или продукции для последующего испытания или калибровки. План и процедура отбора образцов должны быть в наличии на месте проведения отбора образцов. Планы отбора образцов должны, когда это целесообразно, основываться на статистических методах. В процессе проведения отбора образцов необходимо учитывать факторы, которые должны контролироваться, с тем чтобы обеспечить достоверность результатов испытаний и калибровки.

Примечание 1 - Отбор образцов представляет собой определенную процедуру, посредством которой берется часть вещества, материала или продукции с целью проведения испытания или калибровки представительного образца целого. Необходимость отбора образцов может быть указана в соответствующей нормативной и технической документации, согласно которой проводится испытание или калибровка вещества, материала или продукции. В некоторых случаях (например, при судебном анализе) образец может не быть представительным, а определяться фактором наличия.

Примечание 2 - В процедурах отбора образцов следует описывать выбор, план отбора, извлечение и подготовку образца или образцов из вещества, материала или продукции для получения требуемой информации.

5.7.2 Если заказчик требует отклонений, дополнений или исключений в отношении документированной процедуры отбора образцов, то они должны быть подробно зарегистрированы вместе с соответствующими данными отбора образцов и включены во все документы, содержащие результаты испытаний и/или калибровки, а также сообщены соответствующему персоналу.

5.7.3 В лаборатории должны быть процедуры регистрации соответствующих данных и операций, имеющих отношение к отбору образцов, которые составляют часть проводимых испытаний или калибровки. Эти записи должны включать в себя используемую процедуру отбора образцов, идентификацию специалиста, проводящего отбор образцов, условия окружающей среды (при необходимости), а также диаграммы или другие эквивалентные средства для необходимой идентификации места отбора образцов и, если необходимо, статистические данные, на которых основываются процедуры отбора образцов.

5.8 Обращение с объектами испытаний и калибровки

5.8.1 В лаборатории должны быть процедуры транспортирования, получения, обращения, защиты, хранения, сохранности и/или удаления объектов испытаний и/или калибровки, включая положения, необходимые для защиты целостности объекта испытания и/или калибровки, и защиты интересов лаборатории и заказчика.

5.8.2 В лаборатории должна быть система идентификации объектов испытаний и/или калибровки. Идентификация должна сохраняться на протяжении всего пребывания объекта в лаборатории. Система должна быть спроектирована и действовать таким образом, чтобы не допустить путаницы объектов физически или при ссылках на них в протоколах или других документах. Если необходимо, система должна предусматривать разбивку объектов на группы и перемещение объектов внутри лаборатории или из нее.

5.8.3 При получении объектов для испытаний или калибровки аномалии и отклонения от нормальных или заданных условий, указанных в методе испытания или калибровки, должны быть зарегистрированы. Если есть сомнения относительно пригодности объекта для испытаний или калибровки или если он не соответствует предоставленному описанию, или требуемые испытания или калибровка не описаны достаточно подробно, лаборатория должна проконсультироваться с заказчиком с целью получения дальнейших инструкций до начала испытаний или калибровки и запротоколировать ход обсуждений.

5.8.4 В лаборатории должны быть предусмотрены процедуры и соответствующие возможности, чтобы избежать ухудшения характеристик, потери или повреждений объектов испытаний и калибровки во время их хранения, обращения и подготовки. Инструкции по обращению, прилагаемые к объекту, должны выполняться. Если объекты должны храниться или кондиционироваться при определенных условиях окружающей среды, то эти условия должны поддерживаться, контролироваться и регистрироваться. Если

объект испытаний или калибровки или его часть должны быть сохранены, в лаборатории должны быть созданы условия для их хранения и обеспечения их сохранности, которые защищают состояние и целостность объектов или их соответствующих частей.

Примечание 1 - Если объекты испытаний подлежат возврату в эксплуатацию после испытаний, то требуется особая осторожность, чтобы их не повредить или не испортить при обращении, проведении испытаний или в процессе хранения/ожидания.

Примечание 2 - Лица, ответственные за приемку и транспортировку образцов, должны быть обеспечены процедурой отбора образцов и информацией об их хранении и транспортировании, включая информацию о факторах отбора образцов, оказывающих влияние на результаты испытаний или калибровки.

Примечание 3 - Безопасное хранение объектов испытаний или калибровки может требоваться по различным причинам: это могут быть требования к протоколированию, обеспечению сохранности, ценности объекта, а также обеспечению возможности проведения дополнительных испытаний и/или калибровки в последующий период.

5.9 Обеспечение качества результатов испытаний и калибровки

5.9.1 Лаборатория должна располагать процедурами управления качеством с тем, чтобы контролировать достоверность проведенных испытаний и калибровки. Результаты должны регистрироваться так, чтобы можно было выявить тенденции, и там, где это рационально, применить статистические методы для анализа результатов. Этот контроль должен планироваться и может включать, в частности, следующее:

a) регулярное использование аттестованных стандартных образцов и/или внутренний контроль качества с использованием стандартных образцов;

b) участие в межлабораторных сравнительных испытаниях или программах проверки квалификации;

c) дублирование испытаний или калибровки с использованием тех же или других методов;

d) повторные испытания или повторная калибровка сохраняемых объектов;

e) корреляция результатов на разные характеристики объекта.

Примечание - Выбранные методы должны соответствовать виду и объему выполняемой работы.

5.9.2 Данные контроля качества должны анализироваться. При выявлении случаев отклонения от заранее установленного значения (критерия) должны быть предприняты спланированные действия для решения проблемы и предупреждения опубликования неправильных результатов.

5.10 Отчетность о результатах

5.10.1 Общие положения

Результаты каждого испытания, калибровки или серии испытаний или калибровок, проведенных лабораторией, должны быть сообщены точно, четко, недвусмысленно и объективно в соответствии со всеми специальными инструкциями, содержащимися в методах проведения испытания или калибровки.

Результаты оформляют протоколом испытаний или сертификатом о калибровке (см. примечание 1), в которых указывают всю требуемую заказчиком и необходимую для толкования результатов испытаний или калибровки информацию, а также всю информацию, требуемую для используемого метода. Это обычно информация, приведенная в 5.10.2, 5.10.3 или 5.10.4.

Если испытания или калибровку проводят для внутренних заказчиков или при наличии письменного соглашения с заказчиком, то результаты могут быть представлены в упрощенном виде. Любая информация, перечисленная в 5.10.2-5.10.4, которая не была передана заказчику, должна быть всегда доступна в лаборатории, которая выполнила эти испытания и/или калибровку.

Примечание 1 - Протоколы испытаний и сертификаты о калибровке иногда называют "сертификаты испытаний" и "протоколы о калибровке".

Примечание 2 - Протоколы испытаний или сертификаты о калибровке могут быть на бумажных или электронных носителях в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

5.10.2 Протоколы испытаний и сертификаты о калибровке

Каждый протокол испытаний или сертификат о калибровке должен содержать, по крайней мере, следующую информацию (если лаборатория не имеет обоснованных причин не указывать ту или иную информацию):

a) наименование документа (например, "Протокол испытаний" или "Сертификат о калибровке");

b) наименование и адрес лаборатории, а также место проведения испытаний и/или калибровки, если оно не находится по адресу лаборатории;

c) уникальную идентификацию протокола испытаний или сертификата о калибровке (например, серийный номер), а также идентификацию на каждой

странице, чтобы обеспечить признание страницы как части протокола испытаний или сертификата о калибровке, и, кроме того, четкую идентификацию конца протокола испытаний или сертификата о калибровке;

d) наименование и адрес заказчика;

e) идентификацию используемого метода;

f) описание, состояние и недвусмысленную идентификацию объекта (объектов) испытаний или калибровки;

g) дату получения объекта (объектов), подлежащего(их) испытаниям или калибровке, если это существенно для достоверности и применения результатов, а также дату(ы) проведения испытаний или калибровки;

h) ссылку на план и методы отбора образцов, используемые лабораторией или другими органами, если они имеют отношение к достоверности и применению результатов;

i) результаты испытаний или калибровки с указанием (при необходимости) единиц измерений;

j) имя, должность и подпись или эквивалентную идентификацию лица (лиц), утвердившего(их) протокол испытаний или сертификат о калибровке;

к) при необходимости указание на то, что результаты относятся только к объектам (образцам), прошедшим испытания или калибровку.

Примечание 1 - Экземпляры протоколов испытаний или сертификатов о калибровке, выполненные на бумаге, должны иметь нумерацию страниц и указание общего числа страниц.

Примечание 2 - Лабораториям рекомендуется прилагать заявление о том, что протокол испытаний или сертификат о калибровке не может быть частично воспроизведен без письменного разрешения лаборатории.

5.10.3 Протоколы испытаний

5.10.3.1 В дополнение к требованиям, перечисленным в 5.10.2, протоколы испытаний должны, если это необходимо для толкования результатов испытаний, включать следующее:

a) отклонения, дополнения или исключения, относящиеся к методу испытаний, а также информацию о специальных условиях испытаний, таких как условия окружающей среды;

b) при необходимости указание на соответствие/несоответствие требованиям и/или техническим условиям;

с) при необходимости указание на оцененную неопределенность измерений; информация о неопределенности должна присутствовать в протоколах испытаний, если она имеет отношение к достоверности или применению результатов испытаний, если этого требует инструкция заказчика или если неопределенность влияет на соответствие заданному пределу;

d) если это уместно и необходимо, мнения и толкования (см. 5.10.5);

e) дополнительную информацию, которая может быть востребована специальными методами испытаний, заказчиками или группами заказчиков.

5.10.3.2 В дополнение к требованиям, приведенным в 5.10.2 и 5.10.3, протоколы испытаний, содержащие результаты отбора образцов, должны включать, если это необходимо для толкования результатов испытаний, следующее:

a) дату отбора образцов;

b) однозначную идентификацию вещества, материала или продукции, образцы которых отбирались (включая, при необходимости, наименование производителя, обозначение модели или типа и серийные номера);

c) место, где проводился отбор проб, включая любые графики, эскизы или фотографии;

d) ссылку на план и процедуры отбора образцов;

e) подробное описание условий окружающей среды во время проведения отбора образцов, которые могут повлиять на истолкование результатов испытаний;

f) ссылку на любой стандарт или другую нормативную и техническую документацию, касающиеся метода или процедуры отбора образцов, а также отклонения, дополнения или исключения из соответствующей нормативной и технической документации.

5.10.4 Сертификаты о калибровке

5.10.4.1 В дополнение к требованиям, перечисленным в 5.10.2, сертификаты о калибровке должны, если это необходимо для толкования результатов калибровки, включать следующее:

a) условия (например, условия окружающей среды), при которых проводилась калибровка и которые оказывают влияние на результаты измерений;

b) неопределенность измерения и/или указание о соответствии установленным метрологическим требованиям или отдельным метрологическим характеристикам;

с) доказательства того, что результаты измерений прослеживаются (см. примечание 2 в 5.6.2.1.1).

5.10.4.2 Сертификат о калибровке должен содержать только наименование величин и результаты функциональных испытаний. Если имеется указание о соответствии нормативной и технической документации, то необходимо отметить, какие положения данной документации выполняются, а какие нет.

Если в указании о соответствии нормативной и технической документации отсутствуют результаты измерений и связанные с ними неопределенности, лаборатория должна зарегистрировать эти результаты и хранить их для возможных ссылок на них в будущем. Если указания о соответствии имеются, неопределенность измерений должна учитываться.

5.10.4.3 Если калибруемый прибор был настроен или отремонтирован, результаты калибровки до и после настройки или ремонта, при их наличии, должны быть отражены в протоколе.

5.10.4.4 Сертификат о калибровке (или отметка о калибровке) не должен содержать рекомендаций о периодичности проведения калибровки, за исключением тех случаев, когда это согласовано с заказчиком. Это требование может быть установлено в законном порядке.

5.10.5 Мнения и толкования

Если в протокол включены мнения и толкования, лаборатория должна задокументировать основания, на которых они построены. Мнения и толкования должны быть четко выделены в протоколе испытаний.

Примечание 1 - Мнения и толкования не следует смешивать с инспектированием и сертификацией продукции, предусмотренными в ИСО/МЭК 17020 и в Руководстве ИСО/МЭК 65.

Примечание 2 - Мнения и толкования, содержащиеся в протоколе испытаний, могут, в частности, касаться следующего:

- мнения о соответствии/несоответствии результатов требованиям;
- выполнения требований, включенных в контракт;
- рекомендаций по использованию результатов;
- инструкций по улучшению.

Примечание 3 - Во многих случаях может оказаться уместным обсудить мнения и толкования непосредственно с заказчиком. Такие обсуждения должны протоколироваться.

5.10.6 Результаты испытаний и калибровки, полученные от субподрядчиков

Если протокол испытаний содержит результаты испытаний, проведенных субподрядчиками, они должны быть четко идентифицированы. Субподрядчик должен представить протокол в письменном виде или с помощью электронных средств.

Если калибровка была выполнена на условиях субподряда, лаборатория, выполнившая эту работу, должна выдать сертификат о калибровке лаборатории-подрядчику.

5.10.7 Электронная передача результатов

При передаче результатов испытаний или калибровки по телефону, телексу, факсу или другим электронным или электромагнитным средствам должны выполняться требования настоящего стандарта (см. также 5.4.7).

5.10.8 Формат протоколов и сертификатов

Формат должен соответствовать каждому виду выполняемых испытаний или калибровок и минимизировать возможность их неверного понимания или неправильного использования.

Примечание 1 - Следует уделять внимание структуре протокола испытаний или сертификата о калибровке, особенно в отношении представления данных испытания или калибровки и удобства восприятия их заказчиком.

Примечание 2 - Заголовки должны быть, по возможности, стандартными.

5.10.9 Изменения в протоколах испытаний и в сертификатах о калибровке

Существенные изменения в протоколах испытаний или в сертификатах о калибровке после их выдачи должны производиться только в виде дополнительного документа или дополнительной передачи данных и включать формулировку: "Дополнение к протоколу испытаний (или Сертификату о калибровке), серийный номер (или другая идентификация)" или другую эквивалентную формулировку. Такие изменения должны отвечать требованиям настоящего стандарта.

Если необходимо оформить или выдать полный новый протокол испытаний или сертификат о калибровке, они должны однозначно идентифицироваться и содержать ссылку на оригинал, который они заменяют.

**Приложение А
(справочное)**

Соответствие ИСО 9001:2000

Таблица А.1- Соответствие ИСО 9001:2000

ИСО 9001:2000	ИСО/МЭК 17025
Раздел 1	Раздел 1
Раздел 2	Раздел 2
Раздел 3	Раздел 3
4.1	4.1, 4.1.1, 4.1.2, 4.1.3, 4.1.4, 4.1.5, 4.2, 4.2.1, 4.2.2, 4.2.3, 4.2.4
4.2.1	4.2.2, 4.2.5
4.2.2	4.2.2, 4.2.3, 4.2.4
4.2.3	4.3
4.2.4	4.3.1, 4.13
5.1	4.2.2, 4.2.3
5.1 а)	4.1.2, 4.2.4
5.1 б)	4.2.2
5.1 с)	4.2.2
5.1 д)	4.15
5.1 е)	4.1.5
5.2	4.4.1
5.3	4.2.2
5.3 а)	4.2.2
5.3 б)	4.2.3
5.3 с)	4.2.2
5.3 д)	4.2.2

5.3 e)	4.2.2
5.4.1	4.2.2
5.4.2	4.2.1
5.4.2 a)	4.2.1
5.4.2 b)	4.2.7
5.5.1	4.1.5 a), f), h)
5.5.2	4.1.5 i)
5.5.2 a)	4.1.5 i)
5.5.2 b)	4.1.5 i)
5.5.2 c)	4.2.4
5.5.3	4.1.6
5.6.1	4.15
5.6.2	4.15
5.6.3	4.15
6.1 a)	4.10
6.1 b)	4.4.1, 4.7, 5.4.2, 5.4.3, 5.4.4, 5.10.1
6.2.1	5.2.1
6.2.2 a)	5.2.2, 5.5.3
6.2.2 b)	5.2.1, 5.2.2
6.2.2 c)	5.2.2
6.2.2 d)	4.1.5 k)
6.2.2 e)	5.2.5
6.3 a)	4.1.3, 5.3
6.3 b)	5.4.7.2, 5.5, 5.6

6.3 c)	4.6, 5.5.6, 5.6.3.4, 5.8, 5.10
6.4	5.3.1, 5.3.2, 5.3.3, 5.3.4, 5.3.5
7.1	
7.1a)	4.2.2
7.1 b)	4.1.5 a), 4.2.1, 4.2.3
7.1 c)	5.4, 5.9
7.1 d)	4.1, 5.4, 5.9
7.2.1	4.4.1, 4.4.2, 4.4.3, 4.4.4, 4.4.5, 5.4
7.2.2	4.4.1, 4.4.2, 4.4.3, 4.4.4, 4.4.5, 5.4
7.2.3	4.4.2, 4.4.4, 4.5, 4.7, 4.8
7.3	5.4, 5.9
7.4.1	4.6.1, 4.6.2, 4.6.4
7.4.2	4.6.3
7.4.3	4.6.2
7.5.1	5.1, 5.2, 5.4, 5.5, 5.6, 5.7, 5.8, 5.9
7.5.1 a)	4.3.1
7.5.1 b)	4.2.1
7.5.1 c)	5.3, 5.5
7.5.1 d)	5.5
7.5.1 e)	5.3
7.5.1 f)	4.7, 5.8, 5.9, 5.10
7.5.2	5.2.5, 5.4.2, 5.4.5
7.5.2 a)	5.4.1
7.5.2 b)	5.2.5, 5.5.2

7.5.2 c)	5.4.1
7.5.2 d)	4.13
7.5.2 e)	5.9
7.5.3	5.8.2
7.5.4	4.1.5 c), 5.8
7.5.5	4.6.1, 4.12, 5.8, 5.10
7.6	5.5, 5.6
8.1	4.10, 5.4, 5.9
8.1 a)	5.4, 5.9
8.1 b)	4.14
8.1 c)	4.10
8.2.1	4.7.2
8.2.2	4.11.5, 4.14
8.2.3	4.11.5, 4.14, 5.9
8.2.4	4.5, 4.6, 4.9, 5.5.2, 5.5.9, 5.8
8.3	4.9
8.4	5.9
8.4 a)	4.7.2
8.4 b)	4.4, 5.4
8.4 c)	5.9
8.4 d)	4.6.4
8.5.1	4.10
8.5.2	4.11
8.5.3	4.12

ИСО/МЭК 17025 содержит требования к технической компетентности, отсутствующие в ИСО 9001:2000.

Приложение В (справочное)

Руководящие указания по применению в отдельных областях

В.1 Требования, установленные в настоящем стандарте, изложены в общем виде, но поскольку они применимы ко всем испытательным и калибровочным лабораториям, то могут потребоваться пояснения. Такие пояснения в тексте называются указаниями по применению. Указания по применению не включают в себя дополнительных общих требований, не содержащихся в настоящем стандарте.

В.2 Указания по применению можно представить в виде критериев (требований) настоящего стандарта применительно к специальным областям применения испытаний и калибровки, к методам испытаний, к продукции, материалам или специальным испытаниям или калибровке. Поэтому указания по применению следует составлять лицам, имеющим соответствующие технические знания и опыт; их следует ориентировать на объекты, являющиеся основными или наиболее важными для правильного проведения испытаний или калибровки.

В.3 В зависимости от того, какое конкретное указание по применению уже есть, может оказаться необходимым разработать указания, касающиеся технических требований настоящего стандарта. Такая разработка может быть выполнена с помощью простого представления сведений или дополнительной информации к уже имеющимся общим требованиям в каждом из разделов (например, специальные ограничения температуры и влажности в лаборатории).

В некоторых случаях указания по применению должны быть весьма ограниченными, используемыми только для данного метода испытания или калибровки либо для группы методов. В других случаях они могут быть весьма широкими, используемыми для испытаний и калибровки различной продукции или объектов либо для всех областей испытаний или калибровки.

В.4 Если указания по применению относятся к группе методов испытаний или калибровки во всей технической области, для всех методов должны использоваться единые формулировки.

С другой стороны, может оказаться необходимым подготовить отдельный документ по применению в дополнение к настоящему стандарту для специфических видов или групп испытаний или калибровки продукции, материалов или технических областей испытаний или калибровки. Такой документ должен содержать только необходимую дополнительную информацию и ссылаться на настоящий стандарт как на основной документ.

Следует избегать излишне специализированных указаний по применению, чтобы ограничить рост числа детализированных документов.

В.5 Руководство, содержащееся в настоящем приложении, следует использовать органам по аккредитации и другим типам органов по оцениванию, если они разрабатывают указания по применению для своих собственных целей (например, аккредитация в специфических областях).

Приложение С (справочное)

Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным международным (региональным) стандартам

Таблица С.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 5725-1:1994	ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения
ИСО 5725-2:1994	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
ИСО 5725-3:1994	ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений
ИСО 5725-4:1994	ГОСТ Р ИСО 5725-4-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений
ИСО 5725-6:1994	ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
ИСО 9000:2000	ГОСТ Р ИСО 9000-2001 Системы менеджмента качества. Основные положения и словарь

ИСО 9001:2000	ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования
ИСО/МЭК 90003	*
ИСО 10012:2003	*
ИСО/МЭК 17000	*
ИСО/МЭК 17011	*
ИСО/МЭК 17020	*
ИСО 19011-2002	ГОСТ Р ИСО 19011-2003 Руководящие указания по аудиту систем менеджмента качества и/или систем экономического менеджмента

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Библиография

- [1] ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения
- [2] ИСО 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений
- [3] ИСО 5725-3 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений
- [4] ИСО 5725-4 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений
- [5] ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
- [6] ИСО 9000-2000 Системы менеджмента качества. Основные положения и словарь
- [7] ИСО 9001-2000 Системы менеджмента качества. Требования
- [8] ИСО/МЭК 90003 Техника программного обеспечения. Рекомендации по применению ИСО 9001:2000 к компьютерному программному обеспечению
- [9] ИСО 10012-2003 Системы менеджмента измерений. Требования к измерительным процессам и измерительному оборудованию
- [10] ИСО/МЭК 17011 Оценка соответствия. Общие требования к органам по аккредитации, аккредитующим органы по оценке соответствия
- [11] ИСО/МЭК 17020 Общие критерии деятельности различных типов инспекционных органов
- [12] ИСО 19011 Руководящие указания по аудиту систем менеджмента качества и/или систем экологического менеджмента
- [13] Руководство Термины и определения, касающиеся стандартных

- ИСО 30 образцов
- [14] Руководство Стандартные образцы. Содержание сертификатов и
ИСО 31 этикеток
- [15] Руководство Калибровка в аналитической химии и использование
ИСО 32 аттестованных стандартных образцов
- [16] Руководство Использование аттестованных стандартных образцов
ИСО 33
- [17] Руководство Общие требования к компетентности изготовителей
ИСО 34 стандартных образцов
- [18] Руководство Аттестация стандартных образцов. Общие и
ИСО 35 статистические принципы
- [19] Руководство Проверка компетентности путем межлабораторных
ИСО/МЭК 43-1 сравнительных испытаний.
Часть 1: Разработка и использование программ проверок
компетентности лабораторий
- [20] Руководство Проверка компетентности путем межлабораторных
ИСО/МЭК 43-2 сравнительных испытаний.
Часть 2: Выбор и использование программ проверки
компетентности органами по аккредитации лабораторий
- [21] Руководство Системы аккредитации калибровочных и испытательных
ИСО/МЭК 58-93 лабораторий. Общие требования к функционированию и
признанию
- [22] Общие требования к органам, управляющим
Руководство системами сертификации продукции
ИСО/МЭК 65
- [23] GUM Руководство по выражению неопределенности
измерения, подготовленное МБМВ, МЭК, МФКХ, ИСО,
ИЮПАК, ИЮПАП и МОЗМ (Пер. с англ. - С.-Петербург:
ВНИИМ им. Д.И.Менделеева, 1999
- [24] Информация и документы по аккредитации лабораторий, которые
можно получить в ИЛАК (Международное сотрудничество по аккредитации
лабораторий): www.ilac.org

Электронный текст документа
подготовлен ЗАО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: Стандартиформ, 2007

**ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006 Общие требования к компетентности
испытательных и калибровочных лабораторий**

Вид документа:

**Приказ Ростехрегулирования от 27.12.2006 N 506-ст
ГОСТ Р от 27.12.2006 N ИСО/МЭК 17025-2006**

Принявший орган: Госстандарт России

Статус: Действующий

Тип документа: Нормативно-технический документ

Дата начала действия: 01.07.2007

Опубликован: официальное издание, М.: Стандартинформ, 2007 год

Ссылается на

 **О техническом регулировании (с комментарием) (с изменениями на 1 мая 2007 года)**

Федеральный закон от 27.12.2002 N 184-ФЗ

 **ГОСТ Р 8.563-96 ГСИ. Методики выполнения измерений (С Изменениями N 1, 2)**

Постановление Госстандарта России от 23.05.1996 N 329

ГОСТ Р от 23.05.1996 N 8.563-96

 **ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2000 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий (с Изменением N 1) (не действует на территории РФ)**

Постановление Госстандарта России от 07.07.2000 N 183-ст

ГОСТ Р от 07.07.2000 N ИСО/МЭК 17025-2000

 **ГОСТ Р ИСО 9000-2001 Системы менеджмента качества. Основные положения и словарь (с Изменением N 1)**


Постановление Госстандарта России от 15.08.2001 N 332-ст

ГОСТ Р от 15.08.2001 N ИСО 9000-2001

 **ГОСТ Р ИСО 9001-2001 Системы менеджмента качества. Требования (с Изменением N 1)**


Постановление Госстандарта России от 15.08.2001 N 333-ст


ГОСТ Р от 15.08.2001 N ИСО 9001-2001


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


Постановление Госстандарта России от 23.04.2002 N 161-ст


ГОСТ Р от 23.04.2002 N ИСО 5725-1-2002


 **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**
Постановление Госстандарта России от 23.04.2002 N 161-ст
ГОСТ Р от 23.04.2002 N ИСО 5725-2-2002

 **ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений**
Постановление Госстандарта России от 23.04.2002 N 161-ст
ГОСТ Р от 23.04.2002 N ИСО 5725-3-2002


 **ГОСТ Р ИСО 5725-4-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений**
Постановление Госстандарта России от 23.04.2002 N 161-ст
ГОСТ Р от 23.04.2002 N ИСО 5725-4-2002

 **ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике**
Постановление Госстандарта России от 23.04.2002 N 161-ст
ГОСТ Р от 23.04.2002 N ИСО 5725-6-2002

 **ГОСТ Р ИСО 19011-2003 Руководящие указания по аудиту систем менеджмента качества и/или систем экологического менеджмента**
Постановление Госстандарта России от 29.12.2003 N 432-ст
ГОСТ Р от 29.12.2003 N ИСО 19011-2003

 **ГОСТ Р 1.0-2004 Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения**
Приказ Ростехрегулирования от 30.12.2004 N 152-ст
ГОСТ Р от 30.12.2004 N 1.0-2004

На него ссылаются

 **Изменение N 1 ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2000 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий (не действует на территории РФ)**
Постановление Госстандарта России от 12.07.2001 N 268-ст
ГОСТ Р от 12.07.2001 N ИСО/МЭК 17025-2000

Тематики
Строительство и архитектура

Градостроительство, здания и сооружения

Капитальное строительство (общие вопросы)

Стандартизация, сертификация, нормирование в строительстве (К 10)

Строительство предприятий и объектов топливно-энергетического комплекса

Проектирование и строительство автомобильных дорог

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

БИОХИМИЧЕСКОЕ ПОТРЕБЛЕНИЕ КИСЛОРОДА В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ СКЛЯНОЧНЫМ МЕТОДОМ

РД 52.24.420-2005

Дата введения 2006-01-01

Предисловие

- 1 РАЗРАБОТАН ГУ "Гидрохимический институт"
- 2 РАЗРАБОТЧИКИ А.А. Назарова, канд. хим. наук, Ю.А. Андреев
- 3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Заместителем Руководителя Росгидромета
- 4 СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ Выдано метрологической службой ГУ "Гидрохимический институт" 15.06.2005 г. № 73.24-2005.
- 5 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ГУ ЦКБ ГМП за номером РД 52.24.420-2005
- 6 ВЗАМЕН РД 52.24.420-95 "Методические указания. Методика выполнения измерений биохимического потребления кислорода в водах скляночным методом".

Введение

Находящиеся в воде микроорганизмы в процессе своей жизнедеятельности используют растворенный в воде кислород для биохимического окисления органических соединений, в том числе загрязняющих веществ. Количество кислорода, израсходованное в определенный промежуток времени в процессе биохимического окисления органических веществ, содержащихся в анализируемой воде, называется биохимическим потреблением кислорода (далее - БПК). Этот показатель является некоторой условной мерой загрязнения вод органическими соединениями, в особенности достаточно легко поддающимися биохимической деградации.

Скорость биodeградации органических загрязняющих веществ зависит от множества факторов. В среднем можно полагать, что при 20 °С за 5 суток окисляется около 70% соединений, за 10 и 20 суток - соответственно 90% и 99%. Однако для практических целей полное окисление слишком длительно и его как правило не используют. При неполном окислении органических веществ для сопоставимости величин БПК его определение должно проводиться в некоторых стандартных условиях. В качестве таковых приняты следующие: продолжительность инкубации 5 суток, температура (20±1) °С, отсутствие доступа света и воздуха. Потребление кислорода, определенное при этих условиях называется пятисуточным биохимическим потреблением кислорода – БПК₅. Его находят как разность между содержанием кислорода в анализируемой пробе воды до и после инкубации.

При определении БПК₅ необходимо также соблюдать условия, при которых количество кислорода в пробе в течение инкубации соответствовало бы его потреблению. Это зависит от таких факторов, как степень разбавления проб с большим биохимическим потреблением кислорода, применение одной и той же разбавляющей воды и способ обработки воды перед анализом. Содержание кислорода в анализируемой исходной или разбавленной пробе должно оставаться в течение всего времени инкубации таким, чтобы были обеспечены хорошие условия для протекания аэробных биохимических процессов. Это будет соблюдено, если анализируемая проба или смесь пробы с разбавляющей водой перед определением будут содержать равновесную с воздухом концентрацию кислорода (около 9 мг/дм³ при 20 °С), если минимальное потребление кислорода будет не менее 2 мг/дм³, а оставшаяся спустя 5 сут концентрация кислорода - не менее 3 мг/дм³.

Величина БПК₅ для водных объектов рыбохозяйственного назначения нормируется (не более 2 мг/дм³ O₂).

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику выполнения измерений (далее - методика) БПК₅ в пробах поверхностных и очищенных сточных вод титриметрическим методом при содержании органических веществ, эквивалентном потреблению кислорода в диапазоне от 1,0 до 11,0 мг/дм³. При значении БПК₅ более 6,0 мг/дм³ определение следует проводить при соответствующем разбавлении пробы.

1.2 Настоящий руководящий документ предназначен для использования в лабораториях, осуществляющих анализ природных и очищенных сточных вод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

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 17.1.5.04-81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия

ГОСТ 17.1.5.05-85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков

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

ГОСТ Р 51592-2000 Вода. Общие требования к отбору проб

МИ 2881-2004 Рекомендация. ГСИ. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа, а также на нормативные документы, приведенные в разделе 4.

3 Приписанные характеристики погрешности измерения

3.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих

Диапазон измеряемых величин БПК ₅ X, мг/дм ³	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_x , мг/дм ³	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R , мг/дм ³	Показатель точности (границы погрешности при вероятности P = 0,95) $\pm\Delta$, мг/дм ³
от 1,0 до 11,0 включ.	$0,5+0,021 \cdot X$	$0,2+0,03 \cdot X$	$0,3+0,06 \cdot X$

При выполнении измерений в пробах с величиной БПК₅ свыше 11,0 мг/дм³ после соответствующего разбавления погрешность измерения не превышает величины $\Delta \cdot \eta$, где Δ - погрешность измерения БПК₅ в разбавленной пробе; η - степень разбавления.

Предел обнаружения БПК₅ скляночным методом равен 0,5 мг/дм³.

3.2 Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения измерений;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики в конкретной лаборатории.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства:

4.1.1 Весы аналитические 2 класса точности по ГОСТ 24104-2001.

4.1.2. Весы технические лабораторные 4 класса точности по ГОСТ 29329-92 с пределом взвешивания 200 г, 500 г.

4.1.3 Государственный стандартный образец химического и биологического потребления кислорода в воде, ГСО 1057-99.

4.1.4 Колбы мерные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74 вместимостью:

100 см³ - 1 шт.

500 см³ - 2 шт.

4.1.5 Пипетки градуированные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91 вместимостью:

1 см³ - 5 шт.

2 см³ - 2 шт.

5 см³ - 1 шт.

4.1.6 Пипетка с одной отметкой не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29169-91 вместимостью:

5 см³ - 1 шт.

10 см³ - 2 шт.

50 см³ - 2 шт.

4.1.7 Бюретка не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29251-91 вместимостью:

25 см³ - 1 шт.

4.1.8 Цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74 вместимостью:

10 см³ - 1 шт.

50 см³ - 1 шт.

100 см³ - 1 шт.

250 см³ - 1 шт.

500 см³ - 1 шт.

1000 см³ - 1 шт.

4.1.9 Колбы конические по ГОСТ 25336-82 вместимостью:

250 см³ - 3 шт.

4.1.10 Колбы конические или плоскодонные по ГОСТ 25336-82 1-2 дм³ - 2 шт. вместимостью:

4.1.11 Стаканы химические по ГОСТ 25336-82 вместимостью:

50 см³ - 1 шт.

100 см³ - 1 шт.

250 см³ - 1 шт.

500 см³ - 1 шт.

1000 см³ - 1 шт.

4.1.12 Слянки с притертыми пробками (кислородные) для проб воды вместимостью 100-250 см³ (или слянки БПК).

4.1.13 Трубка хлоркальциевая по ГОСТ 25336-82

- 1 шт.

4.1.14 Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336-82

- 2 шт.

4.1.15 Воронка лабораторная по ГОСТ 25336-82 диаметром 7-10 см

- 1 шт.

4.1.16 Колба с тубусом (Бунзена) по ГОСТ 25336-82 вместимостью 0,25-0,5 дм³

- 1 шт.

4.1.17 Воронка Бюхнера № 1 или 2 по ГОСТ 9147-80

- 1 шт.

4.1.18 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

4.1.19 Плитка электрическая по ГОСТ 14919-83.

4.1.20 Термостат для проб, поддерживающий температуру (20±1) °С.

4.1.21 Насос вакуумный любого типа.

4.1.22 Палочка стеклянная

4.1.23 Шпатель (стеклянная лопатка).

4.1.24 Кюветы фотографические или кристаллизатор.

4.1.25 Отрезок гибкой пластиковой трубки длиной 50-70 см (сифон).

Допускается использование других типов средств измерений, вспомогательных устройств, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 4.1.

4.2 Реактивы и материалы

При выполнении измерений применяют следующие реактивы и материалы:

4.2.1 Марганец (II) хлористый 4-водный (хлорид марганца) по ГОСТ 612-75, ч.д.а. или марганец (II) сернокислый 5-водный (сульфат марганца) по ГОСТ 435-77, ч.д.а. (допустимо ч.).

4.2.2 Калий иодистый (иодид калия) по ГОСТ 4232-74, ч.д.а. или натрий иодистый 2-водный (иодид натрия) по ГОСТ 8422-76, ч.д.а.

4.2.3 Калий двуххромовокислый (дихромат калия) по ГОСТ 4220-75, х.ч. или калий двуххромовокислый, стандарт-титр с молярной концентрацией количества вещества эквивалента (КВЭ) 0,1 моль/дм³ по ТУ 6-09-2540-72.

4.2.4 Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068-86, ч.д.а. или натрий серноватистоокислый (тиосульфат), стандарт-титр с молярной концентрацией КВЭ 0,1 моль/дм³ по ТУ 6-09-2540-72.

4.2.5 Натрия гидроксид (гидроксид натрия) по ГОСТ 4328-77, ч.д.а., или калия гидроксид (гидроксид калия) по ГОСТ 24363-80, ч.д.а.

4.2.6 Натрий углекислый безводный (карбонат натрия) по ГОСТ 83-79, ч.д.а.

4.2.7 Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, ч.д.а., или кислота серная по ГОСТ 4204-77, ч.д.а.

4.2.8 Аммоний хлористый (хлорид аммония) по ГОСТ 3773-72, ч.д.а.

4.2.9 Железо (III), хлорид (хлорид железа) 6-водный гексагидрат по ГОСТ 4147-74, ч.д.а.

4.2.10 Калий фосфорнокислый однозамещенный (дигидрофосфат калия) по ГОСТ 4198-75, ч.д.а.

4.2.11 Калий фосфорнокислый двузамещенный (гидрофосфат калия) 3-водный по ГОСТ 2493-75, ч.д.а.

4.2.12 Натрий фосфорнокислый двузамещенный (гидрофосфат натрия) по ГОСТ 11773-76 или натрий фосфорнокислый двузамещенный (гидрофосфат натрия), 12-водный по ГОСТ 4172-76, ч.д.а.

4.2.13 Хлорид кальция, гексагидрат по ТУ 6-09-4578-81, ч.д.а.

4.2.14 Магний сернокислый (сульфат магния) 7-водный по ГОСТ 4523-77, ч.д.а.

4.2.15 Хлороформ по ГОСТ 20015-88, очищенный.

4.2.16 Крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76, ч.д.а.

4.2.17 Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300-87.

4.2.18 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, свежeproкипяченная и охлажденная в закрытой склянке до комнатной температуры.

4.2.19 Универсальная индикаторная бумага по ТУ 6-09-118-761.

4.2.20 Фильтры обеззоленные "белая лента" и "синяя лента" по ТУ 6-09-1678-86. Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

5 Метод измерений

Определение основано на измерении массовой концентрации растворенного кислорода титриметрическим иодометрическим методом в первоначальной или разбавленной пробе воды до и после ее инкубации в течение 5 суток при стандартных условиях (20 °С, отсутствие доступа воздуха и света).

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений БПК₅ в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в государственных стандартах и соответствующих нормативных документах.

6.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся ко 2, 3 классам опасности по ГОСТ 12.1.007-76.

6.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88.

6.4 Дополнительные требования по экологической безопасности не предъявляются.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица со средним профессиональным образованием или без профессионального образования, но имеющие стаж работы в лаборатории не менее года и освоившие методику.

8 Условия выполнения измерений

8.1 При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:
температура окружающего воздуха (22 ± 5) °С;
атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.);
влажность воздуха не более 80% при 25 °С;
напряжение в сети (220 ± 10) В;
частота переменного тока в сети питания (50 ± 1) Гц.

9 Отбор и хранение проб

Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05-85 и ГОСТ Р 51592-2000. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04-81 и ГОСТ Р 51592-2000.

Значение БПК₅, которое определяется в результате анализа, в значительной степени зависит от особенностей химических и биохимических процессов, протекающих в пробе в промежутке времени между ее отбором и началом анализа. Пробы для определения БПК₅ консервировать не допускается. Поэтому пробу необходимо обрабатывать сразу же после отбора, как описано в разделе 11. Если это невозможно, то отбирают пробу воды в посуду темного стекла, заполняя склянку под горло и хранят при температуре не выше 4 °С не более 4 ч.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Приготовление растворов и реактивов

10.1.1 Раствор хлорида (сульфата) марганца

210 г хлорида марганца ($\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) или 260 г сульфата марганца ($\text{MnSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) или 290 г сульфата марганца ($\text{MnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) растворяют в 300-350 см³ дистиллированной воды, фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают дистиллированной водой до метки на колбе. Хранят в плотно закрытой склянке.

10.1.2 Щелочной раствор иодида калия (или натрия)

15 г иодида калия или 18 г иодида натрия ($\text{NaI} \cdot \text{H}_2\text{O}$) растворяют в 20 см³, а 50 г гидроксида натрия - в 50 см³ дистиллированной воды. Полученные растворы смешивают в мерной колбе вместимостью 100 см³ и доводят объем дистиллированной водой до метки на колбе. При наличии мути раствор фильтруют. Хранят в склянке из темного стекла с плотной резиновой пробкой.

10.1.3 Раствор соляной кислоты 2:1 (по объему)

340 см³ концентрированной соляной кислоты добавляют к 170 см³ дистиллированной воды.

Вместо раствора соляной кислоты 2:1 (по объему) во всех случаях можно использовать раствор серной кислоты 1:4 (по объему). Для его приготовления 100 см³ концентрированной серной кислоты добавляют к 400 см³ дистиллированной воды.

ВНИМАНИЕ! СЕРНУЮ КИСЛОТУ ОТМЕРИВАЮТ СУХИМ ЦИЛИНДРОМ И ОСТОРОЖНО ПРИЛИВАЮТ К ДИСТИЛЛИРОВАННОЙ ВОДЕ НЕБОЛЬШИМИ ПОРЦИЯМИ ПРИ ПЕРЕМЕШИВАНИИ (В ТЕРМОСТОЙКОМ СТАКАНЕ).

Проверку чистоты растворов хлорида марганца, иодида калия (или натрия), соляной (или серной) кислоты и их очистку осуществляют, как описано в 10.2.

10.1.4 Раствор крахмала, 0,5%-ный

0,5 г крахмала взбалтывают с 15-20 см³ дистиллированной воды. Суспензию постепенно приливают к 80-85 см³ кипящей дистиллированной воды и кипятят еще 2-3 мин. После охлаждения раствора его консервируют добавлением 2-3 капель хлороформа или нескольких кристалликов салициловой кислоты.

Раствор используют до помутнения.

10.1.5 Раствор дихромата калия с молярной концентрацией количества вещества эквивалента (КВЭ) 0,0200 моль/дм³

При использовании стандарт-титра (4.2.3) последний переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в дистиллированной воде и доводят до метки. Затем пипеткой с одной отметкой отбирают 50 см³ полученного раствора, переносят его в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Для приготовления стандартного раствора из навески при отсутствии стандарт-титра 0,4904 г дихромата калия, предварительно высушенного в сушильном шкафу при 105 °С в течение 1-2 ч, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в

дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки на колбе. Хранят в склянке с притертой пробкой в темном месте не более 6 мес.

10.1.6 Раствор тиосульфата натрия с молярной концентрацией КВЭ 0,02 моль/дм³

При использовании стандарт-титра (4.2.4) последний переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в дистиллированной воде и доводят до метки. Затем пипеткой с одной отметкой отбирают 50 см³ полученного раствора, переносят его в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Для приготовления стандартного раствора из навески при отсутствии стандарт-титра 2,5 г тиосульфата натрия (Na₂S₂O₃·5H₂O) переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки на колбе.

В качестве консерванта к полученному раствору добавляют 3 см³ хлороформа. Перед определением точной концентрации раствор выдерживают не менее 5 суток. Хранят в склянке из темного стекла, закрытой пробкой с вставленными в нее сифоном с бюреткой и хлоркальциевой трубкой, заполненной гранулированным гидроксидом калия или гидроксидом натрия.

Точную концентрацию стандартного раствора тиосульфата натрия определяют как описано в 10.4 не реже 1 раза в неделю. Результаты проверки заносят в специальный журнал.

10.1.7 Фосфатный буферный раствор с pH 7,2

4,25 г дигидрофосфата калия (KH₂PO₄), 14,25 г гидрофосфата калия (K₂HPO₄·3H₂O), 8,85 г гидрофосфата натрия (Na₂HPO₄) или 22,3 г гидрофосфата натрия (Na₂HPO₄·12H₂O) и 0,85 г хлорида аммония (NH₄Cl) растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 500 см³, доводят объем до метки и перемешивают.

10.1.8 Раствор сульфата магния, 1,1%-ный

11,25 г сульфата магния (MgSO₄·7H₂O) растворяют в 500 см³ дистиллированной воды.

10.1.9 Раствор хлорида кальция, 2,7%-ный

28,2 г хлорида кальция (CaCl₂·6H₂O) (или 13,8 г CaCl₂) растворяют в 500 см³ дистиллированной воды.

10.1.10 Раствор хлорида железа, 0,015%-ный

0,13 г хлорида железа (FeCl₃·6H₂O) растворяют в 500 см³ дистиллированной воды.

10.1.11 Вода для разбавления проб

Разбавляющую воду готовят в день применения из дистиллированной воды с температурой 20 °С, добавляя фосфатный буферный раствор, растворы сульфата магния, хлорида кальция и хлорида железа (10.1.7-10.1.10) из расчета по 1 см³ на 1 дм³. Затем насыщают воду кислородом воздуха интенсивным встряхиванием, после чего оставляют на 3-5 мин (до исчезновения мелких пузырьков воздуха) для установления равновесия.

Все растворы, необходимые для приготовления разбавляющей воды, хранят до появления в них осадка или до повышения значения БПК разбавляющей воды более 0,5 мг/дм³ (10.3).

10.1.12 Раствор соляной кислоты, 1 моль/дм³

8,5 см³ концентрированной соляной кислоты добавляют к 92 см³ дистиллированной воды и перемешивают.

10.1.13 Раствор гидроксида натрия, 1 моль/дм³

4 г гидроксида натрия растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. Хранят в полиэтиленовой посуде.

10.2 Проверка чистоты и очистка используемых реактивов и растворов

10.2.1 Иодид калия (натрия)

Для проверки чистоты 1 г иодида калия растворяют в 100 см³ свежeproкипяченной и охлажденной до комнатной температуры дистиллированной воды, приливают 10 см³ раствора соляной кислоты, проверенной на чистоту, и 1 см³ раствора крахмала.

Если в течение 5 мин голубая окраска не появляется, реактив пригоден для использования. В противном случае иодид калия должен быть очищен от свободного иода.

Для этого 30-40 г иодида калия помещают в воронку Бюхнера и промывают при перемешивании охлажденным до 3-5 °С этиловым спиртом до появления бесцветной порции последнего. Промытый иодид калия сушат в темноте между листами фильтровальной бумаги в течение суток. Хранят в плотно закрытой склянке из темного стекла.

Проверку чистоты и очистку иодида натрия проводят аналогичным образом.

10.2.2 Раствор хлорида (сульфата) марганца

К 100 см³ свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной воды добавляют 1 см³ раствора соли марганца, 0,2 г сухого иодида калия, 5 см³ раствора соляной кислоты, проверенных на чистоту, и 1 см³ раствора крахмала.

Отсутствие через 10 мин синей окраски указывает на чистоту реактива. В противном случае для очистки раствора на каждые 100 см³ его добавляют около 1 г безводного карбоната натрия, хорошо перемешивают, отстаивают в течение суток, а затем фильтруют через бумажный фильтр "синяя лента".

10.2.3 Раствор кислоты (соляной или серной)

К 50 см³ дистиллированной воды добавляют 1 см³ раствора крахмала, 1 г проверенного на чистоту иодида калия и 10 см³ раствора соляной кислоты.

Если в течение 5 мин не появится синяя окраска, кислота может быть использована в анализе, в противном случае следует заменить исходный реактив.

10.3 Установление точной вместимости кислородных склянок

Чтобы установить вместимость склянки для определения кислорода, ее тщательно моют, высушивают (снаружи и изнутри) и взвешивают вместе с пробкой на технических весах с точностью до 0,01 г. Предварительно склянки выдерживают в комнате для взвешивания не менее 30 мин.

Затем наполняют ее дистиллированной водой до краев и закрывают стеклянной пробкой так, чтобы под пробкой не оставалось пузырьков воздуха. Обтирают склянку досуха и снова взвешивают с точностью до 0,01 г. Дистиллированную воду также выдерживают в комнате для взвешивания не менее 30 мин и измеряют ее температуру.

По разности двух взвешиваний рассчитывают массу воды в склянке, которую для перевода в объем следует разделить на коэффициент, равный 0,998 при температуре воды 15 °С, 0,997 - при 20 °С и 0,996 - при 25 °С.

10.4 Определение точной концентрации раствора тиосульфата натрия

В колбу для титрования вносят 80-90 см³ дистиллированной воды, 10 см³ раствора дихромата калия, 0,0200 моль/дм³ КВЭ, добавляют 1 г сухого иодида калия и 10 см³ раствора соляной кислоты. Раствор перемешивают, выдерживают 5 мин в темном месте и титруют раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски. Затем добавляют 1 см³ раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски. Повторяют титрование и, если расхождение между значениями объемов титранта не более 0,05 см³, за результат принимают их среднее.

В противном случае повторяют титрование до получения результатов, отличающихся не более, чем на 0,05 см³.

Точную молярную концентрацию КВЭ тиосульфата натрия в растворе рассчитывают по формуле

$$C_m = \frac{C_o \cdot V_o}{V_m}, \quad (1)$$

где C_m - молярная концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм³ КВЭ;

C_o - молярная концентрация раствора дихромата калия, моль/дм³ КВЭ;

V_m - объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см³;

V_o - объем раствора дихромата калия, взятый для титрования, см³.

11 Выполнение измерений

11.1 Заполнение и инкубация склянок

Если проба не содержит визуально заметного количества взвешенных веществ, 1,0-1,4 дм³ ее помещают в достаточно большую (2 дм³) колбу, устанавливают рН в пределах 6-8 по универсальной индикаторной бумаге добавлением раствора соляной кислоты или гидроксида натрия 1 моль/дм³ и доводят температуру пробы до (20±1) °С, нагревая (при помощи водяной бани) или охлаждая ее (под струей водопроводной воды). Затем энергично взбалтывают пробу не менее 10 мин, чтобы насытить ее кислородом. Насыщение пробы кислородом можно также осуществить, пропуская через нее воздух с помощью аквариумного микрокомпрессора. После завершения процедуры насыщения пробу следует оставить на 3-5 мин для удаления избытка воздуха (до отсутствия поднимающихся к поверхности мелких пузырьков).

Если проба содержит грубую взвесь, ее наливают в склянку (лучше, цилиндр) вместимостью не менее 1 дм³ и отстаивают 0,5-1 ч. После отстаивания отбирают сифоном осветлившийся средний слой воды в колбу для насыщения кислородом. Если пробу отстаиванием в течение часа осветлить не удастся, ее фильтруют через бумажный фильтр "белая лента". Всегда в результатах анализа следует указывать принятый способ предварительной обработки воды.

Подготовленную пробу наливают в 3 сухие кислородные склянки, заполняя их до края так,

чтобы внутри склянки не образовывалось пузырьков. В одной из 3-х склянок сразу же фиксируют и определяют концентрацию растворенного кислорода (10.2). Время между аэрацией пробы и фиксированием кислорода при определении его концентрации не должно быть более 15 мин.

Две другие склянки закрывают, помещают пробками вниз в наполненную дистиллированной водой фотографическую кювету или кристаллизатор (гидрозатвор) и устанавливают в термостат. При использовании склянок БПК колпачок заполняется той же пробой. Склянки выдерживают при отсутствии доступа света в термостате при (20 ± 1) °С в течение 5 суток. По истечении этого срока в инкубированных склянках определяют концентрацию неизрасходованного растворенного кислорода (11.2).

11.2 Определение растворенного кислорода

Сразу же после заполнения склянки (или после инкубации) фиксируют растворенный кислород, для чего в склянку с пробой воды вводят отдельными пипетками 1 см³ (при вместимости склянки до 150 см³) или 2 см³ (при вместимости более 150 см³) раствора хлорида (сульфата) марганца и 1 или 2 см³ щелочного раствора иодида калия (при вместимости склянки до 150 см³ и более 150 см³ соответственно).

Пипетку погружают каждый раз до половины склянки и поднимают вверх по мере истечения реактива из нее. Затем быстро закрывают склянку стеклянной пробкой таким образом, чтобы в ней не оставалось пузырьков воздуха, и содержимое тщательно перемешивают 15-20-кратным переворачиванием склянки до равномерного распределения осадка в воде по всему объему склянки. Склянки с зафиксированным в них кислородом помещают в темное место для отстаивания (на время не менее 10 мин и не более 24 ч).

После того, как опустившийся на дно осадок будет занимать менее половины высоты склянки, к пробе приливают 5 или 10 см³ (в зависимости от вместимости склянки) раствора соляной кислоты, погружая при этом пипетку до дна склянки к осадку (не взмучивать) и медленно поднимая ее вверх по мере опорожнения. Вытеснение из склянки части прозрачной жидкости для анализа значения не имеет.

Склянку закрывают пробкой и содержимое тщательно перемешивают. После полного растворения бурого осадка пипеткой с одной отметкой отбирают 50 см³ раствора, предварительно ополаскивая пипетку этим же раствором, переносят его в колбу для титрования и титруют раствором тиосульфата натрия из бюретки вместимостью 10 см³ до тех пор, пока он не станет светло-желтым. Затем прибавляют 1 см³ раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

В склянках после инкубации, повторяют определение растворенного кислорода, отбирая аликвоту из второй (следующей) склянки.

11.3 Разбавление проб

Если предполагается, что значение БПК₅ будет больше 6 мг/дм³, то растворенного кислорода может не хватить для окисления органического вещества пробы. В этом случае исходную пробу разбавляют. Для разбавления используют воду, подготовленную в соответствии с 10.1.11.

В зависимости от предполагаемого значения БПК₅ при разбавлении для выбора объема пробы анализируемой воды руководствуются таблицей 2.

Таблица 2 - Рекомендуемое разбавление проб анализируемой воды при определении БПК₅

Предполагаемое значение БПК ₅ , мг/дм ³	Объем пробы воды в 1 дм ³ смеси, см ³	Степень разбавления
5-12	500	2
10-30	200	5
20-60	100	10
40-120	50	20

Для ориентировочной оценки степени разбавления пробы можно использовать значение перманганатной окисляемости, ХПК, органолептические (характер и интенсивность запаха пробы) или визуальные показатели (наличие, а также возможный состав взвешенного вещества).

Если значение БПК₅ совершенно неизвестно, следует делать несколько последовательных разбавлений, например 1:1, 1:4, 1:9, то есть в 2, 5, 10 раз, соответственно.

Разбавление пробы следует проводить в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доливать до метки разбавляющей водой. Точный объем пробы отмеривают пипеткой (до 50 см³) или

цилиндром (более 50 см³). Затем поступают в соответствии с 11.1.

Подготовленные при разбавлении пробы должны иметь температуру (20±1) °С и значение рН 6-8.

Если при определении БПК₅ проводили разбавление проб, следует одновременно заполнить 4 кислородные склянки водой для разбавления проб (10.1.11). В двух из них сразу же определяют концентрацию растворенного кислорода, а две другие помещают в термостат вместе с партией анализируемых проб и определяют в них концентрацию растворенного кислорода после инкубации. Разница средней концентрации кислорода в исходных и инкубированных пробах разбавляющей воды не должна превышать 0,5 мг/дм³.

Полученную поправку учитывают при расчете значения БПК₅ (12.2). При более высоком значении БПК₅ разбавляющей воды результаты определения будут недостоверны, и следует заменить воду для разбавления более чистой, повторить отбор проб и определение БПК₅.

11.4 Подготовка проб при наличии в воде активного хлора

К пробам, подвергавшимся обработке хлором или хлорной известью и содержащим активный хлор, перед началом определения БПК₅ добавляют необходимый для его полного восстановления объем раствора тиосульфата натрия, который определяют следующим образом.

В колбу для титрования вносят 100 см³ анализируемой воды, 1 г сухого иодида калия, 10 см³ раствора соляной кислоты, тщательно перемешивают и титруют раствором тиосульфата натрия до светло-желтого цвета, а затем после добавления 1 см³ раствора крахмала - до полного обесцвечивания.

Далее к аликвоте анализируемой воды добавляют пропорциональный объем раствора тиосульфата натрия, который не был законсервирован хлороформом.

12 Вычисление и оформление результатов измерений

12.1 Массовую концентрацию растворенного в воде кислорода находят по формуле

$$X = \frac{M \cdot C_m \cdot V_m \cdot V \cdot 1000}{50 \cdot (V - V_1)}, \quad (2)$$

где X - массовая концентрация растворенного кислорода анализируемой пробе воды, мг/дм³;
 C_m - концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм³ эквивалента;
 V_m - объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см³;
 V - вместимость кислородной склянки, см³;
 V_1 - суммарный объем растворов хлорида марганца и иодида калия, добавленных в склянку при фиксации растворенного кислорода, см³;
 M - масса КВЭ кислорода, равная 8 мг/ммоль.

12.2 Биохимическое потребление кислорода БПК₅, мг/дм³, для неразбавленных проб (или БПК₅^р, мг/дм³, для разбавляющей воды) находят по формуле

$$\text{БПК}_5 = X_n - X_k \text{ или } \text{БПК}_5^p = X_n - X_k, \quad (3)$$

где X_n - массовая концентрация растворенного кислорода в пробе анализируемой воды (или разбавляющей воды) до инкубации, мг/дм³;

X_k - массовая концентрация растворенного кислорода в пробе анализируемой воды (или разбавляющей воды) после 5 сут инкубации, мг/дм³.

12.3 Биохимическое потребление кислорода БПК₅, мг/дм³, для подвергавшихся разбавлению проб находят по формуле

$$\text{БПК}_5 = (X_n - X_k) \cdot P - \text{БПК}_5^p (P - 1), \quad (4)$$

где X_n - концентрация растворенного кислорода в пробе анализируемой воды до инкубации, мг/дм³;

X_k - концентрация растворенного кислорода в пробе анализируемой воды после 5 сут инкубации, мг/дм³;

БПК₅^р - биохимическое потребление кислорода в пробах разбавляющей воды, мг/дм³;

P - степень разбавления пробы, равная 1000/ V , где V - объем анализируемой воды в 1 дм³ смеси после разбавления пробы.

12.4 За результат БПК₅ принимают среднее арифметическое результатов измерения в двух склянках, подвергавшихся инкубации, если расхождение между ними не превышает величины предела повторяемости. В противном случае проводят повторное титрование аликвоты пробы, как описано в 11.2. Если и в этом случае расхождение превышает допустимое, результат определения признают недостоверным.

Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$X \pm \Delta (P = 0,95), \quad (5)$$

где Δ - характеристика погрешности измерения для данной величины БПК₅, мг/дм³ (таблица 1).

12.5 Допустимо представлять результат в виде:

$$X \pm \Delta_i (P = 0,95) \text{ при условии } \Delta_i < \Delta. \quad (6)$$

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

12.6 Результаты измерения оформляют протоколом или записью в журнале, по формам, приведенным в Руководстве по качеству лаборатории.

13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

13.1 Контроль качества результатов измерений методики в лаборатории предусматривает:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, погрешности, внутрилабораторной прецизионности).

13.2 Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

13.2.1 Для оперативного контроля отбирают пробу воды и делят ее на две части. В одной части определяют величину БПК₅ X , и если эта величина не превышает 6 мг/дм⁵, то во вторую часть делают добавку аттестованного раствора, приготовленного из ГСО БПК₅, и определяют величину БПК₅ (X'). Если величина БПК₅ в первой части больше 6 мг/дм³, пробу разбавляют и затем делают добавку.

13.2.2 Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры K_k с нормативом контроля K .

13.2.3 Результат контрольной процедуры K_k , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$K_k = |X' - X - C|, \quad (8)$$

где X' - результат контрольного измерения величины БПК₅ в пробе с известной добавкой, мг/дм³;

X - результат контрольного измерения величины БПК₅ в рабочей пробе мг/дм³;

C - величина добавки, мг/дм³.

13.2.4 Норматив контроля погрешности K , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{(\Delta_{\Delta X'})^2 + (\Delta_{\Delta X})^2}, \quad (9)$$

где $\Delta_{\Delta X'}$ - значения характеристики погрешности результатов измерений установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие величине БПК₅ в пробе с добавкой, мг/дм³;

$\Delta_{\Delta X}$ - значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие величине БПК₅ в рабочей пробе, мг/дм³.

Примечание - Допустимо для расчета норматива контроля использовать значения характеристик погрешности, полученные расчетным путем по формулам $\Delta_{\Delta X'} = 0,84 \cdot \Delta_{X'}$ и $\Delta_{\Delta X} = 0,84 \cdot \Delta_X$.

13.2.5 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_k| \leq K, \quad (10)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (10) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (10), выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.3 Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории.

14 Проверка приемлемости результатов, получаемых в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях не должно превышать предела воспроизводимости R ($2,77 \cdot \sigma_R$). Значения σ_R приведены в таблице 1. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 или МИ 2881-2004.

Примечание - Проверка приемлемости проводится при необходимости сравнения результатов измерений, полученных двумя лабораториями.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ИК-ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ РД 52.24.476-95

Дата введения 2007-02-20

Предисловие

- 1 РАЗРАБОТАН ГУ "Гидрохимический институт"
- 2 РАЗРАБОТЧИКИ А.Г.Страдомская, д-р х.н., Л.В.Боева, к.х.н., И.А.Рязанцева
- 3 СОГЛАСОВАН с Начальником УМЗА и ГУ "НПО "Тайфун" Росгидромета
- 4 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета 26.01.2007 г.
- 5 АТТЕСТОВАН ГУ "Гидрохимический институт", свидетельство об аттестации N 131.24-2006 от 01.08.2006 г.
- 6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ГУ ЦКБ ГМП за номером РД 52.24.476-2007 от 14.02.2007 г.
- 7 ВЗАМЕН РД 52.24.476-95 "Методические указания. Методика выполнения измерений массовой концентрации нефтепродуктов в водах ИК-фотометрическим методом"

Введение

Нефтепродукты относятся к числу наиболее распространенных в глобальном масштабе опасных веществ, вызывающих тяжелые экологические последствия при загрязнении ими водных объектов.

Основными источниками поступления нефтепродуктов в водные объекты являются сточные воды предприятий нефтеперерабатывающей, нефтедобывающей, химической, металлургической и других отраслей промышленности; нефтепродукты часто попадают в воду в результате аварий при перевозке их водным путем и в результате интенсивного судоходства, а также с хозяйственно-бытовыми сточными водами.

В водных объектах нефтепродукты представляют собой чрезвычайно сложную, непостоянную и разнообразную смесь веществ, основными группами которой являются углеводороды, обычно составляющие преобладающую часть нефтепродуктов (70%-90%), смолы (1%-30%) и асфальтены (0%-8%). В незначительных количествах (0,001%-5%) в них присутствуют также другие специфические классы веществ. Эти группы веществ обладают разными устойчивостью, опасностью для экосистемы и физико-химическими свойствами, определяющими особенности их поведения в водном объекте. Содержание нефтепродуктов в природных водах колеблется в широких пределах - от отсутствия до 1-2 мг/дм³ и более в загрязненных водах.

Рутинный контроль нефтяного загрязнения, особенно свежего, обычно осуществляется по преобладающей углеводородной фракции. Основную долю углеводородной фракции составляют, как правило, парафины, изопарафины, нафтены и ароматические углеводороды, содержащие алифатические радикалы. Наиболее универсальным методом их определения, а для суммы низкомолекулярных углеводородов - практически единственным, является ИК-фотометрия после отделения других органических компонентов вод на колонке, с оксидом алюминия, который и положен в основу настоящей методики.

Многие компоненты нефти и нефтепродуктов обладают высокой токсичностью, а также проявляют мутагенные и канцерогенные свойства, что губительно сказывается на условиях обитания всего гидробиологического сообщества. Этим обусловлены довольно жесткие требования к содержанию их в природных водах.

Для водных объектов рыбохозяйственного назначения предельно допустимая концентрация (ПДК) нефти и нефтепродуктов в растворенном и эмульгированном состоянии составляет 0,05 мг/дм³.

Для водных объектов рыбохозяйственного назначения ПДК нефти и нефтепродуктов в растворенном и эмульгированном состоянии составляет 0,05 мг/дм³. Для водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения установлены ПДК на нефть многосернистую 0,1 мг/дм³, прочие нефти - 0,3 мг/дм³.

При определении нефтяных углеводородов в незагрязненных природных водах следует иметь в виду возможность включения в их состав биогенных углеводородов, образующихся в процессе прижизненного и посмертного выделения из растительных и животных водных организмов.

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику выполнения измерений (далее - методика) массовой концентрации нефтепродуктов в пробах природных и очищенных сточных вод в диапазоне от 0,04 до 2,00 мг/дм³ ИК-фотометрическим методом. Допускается анализ проб воды с массовой концентрацией нефтепродуктов, превышающей 2,00 мг/дм³, при соответствующем разбавлении элюата или отбора уменьшенной аликвоты пробы.

1.2 Настоящий руководящий документ предназначен для использования в лабораториях, осуществляющих анализ природных и очищенных сточных вод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

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 17.1.5.04-81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия

ГОСТ 17.1.5.05-85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков

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

ГОСТ Р 51592-2000 Вода. Общие требования к отбору проб

МИ 2881-2004 Рекомендация. ГСИ. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа.

Примечание - Ссылки на остальные нормативные документы приведены в разделах 4, А.3.

3 Приписанные характеристики погрешности измерений

3.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих

Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов X , мг/дм ³	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r , мг/дм ³	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R , мг/дм ³	Показатель правильности (границы систематической погрешности при вероятности $P=0,95$) $\pm \Delta_c$, мг/дм ³	Показатель точности (границы погрешности при вероятности $P=0,95$) $\pm \Delta$, мг/дм ³
От 0,04 до 2,00 включ.	0,01+0,05 X	0,01+0,08 X	0,09 X	0,01+0,19 X

При выполнении измерений в пробах с массовой концентрацией нефтепродуктов свыше 2,0 мг/дм³ погрешность измерения не превышает величины, рассчитанной по зависимости, приведенной в таблице 1.

Предел обнаружения нефтепродуктов ИК-фотометрическим методом при объеме анализируемой пробы не менее 0,8 дм³ составит 0,02 мг/дм³.

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения измерений;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики в конкретной лаборатории.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства:

4.1.1 ИК-спектрофотометр или ИК-фотометр, обеспечивающий измерения при длине волны 3,42 мкм в кюветах с толщиной поглощающего слоя не менее 40 мм (спектрофотометр ИК-40 или фотометр, входящий в комплект анализаторов АН-1, АН-2, КН-2 и др.).

4.1.2 Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ 24104-2001.

4.1.3 Государственный стандартный образец состава раствора нефтепродуктов (смесь гексадекана, изооктана и бензола) в четыреххлористом углероде ГСО 7424-97 (далее - ГСО).

4.1.4 Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 1770-74 вместимостью:

25 см³ - 7 шт.
50 см³ - 4 шт.
100 см³ - 1 шт.

4.1.5 Пробирки градуированные исполнения 2, ХС, по ГОСТ 1770-74 с притертой пробкой вместимостью:

5-10 см³ - 1 шт.
25 см³ - 10 шт.

4.1.6 Пробирки градуированные конические (исполнения 1) по ГОСТ 1770-74 вместимостью:

10 см³ - 6 шт.

4.1.7 Пипетки градуированные 2-го класса точности исполнения 1, 2 по ГОСТ 29227-91 вместимостью:

1 см³ - 3 шт.
2 см³ - 2 шт.
5 см³ - 1 шт.
10 см³ - 1 шт.

4.1.8 Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169-91 вместимостью:

5 см³ - 3 шт.
10 см³ - 1 шт.

4.1.9 Цилиндры мерные исполнения 1, 2 по ГОСТ 1770-74 вместимостью:

25 см³ - 1 шт.
50 см³ - 1 шт.
1000 см³ - 1 шт.

4.1.10 Колбы типа Кн исполнения 1, со взаимозаменяемыми конусами 14/23, 29/32, ТХС, с притертыми стеклянными пробками по ГОСТ 25336-82 вместимостью:

50 см³ - 10 шт.
250 см³ - 1 шт.

4.1.11 Установка из стекла для перегонки растворителей (круглодонная колба типа К-1 со взаимозаменяемым конусом 29/32, ТС, вместимостью 1 дм³, елочный дефлегматор длиной не менее 350 мм со взаимозаменяемыми конусами 19/26 и 29/32, насадка Н1 со взаимозаменяемыми конусами 19/26-14/23-14/23, холодильник типа ХПТ - 1, аллонж АИ-14/23) по ГОСТ 25336-82, термометр лабораторный по ГОСТ 29224-91 с диапазоном измеряемых температур 0 °С - 100 °С.

4.1.12 Воронки делительн ВД исполнен 1, 3 ХС по ГОСТ 25336-82 вместимостью: 1 дм³ - 4 шт.

4.1.13 Колонки хроматографические с внутренним диаметром 10 мм и длиной 250 мм - 4 шт.

4.1.14 Воронка лабораторная тип В по ГОСТ 25336-82 диаметр 25-36 мм - 4 шт.

4.1.15 стакан, тип В исполнение 1, ТС по ГОСТ 25336-82 вместимостью 250 см³.

4.1.16 стакан, тип Н исполнение 2, ТХС по ГОСТ 25336-82 вместимостью 50 см³.

4.1.17 стаканчик для взвешивания (бюкс) СВ - 19/9 по ГОСТ 25336-82.

4.1.18 Стеклянная палочка длиной 12-15 см.

4.1.19 Чашка выпарительная N 3 по ГОСТ 9147-80 вместимостью 100-150 см³.

4.1.20 Эксикатор исполнения 2, диаметром корпуса 250 мм по ГОСТ 25336-82.

4.1.21 Флаконы стеклянные с притертыми пробками для хранения растворов и экстрактов вместимостью 50 см³ и 100 см³.

4.1.22 Посуда стеклянная с притертыми стеклянными (или корковыми или полиэтиленовыми пробками, обернутыми алюминиевой фольгой и двойным слоем тонкой тефлоновой пленки) для хранения проб вместимостью 1 дм³.

4.1.23 Слянки темного стекла для хранения растворителей вместимостью 1 дм³.

4.1.24 Слянка толстостенная с притертой пробкой для хранения хромовой смеси.

4.1.24* Сито с диаметром отверстий 0,1 мм.

* Нумерация соответствует оригиналу. – Прим.ред.

4.1.25 Шпатель металлический.

4.1.26 Штатив для пробирок.

4.1.27 Штатив для делительных воронок.

4.1.28 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

4.1.29 Печь муфельная по ТУ 79 РСФСР 337-82.

4.1.30 Электроплитка с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919-83.

4.1.31 Холодильник бытовой.

Допускается использование других типов средств измерений, вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 4.1.

4.2 Реактивы и материалы

При выполнении измерений применяют следующие реактивы и материалы:

4.2.1 н-Гексадекан по ТУ 6-09-3659-74, ч.; изооктан для хроматографии по ТУ 6-09-921-76, х.ч.; бензол по ТУ 6-09-779-76, х.ч. (при отсутствии ГСО)

4.2.2 Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288-74, х.ч., или ТУ 6-09-3219-84, осч.

4.2.5* Натрий серноокислый, безводный (натрия сульфат) по ГОСТ 4166-76, ч.

* Нумерация соответствует оригиналу. – Прим.ред.

4.2.6 Алюминий оксид по ТУ 6-09-426-75, ч.д.а.

4.2.7 Кислота серная по ГОСТ 4204-77, х.ч.

4.2.8 Стеклоткань или стекловата по ГОСТ 10146-74.

4.2.9 Калий двуххромовокислый (дихромат калия) по ГОСТ 4220-75, х.ч.

4.2.10 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

5 Метод измерений

Выполнение измерений массовой концентрации нефтепродуктов ИК-фотометрическим методом основано на выделении нефтяных компонентов из воды экстракцией четыреххлористым углеродом, хроматографическом отделении углеводородов от соединений других классов в колонке с оксидом алюминия и количественном их определении по интенсивности поглощения С-Н связей метиленовых ($-\text{CH}_2-$) и метильных ($-\text{CH}_3$) групп в инфракрасной области спектра ($\lambda=2930 \text{ см}^{-1}$ или 3,42 мкм). Учет входящих в состав нефтепродуктов ароматических углеводородов, не поглощающих в этой области, осуществляется с помощью специального искусственного стандарта, содержащего 25% бензола.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений массовой концентрации нефтепродуктов в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в национальных стандартах и соответствующих нормативных документах.

6.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся к 2, 3, 4 классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

6.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных ПДК в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6.4. Выполнение измерений следует проводить при наличии вытяжной вентиляции.

6.5 Сливы растворителя (четырёххлористого углерода), а также неиспользованные растворы нефтепродуктов запрещается выливать в канализацию. Их собирают в специальную тару и утилизируют в соответствии с действующими правилами.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с высшим профессиональным образованием или со средним профессиональным образованием и стажем работы в лаборатории не менее 2 лет, освоившим методику.

8 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.);
- влажность воздуха не более 80% при 25 °С;
- напряжение в сети (220 ± 10) В;

- частота переменного тока в сети питания (50±1) Гц.

9 Отбор и хранение проб

Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 и ГОСТ Р 51592. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ Р 51592.

При отборе должен быть исключен захват поверхностной пленки воды. Пробы помещают в стеклянную посуду, которая закрывается притертыми стеклянными, либо корковыми или полиэтиленовыми (не резиновыми!) пробками, обернутыми алюминиевой фольгой и двойным слоем тонкой тефлоновой пленки. Пробу для определения нефтяных компонентов помещают в отдельную посуду и используют целиком. Объем отбираемой пробы зависит от концентрации нефтепродуктов в воде и должен составлять не менее 0,5 дм³ для проб очищенных сточных вод и от 0,8 до 1 дм³ для проб природных вод. При отборе заведомо загрязненных проб природных вод допускается отбор пробы объемом 0,5 дм³.

Экстракция пробы должна быть выполнена в течение 1 сут после отбора. Если это невозможно, пробы консервируют, добавляя 5 см³ четыреххлористого углерода на 1 дм³ воды. Хранят законсервированные пробы в холодильнике не более двух недель, экстракты в плотно закрытой посуде - до 1 мес.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Приготовление растворов и реактивов

10.1.1 Оксид алюминия

Оксид алюминия просеивают через сито с размером отверстий 0,1 мм, используют фракцию, пропущенную через сито. Перед употреблением оксид алюминия прокаливают при температуре 600 °С в течение 4 ч. Хранят в эксикаторе в колбе с притертой пробкой 1 мес.

10.1.2. Углерод четыреххлористый

Проверяют чистоту каждой партии четыреххлористого углерода, выполняя измерение концентрации соединений, поглощающих в ИК-области (см. 11.4), используя для сравнения очищенный четыреххлористый углерод.

Если концентрация этих соединений превышает 0,002 мг/см³, выполняют очистку четыреххлористого углерода следующим образом.

В делительную воронку вместимостью 1 дм³ помещают 0,4 дм³ четыреххлористого углерода, добавляют 0,5 дм³ дистиллированной воды и встряхивают в течение 3 мин. Слой четыреххлористого углерода сливают в колбу. Процедуру повторяют с новой порцией дистиллированной воды. К промытому четыреххлористому углероду добавляют около 10 г безводного сульфата натрия, встряхивают и оставляют на 10 мин. Обезвоженный четыреххлористый углерод декантируют в перегонную колбу и перегоняют, отбирая фракцию с температурой кипения 76,7-76,8 °С. Хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой до повышения значения холостого опыта.

10.1.3 Натрия сульфат (безводный)

Для удаления органических примесей сульфат натрия прокаливают при температуре 400 °С в течение 8 ч. Хранят в эксикаторе 1 мес.

10.1.4 Стеклоткань или стекловата, очищенная

Волокна стеклоткани или стекловату замочить на сутки в дистиллированной воде, затем слить воду и залить хромовой смесью на 2-3 ч. Если раствор станет зеленым, заменить его свежей порцией хромовой смеси на один час, затем промыть стекловату водопроводной водой 10-15 раз, ополоснуть дистиллированной водой и высушить. Хранить в бюксе или в склянке с притертой пробкой.

10.1.5 Дистиллированная вода, очищенная четыреххлористым углеродом.

Дистиллированную воду экстрагируют в делительной воронке четыреххлористым углеродом из расчета 20 см³ растворителя на 1 дм³ воды. После расслоения фаз четыреххлористый углерод отбрасывают в специальную емкость для слива, а дистиллированную воду выливают в чистую склянку. Используется только свежеччищенная дистиллированная вода.

10.1.6 Хромовая смесь

Для приготовления хромовой смеси 5-6 г дихромата калия помещают в термостойкий стакан вместимостью 250 см³ смачивают 10-12 см³ дистиллированной воды, а затем при непрерывном перемешивании палочкой приливают 100 см³ концентрированной серной кислоты. После охлаждения переносят в толстостенную склянку.

10.2 Подготовка посуды

Посуду, используемую для приготовления растворов и выполнения измерений массовой концентрации нефтяных компонентов в пробах воды, промывают раствором концентрированной серной кислоты, затем отмывают водопроводной водой и ополаскивают дистиллированной водой. Раствор кислоты используют многократно.

Сильно загрязненную посуду допускается мыть хромовой смесью, после чего тщательно отмывать водой.

Для проверки чистоты посуды на присутствие примесей поглощающих в ИК-области, ее ополаскивают небольшими порциями четыреххлористого углерода (5-10 см³) и измеряют концентрацию поглощающих в ИК-области примесей в смыве. Посуда является чистой, если измеренная концентрация не превышает 0,001 мг/см³.

10.3 Подготовка хроматографических колонок

В нижнюю часть вымытой хромовой смесью, затем тщательно отмытой водой и высушенной колонки помещают комочек стеклоткани или стекловаты и промывают колонку четыреххлористым углеродом. После его отекаания закрывают кран и вносят в колонку 3-4 см³ четыреххлористого углерода. Помещают в стакан вместимостью 50 см³ 6 г прокаленного оксида алюминия, добавляют 5-6 см³ четыреххлористого углерода, тщательно перемешивают и в виде суспензии переносят в колонку. Поверх оксида алюминия вносят слой сульфата натрия высотой около 1 см.

При использовании колонки без крана очистку экстракта (см. 11.3) осуществляют сразу после заполнения колонки, не допуская стекания четыреххлористого углерода ниже уровня оксида алюминия.

В качестве колонки допустимо использовать бюретки с прямым краном вместимостью 25 см³ с отрезанной верхней частью, так чтобы их длина была около 25 см.

10.4 Подготовка ИК-фотометра

Включение и вывод прибора на режим осуществляется в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

10.5 Приготовление градуировочных растворов

10.5.1 Градуировочные растворы углеводородов для выполнения измерений ИК-фотометрическим методом готовят из ГСО с массовой концентрацией смеси углеводородов 50,0 мг/см³. Вскрывают ампулу и ее содержимое переносят в сухую чистую коническую пробирку вместимостью 5 см³. Отбирают 1,0 см³ образца с помощью чистой сухой пипетки вместимостью 1 см³ и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³. Доводят объем в колбе до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают. Массовая концентрация углеводородов в полученном растворе составляет 1,00 мг/см³. Полученный раствор допускается хранить в плотно закрытой посуде в холодильнике в течение 3 месяцев.

Для приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией 0,100 мг/см³ отбирают пипеткой с одной отметкой 5,0 см³ раствора с массовой концентрацией 1,00 мг/см³ и помещают его в мерную колбу вместимостью 50 см³. Доводят объем в колбе до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают. При хранении в плотно закрытой посуде в холодильнике раствор устойчив не более 1 месяца.

10.5.2 При отсутствии ГСО допускается использовать аттестованные смеси углеводородов (гексадекана, изооктана, бензола). Методика приготовления аттестованных смесей приведена в приложении А.

10.6 Установление градуировочной зависимости

Для приготовления градуировочных образцов градуированными пипетками вместимостью 1 и 5 см³ и пипеткой с одной отметкой вместимостью 10 см³ отбирают 0,025; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 10; 15 см³ градуировочного раствора с концентрацией 0,100 мг/см³ и переносят в мерные колбы вместимостью 25 см³. Доводят объем в колбе до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают. Массовая концентрация углеводородов в полученных образцах составляет 0,0010; 0,0020; 0,0040; 0,0100; 0,0200; 0,0400; 0,0600

мг/см³. В качестве последнего градуировочного образца используют градуировочный раствор с концентрацией 0,100 мг/см³.

Установление градуировочной зависимости (градуировку измерительного прибора) осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации применяемого ИК-фотометра с использованием одного или нескольких градуировочных образцов, приготовление которых описано выше.

Установление градуировочной зависимости проводят при замене измерительного прибора либо при использовании новой партии четыреххлористого углерода.

10.7 Контроль стабильности градуировочной характеристики

10.7.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят каждый раз перед анализом серии проб. Средствами контроля являются образцы, используемые для установления градуировочной зависимости по 10.6. Градуировочная характеристика считается стабильной при выполнении следующих условий:

$$|X - C| \leq d, \quad (1)$$

где X - результат контрольного измерения массовой концентрации нефтепродуктов в образце, мг/см³;

C - приписанное значение массовой концентрации нефтепродуктов в образце, мг/см³;

d - допускаемое расхождение между измеренным и приписанным значениями массовой концентрации в образце, мг/см³ (таблица 2).

Таблица 2 - Допускаемые расхождения между измеренным и приписанным значениями массовой концентрации нефтепродуктов в образцах

Массовая концентрация нефтяных компонентов в образце C , мг/см ³	0,0010	0,0020	0,0040	0,0100	0,0200	0,0400	0,0600	0,1000
Допускаемое расхождение d , мг/см ³	0,0004	0,0004	0,0006	0,0011	0,0019	0,0035	0,0051	0,0083

Если условие стабильности не выполняется для одного градуировочного образца, необходимо выполнить повторное измерение этого образца для исключения результата, содержащего грубую погрешность. При повторном невыполнении условия, выясняют причины нестабильности, устраняют их и повторяют измерение с использованием других образцов, предусмотренных методикой. Если градуировочная характеристика вновь не будет удовлетворять условию (1), устанавливают новую градуировочную зависимость.

10.7.2 При выполнении условия (1) учитывают знак разности между измеренными и приписанными значениями массовой концентрации нефтепродуктов в образцах. Эта разность должна иметь как положительное, так и отрицательное значение, если же все значения имеют один знак, это говорит о наличии систематического отклонения. В таком случае требуется установить новую градуировочную зависимость.

11 Выполнение измерений

11.1 Холостое измерение

500-1000 см³ очищенной дистиллированной воды (см. 10.1.5) помещают в делительную воронку и обрабатывают ее, как описано в 11.2-11.4 одновременно с анализом проб воды. Результат холостого измерения вычитают из результата анализа пробы.

Если при измерении анализируемой пробы проводилось разбавление элюата, то аналогичным образом разбавляют холостую пробу и проводят ее повторное измерение.

При высокой величине холостого измерения (более 0,040 мг/дм³ нефтепродуктов) повторно проверяют на чистоту используемые реактивы и материалы и, в случае необходимости, находят и устраняют причину загрязнения.

11.2 Экстракция

Пробу воды из транспортной склянки целиком переносят в делительную воронку (не допускается отбор аликвоты пробы из склянки!).

В склянку приливают четыреххлористый углерод с таким расчетом, чтобы его объем вместе с использованным для консервации пробы составил 15 см³. Тщательно ополаскивают четыреххлористым углеродом стенки склянки, в которой находилась проба, и переносят его в делительную воронку. Выполняют экстракцию, энергично встряхивая воронку в течение 3 мин. После расслоения фаз нижний слой (четырёххлористый углерод) сливают в колбу с притертой пробкой вместимостью 50 см³. Затем добавляют в делительную воронку еще 5 см³ четыреххлористого углерода и выполняют повторную экстракцию. Экстракты объединяют и подвергают обработке, как описано в 11.3 или оставляют на хранение в темном месте. После отделения экстракта измеряют объем пробы воды мерным цилиндром.

Допускается выполнять экстракцию нефтепродуктов в экстракторах, входящих в комплект анализаторов в соответствии с инструкцией по их эксплуатации при условии сохранения соотношения объемов водной фазы и четыреххлористого углерода, приведенных выше.

11.3 Очистка экстрактов

Экстракты обезвоживают сульфатом натрия, добавляя его в колбу небольшими порциями при перемешивании содержимого стеклянной палочкой или встряхиванием. Добавление сульфата натрия прекращают после полного исчезновения эмульсии.

Открывают кран колонки, подготовленной в соответствии с 10.3, и устанавливают скорость протекания четыреххлористого углерода около 1 см³/мин. Когда уровень растворителя опустится до слоя сульфата натрия, переносят в нее обезвоженный экстракт порциями и пропускают его с той же скоростью.

Первые 3-4 см³ элюата (мертвый объем колонки) собирают отдельно в градуированную пробирку вместимостью 10 см³, а основную порцию - в градуированную пробирку с пришлифованной пробкой вместимостью 25 см³. Сульфат натрия и стенки колбы, в которой проводилась осушка экстракта, промывают первыми 3-4 см³ элюата и после того, как уровень экстракта в колонке опустится до слоя сульфата натрия, переносят промывную порцию четыреххлористого углерода в колонку. Повторяют промывание колбы еще 1-2 раза (в зависимости от количества использованного для осушки сульфата натрия) порциями по 2-2,5 см³ чистого четыреххлористого углерода и пропускают смывы через колонку, собирая их в ту же пробирку вместимостью 25 см³. Измеряют объем собранного элюата, закрывают пробирку пробкой и перемешивают. Общий объем элюата не должен превышать 25 см³. При очистке экстракта необходимо следить, чтобы уровень четыреххлористого углерода в колонке не опускался ниже поверхности сульфата натрия.

Предварительно через одну из колонок пропускают 25 см³ четыреххлористого углерода, который в дальнейшем используют в качестве раствора сравнения при измерении концентрации нефтепродуктов в элюатах (см. 11.4). Оксид алюминия в колонке используют один раз.

11.4 Измерение

Перед выполнением измерений на ИК-фотометре необходимо промыть кювету несколько раз четыреххлористым углеродом. Промывание продолжают до тех пор, пока показания прибора перестанут уменьшаться.

Помещают элюат в чистую кювету ИК-фотометра и производят измерение концентрации нефтепродуктов в соответствии с инструкцией по эксплуатации конкретного прибора.

Если оптическая плотность элюата и соответственно концентрация нефтепродуктов в нем выходит за пределы диапазона, в котором проводилась градуировка, разбавляют элюат и повторяют измерение. Разбавление элюатов следует проводить таким образом, чтобы концентрация нефтепродуктов после разбавления находилась в пределах 0,05-0,1 мг/см³.

12 Вычисление и оформление результатов измерений

12.1 Массовую концентрацию нефтепродуктов в анализируемой пробе воды X , мг/дм³, находят по формуле

$$X = \frac{C \cdot V_1}{V} \cdot \eta, \quad (2)$$

где C - концентрация нефтепродуктов в элюате, найденная по показаниям прибора или градуировочной зависимости, мг/см³;

V_1 - объем элюата, см³;

V - объем пробы воды, дм³;

η - степень разбавления элюата; если разбавление не проводилось, $\eta = 1$;

12.2 Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$X \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3 (P=0,95), \quad (3)$$

где $\pm \Delta$ - границы характеристики погрешности измерений для данной массовой концентрации нефтепродуктов (таблица 1).

Численные значения результата измерений должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности; значения характеристики погрешности не должны содержать более двух значащих цифр.

12.3 Допустимо представлять результат в виде:

$$X \pm \Delta_{\text{п}} (P=0,95) \text{ при условии } \Delta_{\text{п}} < \Delta, \quad (4)$$

где $\pm \Delta_{\text{п}}$ - границы характеристики погрешности измерений, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений.

Примечание - Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения $\Delta_{\text{п}} = 0,84 \cdot \Delta$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

12.4 Результаты измерения оформляют протоколом или записью в журнале, по формам, приведенным в Руководстве по качеству лаборатории.

13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

13.1 Общие положения

13.1.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

13.1.2 Периодичность оперативного контроля и процедуры контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

13.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

13.2.1 Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры $K_{\text{к}}$ с нормативом контроля K . Для реализации контрольной процедуры в две чистые склянки (проверка на чистоту по 10.2) наливают по 0,8-1,0 дм³ анализируемой воды. В одну из склянок вводят добавку градуировочного раствора смеси н-гексадекана, изооктана и бензола. Выполняют измерение массовой концентрации нефтепродуктов в обеих склянках согласно разделу 11.

13.2.2 Результат контрольной процедуры $K_{\text{к}}$, мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$K_{\text{к}} = [X' - X - C], \quad (5)$$

где X' - результат контрольного измерения массовой концентрации нефтепродуктов в пробе с известной добавкой, мг/дм³;

X - результат контрольного измерения массовой концентрации нефтепродуктов в пробе без добавки, мг/дм³;

C - величина добавки, мг/дм³.

13.2.3 Норматив контроля погрешности K , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{(\Delta_{ЛХ'})^2 + (\Delta_{ЛХ})^2}, \quad (6)$$

где $\Delta_{ЛХ'}$ - значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие массовой концентрации нефтепродуктов в пробе с добавкой, мг/дм³;

$\Delta_{ЛХ}$ - значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие массовой концентрации нефтепродуктов в пробе без добавки, мг/дм³.

Примечание - Допустимо для расчета норматива контроля использовать значения характеристик погрешности, полученные расчетным путем по формулам $\Delta_{ЛХ'} = 0,84 \cdot \Delta_{ЛХ}$ и $\Delta_{ЛХ} = 0,84 \cdot \Delta_{ЛХ'}$.

13.2.4 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_{к}| \leq K, \quad (7)$$

процедуру признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (7) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (7) норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости R . При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости рассчитывают по формуле

$$R = 2,77 \cdot \sigma_R. \quad (8)$$

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6 или МИ 2881.

Примечание - Проверка приемлемости проводится при необходимости сравнения результатов измерений, полученных двумя лабораториями.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Методика
приготовления аттестованных смесей углеводов АС1-УВ, АС2-УВ, АС3-УВ
для установления градуировочной характеристики приборов и контроля точности
измерений массовой концентрации нефтепродуктов
ИК-фотометрическим методом

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных смесей углеводов, предназначенных для установления градуировочных характеристик приборов и контроля точности результатов измерений массовых концентраций нефтепродуктов ИК-фотометрическим методом в природных и очищенных сточных водах.

А.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики аттестованных смесей приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 - Метрологические характеристики аттестованных растворов углеводов

Наименование характеристики	Значение характеристики для аттестованного раствора		
	АС1-УВ	АС2-УВ	АС3-УВ
Аттестованное значение массовых концентраций углеводов, мг/см ³	10,00	1,000	0,1000
Границы погрешности аттестованного значения концентрации углеводов ($P=0,95$), мг/см ³	0,270	0,028	0,0028

А.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

А.3.1 Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ 24104-2001.

А.3.2 Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 1770-74 вместимостью:

50 см³ - 2 шт.
100 см³ - 1 шт.

А.3.3 Пипетки градуиров 2-го класса точности исполнен 1, 2 по ГОСТ 29227-91 вместимостью:

1,0 см³ - 1 шт.
2,0 см³ - 3 шт.
10,0 см³ - 1 шт.

А.3.4 Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169-91 вместимостью:

5,0 см³ - 2 шт.

А.3.5 Пробирка исполнения 2, ХС, с притертыми стеклянными пробками по ГОСТ 1770-74 вместимостью:

5-10 см³ - 1 шт.

А.3.6 Стаканчик для взвешивания (бюкс) СВ - 19/9 по ГОСТ 25336-82

- 1 шт.

А.3.7 Воронка лаборатор тип В по ГОСТ 25336-82 диаметр 36 мм

- 1 шт.

А.3.8 Стеклянная палочка диаметром 3-4 мм.

А.3.9 Углерод четыреххлористый, предварительно проверенный на отсутствие примесей, поглощающих в ИК-области спектра.

А.3.10 Изооктан для хроматографии по ТУ 6-09-921-76, х.ч.

А.3.11 н-Гексадекан по ТУ 6-09-3659-74, ч.

А.3.12 Бензол по ТУ 6-09-779-76, х.ч.

А.4 Процедура приготовления аттестованных смесей углеводородов

А.4.1 Приготовление аттестованной смеси АС1-УВ

Отбирают 1,36 см³ изооктана, 1,20 см³ н-гексадекана и 0,70 см³ бензола с помощью чистых сухих пипеток вместимостью 2 см³ и 1 см³, помещают их в пробирку с притертой пробкой вместимостью 5-10 см³ и тщательно перемешивают.

Отвешивают в бюксе с крышкой 1,00 г полученной смеси углеводородов, приливая их с помощью пипетки, с точностью до четвертого знака после запятой. Затем приливают в бюкс 7-10 см³ четыреххлористого углерода. Перемешивают тонкой стеклянной палочкой и переносят полученный раствор осторожно по палочке через воронку в мерную колбу вместимостью 100 см³, ополаскивают бюкс два-три раза по 5 см³ четыреххлористого углерода, переносят его в ту же колбу, доводят объем раствора до метки на колбе четыреххлористым углеродом и перемешивают.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию углеводородов равную 10,0 мг/см³.

А.4.2 Приготовление аттестованной смеси АС2-УВ

Отбирают 5,0 см³ раствора АС1-УВ пипеткой с одной отметкой вместимостью 5,0 см³ и помещают его в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию углеводородов 1,00 мг/см³.

А.4.3 Приготовление аттестованной смеси АС3-УВ

Отбирают пипеткой с одной отметкой 5,0 см³ раствора АР2-УВ, помещают его в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию углеводородов 0,100 мг/см³.

А.5 Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов

А 5.1 Расчет метрологических характеристик аттестованной смеси АС1-УВ

Аттестованное значение массовой концентрации углеводородов в аттестованной смеси АС1-УВ C_1 , мг/см³, рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{m}{V} \cdot 1000, \quad (A.1)$$

где m - масса навески углеводородов, г; V - вместимость мерной колбы, см³.

Расчет погрешности приготовления аттестованной смеси АС1-УВ Δ_1 , мг/см³, выполняют по формуле

$$\Delta_1 = C_1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{\mu_1}}{\mu_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{\mu_2}}{\mu_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{\mu_6}}{\mu_6}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_V}{V}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_u}}{V_u}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_z}}{V_z}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_6}}{V_6}\right)^2}, \quad (A.2)$$

где C_1 - приписанное смеси углеводородов АС1-УВ значение массовой концентрации, мг/см³;

Δ_{μ_i} - предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве (изооктан) от приписанного значения μ_i , %;

μ_u - массовая доля изооктана, приписанная реактиву квалификации "х.ч.", %;

$\Delta_{\mu z}$ - предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве (н-гексадекан) от приписанного значения μ , %;

μ_z - массовая доля н-гексадекана, приписанная реактиву квалификации "ч.", %;

$\Delta_{\mu б}$ - предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве (бензол) от приписанного значения μ , %;

$\mu б$ - массовая доля бензола, приписанная реактиву квалификации "х.ч.", %;

Δ_m - предельная возможная погрешность взвешивания, г;

m - масса навески смеси углеводородов, г;

Δ_V - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см³;

V - вместимость мерной колбы, см³;

Δ_{V_u} - предельное значение возможного отклонения объема изооктана, отобранного пипеткой от номинального значения, см³;

V_u - объем изооктана, отбираемый пипеткой, см³;

Δ_{V_z} - предельное значение возможного отклонения объема гексадекана, отобранного пипеткой, от номинального значения, см³;

V_z - объем н-гексадекана, отбираемый пипеткой, см³;

$\Delta_{V б}$ - предельное значение возможного отклонения объема бензола, отобранного пипеткой, от номинального значения, см³;

$V б$ - объем бензола, отбираемый пипеткой, см³.

Погрешность приготовления аттестованного раствора углеводородов равна:

$$\Delta_1 = 10,0 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,15}{99,85}\right)^2 + \left(\frac{2}{98}\right)^2 + \left(\frac{0,2}{99,8}\right)^2 + \left(\frac{0,0002}{1,0}\right)^2 + \left(\frac{0,2}{100}\right)^2 + \left(\frac{0,02}{2}\right)^2 + \left(\frac{0,02}{2}\right)^2 + \left(\frac{0,01}{1}\right)^2} = 0,270 \text{ мг/см}^3.$$

A.5.2 Расчет метрологических характеристик аттестованной смеси AC2-УВ

Аттестованное значение массовой концентрации углеводородов в аттестованной смеси AC2-УВ C_2 , мг/см³, рассчитывают по формуле

$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_1}{V_2}, \quad (\text{A.3})$$

где C_1 - приписанное смеси углеводородов AC1-УВ значение массовой концентрации, мг/см³;

V_1 - объем раствора AC1-УВ, отбираемый пипеткой, см³;

V_2 - вместимость мерной колбы, см³.

Расчет погрешности приготовления аттестованного раствора AP2-УВ Δ_2 , мг/см³, выполняют по формуле

$$\Delta_2 = C_2 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_1}{C_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_2}}{V_2}\right)^2}, \quad (\text{A.4})$$

где C_2 - приписанное аттестованной смеси углеводородов AC2-УВ значение массовой концентрации, мг/см³;

- Δ_1 - предел возможных значений погрешности приготовления аттестованного раствора АС1-УВ, мг/см³;
- C_1 - приписанное смеси углеводов АС1-УВ значение массовой концентрации, мг/см³;
- ΔV_1 - предельное значение возможного отклонения объема V_1 от номинального значения, см³;
- V_1 - объем раствора АС1-УВ, отбираемый пипеткой, см³;
- ΔV_2 - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см³;
- V_2 - вместимость мерной колбы, см³.

Погрешность приготовления аттестованной смеси АС2-УВ равна

$$\Delta_2 = 1,00 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,27}{10,0}\right)^2 + \left(\frac{0,03}{5}\right)^2 + \left(\frac{0,1}{50}\right)^2} = 0,028 \text{ мг/см}^3.$$

А.5.3 Расчет метрологических характеристик аттестованной смеси АС3-УВ

Аттестованное значение массовой концентрации углеводов в аттестованной смеси АС3-УВ C_3 , мг/см³, рассчитывают по формуле

$$C_3 = \frac{C_2 \cdot V_2}{V_3}, \quad (\text{A.5})$$

где C_2 - приписанное аттестованной смеси углеводов АС2-УВ значение массовой концентрации, мг/см³;

V_2 - объем смеси АС2-УВ, отбираемый пипеткой, см³;

V_3 - вместимость мерной колбы, см³.

Расчет погрешности приготовления аттестованной смеси АС3-УВ Δ_3 , мг/см³, выполняют по формуле

* Соответствует оригиналу. – Прим.ред.

$$\Delta_3 = C_3 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_2}{C_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_2}{V_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_3}{V_3}\right)^2}, \quad (\text{A.6})$$

где C_3 - приписанное аттестованной смеси АС3-УВ значение массовой концентрации углеводов, мг/см³;

Δ_2 - предел возможных значений погрешности приготовления аттестованного раствора АС2-УВ, мг/см³;

C_2 - приписанное аттестованной смеси углеводов АС2-УВ значение массовой концентрации, мг/см³;

ΔV_2 - предельное значение возможного отклонения объема V_2 от номинального значения, см³;

V_2 - объем смеси АС2-УВ, отбираемый пипеткой, см³;

ΔV_3 - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см³.

V_3 - вместимость мерной колбы, см³.

Погрешность приготовления аттестованной смеси АС3-УВ равна

$$\Delta_3 = 0,100 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,028}{1,00}\right)^2 + \left(\frac{0,03}{5}\right)^2 + \left(\frac{0,1}{50}\right)^2} = 0,0028 \text{ мг/см}^3.$$

А.6 Требования безопасности

При приготовлении аттестованных смесей необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с вредными веществами в химических лабораториях.

По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся к 2, 3, 4 классам опасности.

Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005. Приготовление растворов следует проводить при наличии вытяжной вентиляции.

А.7 Требования к квалификации операторов

Аттестованные смеси может готовить инженер или лаборант со средним профессиональным образованием, прошедший специальную подготовку и имеющий стаж работы в химической лаборатории не менее 6 мес.

А.8 Требования к маркировке

На склянки с аттестованными смесями должны быть наклеены этикетки с указанием условного обозначения аттестованной смеси массовой концентрации углеводородов, погрешности ее установления и даты приготовления.

А.9 Условия хранения

Аттестованные смеси следует хранить в стеклянной склянке с притертой стеклянной пробкой в холодильнике.

Сроки хранения смесей, мес, не более

АС1-УВ - 6;

АС2-УВ - 3;

АС3-УВ - 1.

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды

ГОСУДАРСТВЕННОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ

"ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ"

344090, г.Ростов-на-Дону
пр.Стачки, 198

Факс: (8632) 22-44-70
Телефон (8632) 22-66-68
E-mail ghi@aaanet.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО N 131.24-2006
об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений массовой концентрации нефтепродуктов в водах ИК-фотометрическим методом

разработанная ГУ "Гидрохимический институт"

и регламентированная в РД 52.24.476-2007

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96 с изменениями 2002 г.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1 Диапазон измеряемых концентраций, значения показателей точности и ее составляющих

Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов X , мг/дм ³	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r , мг/дм ³	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , мг/дм ³	Показатель правильности (границы систематической погрешности при вероятности $P=0,95$) $\pm \Delta_c$, мг/дм ³	Показатель точности (границы погрешности при вероятности $P=0,95$) $\pm \Delta$, мг/дм ³
От 0,04 до 2,00 включ.	0,01 + 0,05X	0,01 + 0,08X	0,09X	0,01 + 0,19X

2 Диапазон измерений, значения пределов воспроизводимости при доверительной вероятности $P=0,95$

Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов X , мг/дм ³	Предел воспроизводимости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, при вероятности $P=0,95$) R , мг/дм ³
От 0,04 до 2,00 включ.	0,03 · 0,22 · X

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в РД 52.24.476-2007.

Периодичность оперативного контроля и процедуры контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Дата выдачи свидетельства 1 августа 2006 г.
Главный метролог ГУ ГХИ

А.А.Назарова

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ СУЛЬФАТОВ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

РД 52.24.483-2005

Дата введения 2005-07-01

Предисловие

- 1 РАЗРАБОТАН ГУ "Гидрохимический институт"
- 2 РАЗРАБОТЧИКИ Л.И.Минина, канд. хим. наук, Л.В.Боева, канд. хим. наук, Т.С.Евдокимова
- 3 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета
- 4 СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ Выдано ГУ "Гидрохимический институт" 30.12.2004 г. N 138.24-2004.
- 5 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ГУ ЦКБ ГМП за номером РД 52.24.483-2005 от 30.06.2005 г.
- 6 ВЗАМЕН РД 52.24.483-95 "Методические указания. Методика выполнения измерений массовой концентрации сульфатов в водах весовым методом"

Введение

Сульфат-ионы являются важнейшим компонентом химического состава поверхностных вод. В маломинерализованных водах сульфаты находятся преимущественно в ионной форме. При увеличении минерализации они склонны к образованию ассоциированных нейтральных ионных пар типа CaSO_4 , MgSO_4 .

В поверхностные воды сульфаты поступают главным образом за счет процессов химического выветривания и растворения серосодержащих минералов, в основном гипса и ангидрита, а также окисления сульфидных минералов и серы. Значительные количества сульфатов поступают в водные объекты в процессе отмирания организмов и окисления веществ растительного и животного происхождения, а также с промышленными и бытовыми сточными водами.

Содержание сульфатов в незагрязненных речных водах и водах пресных озер зависит от их географического расположения и обычно находится в пределах от 5 до 500 мг/дм³, в дождевых водах - от 1 до 10 мг/дм³. В подземных водах содержание сульфатов нередко достигает значительно более высоких величин. В целом же оно ограничивается сравнительно малой растворимостью сульфата кальция (произведение растворимости $6,1 \cdot 10^{-5}$). Внутригодовые изменения концентрации сульфатов в поверхностных водах суши связаны, в основном, с особенностями гидрологического режима водного объекта.

Повышенное содержание сульфатов ухудшает органолептические свойства воды. Жесткие требования в отношении концентрации сульфатов предъявляются и к воде, питающей паросиловые установки, поскольку в присутствии кальция сульфаты образуют прочную накипь.

ПДК сульфатов для водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования составляет 500 мг/дм³, рыбохозяйственного назначения - 100 мг/дм³.

1 Область применения

Настоящий руководящий документ устанавливает методику выполнения измерений (далее - методика) массовой концентрации сульфатов в пробах поверхностных вод суши и очищенных сточных вод в диапазоне от 50 до 500 мг/дм³ гравиметрическим методом. При анализе проб воды с массовой концентрацией сульфатов, превышающей 500 мг/дм³, допускается выполнение измерений после соответствующего разбавления пробы дистиллированной водой.

2 Характеристики погрешности измерения

2.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих ($P=0,95$)

Диапазон измерений массовой концентрации сульфатов, \bar{X} , мг/дм ³	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r , мг/дм ³	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R , мг/дм ³	Показатель правильности (границы систематической погрешности при вероятности $P=0,95$) $\pm \Delta_c$, мг/дм ³	Показатель точности (границы погрешности при вероятности $P=0,95$) $\pm \Delta$, мг/дм ³
От 50 до 500 включ.	$2+0,01 \bar{X}$	$2+0,02 \bar{X}$	$2+0,01 \bar{X}$	$5+0,03 \bar{X}$

При выполнении измерений в пробах с массовой концентрацией сульфатов свыше 500 мг/дм³ после соответствующего разбавления погрешность измерения не превышает величины $\Delta \cdot \eta$, где Δ - погрешность измерения концентрации сульфатов в разбавленной пробе; η - степень разбавления.

Предел обнаружения сульфатов гравиметрическим методом 20 мг/дм³.

2.2 Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения измерений;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики в конкретной лаборатории.

3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

3.1 При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства

3.1.1 Весы аналитические 2 класса точности по ГОСТ 24104-2001.

3.1.2 Весы технич. лабораторные 4 класса точности по ГОСТ 24104-2001 с пределом взвешивания 200 г.

3.1.3 Колбы мерные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 250 см³ - 2 шт.

3.1.4 Пипетки градуированные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91 вместимостью: 1 см³ - 2 шт.

5 см³ - 3 шт.

3.1.5 Пипетки с одной отметкой не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29169-91 вместимостью: 10 см³ - 1 шт.

25 см³ - 1 шт.

50 см³ - 1 шт.

100 см³ - 2 шт.

3.1.6 Цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 50 см³ - 2 шт.

100 см³ - 2 шт.

500 см³ - 1 шт.

3.1.7 Колбы конические по ГОСТ 25336-82 вместимостью: 500 см³ - 6 шт.

3.1.8 Стаканы химические по ГОСТ 25336-82 вместимостью: 100 см³ - 10 шт.

250 см³ - 10 шт.

500 см³ - 10 шт.

3.1.9 Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336-82 - 1 шт.

3.1.11 Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147-80 диаметром 25-35 мм - 10 шт.

3.1.12 Стекланные палочки диаметром 5-6 мм и длиной 25-30 см - 10 шт.

3.1.13 Часовые стекла диаметром 7-10 см - 10 шт.

3.1.14 Капельницы по ГОСТ 25336-82 - 2 шт.

3.1.16 Эксикатор по ГОСТ 25336-82.

3.1.17 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

3.1.18 Печь муфельная по ТУ 79 РСФСР 337-72.

3.1.19 Плитки электрические по ГОСТ 14919-83.

3.1.20 Бани водяные.

Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 3.1.

3.2 При выполнении измерений применяют следующие реактивы и материалы

3.2.1 Барий хлорид 2-водный (хлорид бария) по ГОСТ 4108-72, ч.д.а.

3.2.2 Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, ч.д.а.

3.2.3 Серебро азотнокислое (нитрат серебра) по ГОСТ 1277-75, ч.д.а.

- 3.2.4 Натрия гидроокись (натрия гидроксид) по ГОСТ 4328-77, ч.д.а.
 - 3.2.5 Кислота азотная концентрированная по ГОСТ 4461-77, ч.д.а.
 - 3.2.6 Аммиак водный по ГОСТ 3760-79, ч.д.а.
 - 3.2.7 Метилловый оранжевый, индикатор.
 - 3.2.8 Спирт этиловый по ГОСТ 18300-87
 - 3.2.9 Уголь активный.
 - 3.2.10 Хлорид кальция безводный по ТУ 6-09-4711-81, ч. (для эксикатора).
 - 3.2.11 Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента" по ТУ 6-09-1678-86.
 - 3.2.12 Фильтры мембранные "Владипор МФАС-ОС-2", 0,45 мкм, по ТУ 6-55-221-1-29-89 или другого типа, равноценные по характеристикам.
 - 3.2.13 Универсальная индикаторная бумага по ТУ 6-09-1181-76.
 - 3.2.14 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
- Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 3.2.

4 Метод измерения

Определение массовой концентрации сульфатов гравиметрическим методом основано на измерении массы осадка сульфата бария, образующегося при взаимодействии сульфат-ионов с хлоридом бария в слабокислой среде.

5 Требования безопасности, охраны окружающей среды

5.1 При выполнении измерений массовой концентрации сульфатов в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в государственных стандартах и соответствующих нормативных документах.

5.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся ко 2, 3 классам опасности по ГОСТ 12.1.007-76.

5.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88.

5.4 Вреднодействующие вещества подлежат сбору и утилизации в соответствии с установленными правилами.

5.5 Дополнительные требования по экологической безопасности не предъявляются.

6 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица со средним профессиональным образованием или без профессионального образования, но имеющие стаж работы в лаборатории не менее года, освоившие методику.

7 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха (22±5) °С;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.);
- влажность воздуха не более 80% при 25 °С;
- напряжение в сети (220±10) В;
- частота переменного тока (50±1) Гц.

8 Отбор и хранение проб

Отбор и хранение проб производят в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05-85 и ГОСТ Р 51592-2000. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04-81 и ГОСТ Р 51592-2000. Объем отбираемой пробы должен быть не менее 0,5 дм³. Пробы фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм, промытый дистиллированной водой. Допустимо использование промытых дистиллированной водой бумажных фильтров "синяя лента". При фильтровании через любой фильтр первые порции фильтрата следует отбросить.

Пробы хранят в полипропиленовой (полиэтиленовой) или стеклянной посуде при температуре 3-4 °С. Анализ проб сточных и загрязненных природных вод рекомендуется выполнять в течение 7 дней после отбора. Если в воде присутствуют заметные количества других соединений минеральной или органической серы, определение необходимо выполнять не позднее суток после отбора проб.

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Приготовление растворов и реактивов

9.1.1 Раствор хлорида бария, 10%

12 г хлорида бария ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$) растворяют в 90 см³ дистиллированной воды и фильтруют через фильтр "синяя лента". Раствор устойчив.

9.1.2 Раствор нитрата серебра, 10%

2,5 г нитрата серебра растворяют в 25 см³ дистиллированной воды и добавляют 0,25 см³ концентрированной азотной кислоты. При хранении в склянке из темного стекла раствор устойчив.

9.1.3 Раствор соляной кислоты, 1:1

50 см³ концентрированной соляной кислоты смешивают с 50 см³ дистиллированной воды.

9.1.4 Раствор соляной кислоты, 1:50

2 см³ концентрированной соляной кислоты смешивают с 100 см³ дистиллированной воды.

9.1.5 Раствор соляной кислоты 4 моль/дм³

170 см³ концентрированной соляной кислоты растворяют в 330 см³ дистиллированной воды.

9.1.6 Раствор аммиака, 12%

50 см³ аммиака водного смешивают с 50 см³ дистиллированной воды.

9.1.7 Раствор метилоранжа, 0,5%

0,25 г метилоранжа растворяют в 50 см³ дистиллированной воды.

9.1.8 Активный уголь

Способ подготовки активного угля приведен в приложении А.

9.1.9 Раствор гидроксида натрия 1 моль/дм³

20 г гидроксида натрия растворяют в 500 см³ дистиллированной воды. Хранят в полиэтиленовой посуде.

9.1.10 Раствор гидроксида натрия, 0,4%

2 г гидроксида натрия растворяют в 500 см³ дистиллированной воды. Хранят в полиэтиленовой посуде.

10 Выполнение измерений

10.1 Выполнение измерений при отсутствии мешающих влияний

Ориентировочную оценку содержания сульфатов в неизвестной пробе воды проводят, как описано в приложении Б.

Отбирают пробу воды объемом 250 см³ (с помощью мерной колбы вместимостью 250 см³) или 100 см³ (с помощью пипетки) в зависимости от предполагаемого содержания сульфатов (менее 200 или от 200 до 500 мг/дм³ соответственно) и помещают ее в стакан вместимостью 500 или 250 см³. Добавляют 1-2 капли раствора метилоранжа и по каплям раствор соляной кислоты 1:1 до перехода окраски в розовую, после чего добавляют еще 1 см³ раствора кислоты на каждые 100 см³ пробы. Смесь нагревают до кипения, затем при непрерывном перемешивании стеклянной палочкой прибавляют по каплям 3 см³ горячего раствора хлорида бария.

Дают пробе немного отстояться и добавляют к прозрачной жидкости над осадком 3-4 капли раствора хлорида бария. При появлении мути вводят еще 0,2 см³ раствора хлорида бария для обеспечения полноты осаждения сульфатов. Повторяют проверку полноты осаждения и, при необходимости, добавляют еще 0,2 см³ раствора хлорида бария.

Смесь перемешивают в течение 1 мин, накрывают стакан часовым стеклом, нагревают 2 ч на кипящей водяной бане и оставляют при комнатной температуре до следующего дня.

На следующий день жидкость над осадком, не взмучивая последний, фильтруют через фильтр "синяя лента", который предварительно промывают горячей дистиллированной водой и спиртом (для уплотнения).

Осадок сульфата бария 2-3 раза промывают декантацией, для чего заливают 20-30 см³ горячей дистиллированной воды, перемешивают стеклянной палочкой, затем дают отстояться. Просветлевшую жидкость над осадком осторожно сливают при помощи стеклянной палочки на фильтр в воронке, но так, чтобы осадок оставался в стакане. Далее к осадку добавляют небольшое количество дистиллированной воды, взбалтывают осадок и, не давая отстояться, по палочке переносят на фильтр. Прилипшие к стенкам стакана частицы осадка снимают небольшим кусочком фильтра с помощью стеклянной палочки. Последнюю тщательно обтирают другим кусочком фильтра, оба кусочка присоединяют к осадку и обмывают стакан и палочку дистиллированной водой над фильтром с осадком.

Осадок на фильтре осторожно промывают несколько раз небольшими порциями горячей дистиллированной воды до отрицательной реакции на наличие хлоридов. Для проверки на часовое стекло помещают несколько капель фильтрата и добавляют раствор нитрата серебра. При образовании мути хлорида серебра промывание осадка продолжают.

Фильтр с осадком переносят в предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный тигель, высушивают, нагревая на электроплитке, затем осторожно обугливают на электроплитке или в открытой муфельной печи, не допуская воспламенения бумаги, и прокаливают при 800 °С до тех пор, пока осадок не станет белым. Охлажденный тигель с осадком взвешивают. Повторяют процедуру прокаливания и взвешивания до тех пор, пока разница между взвешиваниями будет менее 1 мг. Повторные прокаливания проводят в течение 40-60 мин.

При анализе вод с массовой концентрацией сульфатов более 500 мг/дм³, следует отбирать для анализа аликвоту, в которой содержание сульфатов не превышает 50 мг и разбавлять ее до 100 см³ дистиллированной водой.

10.2 Выполнение измерений при наличии мешающих влияний

10.2.1 Для устранения мешающего влияния кремния при содержании его 10 мг/дм^3 и более, пробу воды требуемого объема помещают в стакан, добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 и выпаривают досуха на водяной бане. Сухой остаток нагревают в сушильном шкафу в течение 1 ч, смачивают 5 см^3 раствора соляной кислоты 1:50, нагревают на плитке до начала кипения и добавляют 25 см^3 дистиллированной воды. Горячий раствор фильтруют и промывают фильтр $10\text{-}15 \text{ см}^3$ раствора соляной кислоты 1:50. Доводят объем пробы до исходного дистиллированной водой и выполняют анализ, как описано в 10.1.

10.2.2 Мешающее влияние больших концентраций железа (более 10 мг/дм^3) устраняют, осаждая его в виде гидроксида. Для этого к фильтрату, полученному после отделения кремния (или к исходной пробе, если отделение кремния не проводилось) прибавляют 1 см^3 раствора азотной кислоты, кипятят при слабом нагревании 5-10 мин, прибавляют раствор аммиака до щелочной реакции (рН около 9) и помещают в водяную баню на 30 мин. Выделившиеся гидроксиды отфильтровывают, осадок на фильтре промывают небольшим количеством горячей дистиллированной воды, доводят объем фильтрата до исходного и выполняют анализ, как описано в 10.1.

10.2.3 При анализе высокоцветных поверхностных вод (вод, имеющих темно-желтую или желто-коричневую окраску) для устранения влияния гумусовых веществ воду предварительно пропускают через колонку, заполненную активным углем, подготовленную согласно приложению А. Первую порцию воды (примерно равную удвоенному объему угля), пропущенную через колонку, отбрасывают, следующую порцию отбирают и выполняют анализ, как описано в 10.1.

11 Вычисление и оформление результатов измерений

11.1 Массовую концентрацию сульфатов в анализируемой пробе воды находят по формуле

$$X = 1,03 \cdot \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0,4115 \cdot 1000}{V} + 4, \quad (1)$$

где X - массовая концентрация сульфатов в анализируемой пробе воды, мг/дм^3 ;

m_1 - масса тигля с осадком, мг;

m_2 - масса тигля, мг;

0,4115 - фактор пересчета;

V - объем аликвоты пробы воды, взятый для анализа, см^3 ;

4; 1,03 - поправки, учитывающие потери сульфатов в процессе анализа.

11.2 Результат измерений сульфатов X , мг/дм^3 в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$X \pm \Delta, (P=0,95), \quad (2)$$

где $\pm \Delta$ - границы характеристики погрешности результатов измерений для данной массовой концентрации сульфатов, мг/дм^3 (таблица 1).

Численные значения результата измерений должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

11.3 Допустимо представлять результат в виде:

$$X \pm \Delta_{\text{п}}, (P=0,95) \text{ при условии } \Delta_{\text{п}} < \Delta, \quad (3)$$

где $\pm \Delta_{\text{п}}$ - границы характеристик погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений, мг/дм^3 .

Примечание - Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения $\Delta_{\text{п}} = 0,84 \cdot \Delta$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

12 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

12.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:
- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

12.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

12.2.1 Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры K_k с нормативом контроля K .

12.2.2 Результат контрольной процедуры K_k , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$K_k = |X' - X - C|, \quad (4)$$

где X' - результат контрольного измерения массовой концентрации сульфатов в пробе с известной добавкой, мг/дм³;

X - результат контрольного измерения массовой концентрации сульфатов в рабочей пробе, мг/дм³;

C - величина добавки, мг/дм³.

12.2.3 Норматив контроля погрешности K , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$K = 0,84 \sqrt{(\Delta_{X'})^2 + (\Delta_X)^2}, \quad (5)$$

где $\Delta_{X'}$ - значение погрешности методики, соответствующее массовой концентрации сульфатов в пробе с добавкой, мг/дм³;

Δ_X - значение погрешности методики, соответствующее массовой концентрации сульфатов в рабочей пробе, мг/дм³.

12.2.4 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_k| \leq K, \quad (6)$$

процедуру выполнения измерений признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (6) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (6), выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

12.3 Периодичность оперативного контроля и процедуры контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

13 Оценка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости рассчитывают по формуле

$$R = 2,77\sigma_R. \quad (5)$$

* Нумерация соответствует оригиналу. – Прим. ред.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

Примечание - Оценка приемлемости проводится при необходимости сравнения результатов измерений, полученных двумя лабораториями.

Приложение А (обязательное)

Подготовка активного угля

Порцию активного угля, достаточную для заполнения колонки, помещают в термостойкую коническую колбу, добавляют 100-150 см³ раствора соляной кислоты 4 моль/дм³ и кипятят 2-3 ч, накрыв колбу часовым стеклом. Если раствор кислоты окрашивается, повторяют операцию до тех пор, пока он не останется бесцветным. Уголь отмывают дистиллированной водой до значения рН, соответствующего рН дистиллированной воды по универсальной индикаторной бумаге, добавляют 100-150 см³ раствора гидроксида натрия 1 моль/дм³ и выдерживают 8-10 ч. Если появляется окраска, операцию повторяют.

Очищенный уголь отмывают дистиллированной водой до нейтральной реакции по универсальной индикаторной бумаге. Хранят в склянке с дистиллированной водой.

После пропускания каждой пробы воды уголь в колонке регенерируют промыванием 0,4%-ным раствором гидроксида натрия до исчезновения окраски последнего, затем дистиллированной до нейтральной реакции.

Приложение Б (рекомендуемое)

Предварительная оценка концентрации сульфатов в неизвестной пробе воды

В пробирку приливают 5 см³ анализируемой воды, добавляют 2 капли раствора соляной кислоты 1:1, 0,5 см³ 10%-ного раствора хлорида бария и перемешивают. По характеру появляющейся мути (осадка) оценивают ориентировочную концентрацию сульфатов в соответствии с таблицей Б.1.

Таблица Б.1 - Ориентировочная оценка концентрации сульфатов в пробе воды

Характер мути (осадка)	Отсутствие мути	Слабая муть, появляющаяся через несколько минут	Слабая муть, появляющаяся сразу	Явно выраженная муть	Сильная муть, не оседающая в течение 10 мин	Сильная муть, через 5-15 минут начинается оседание осадка
Концентрация сульфатов, мг/дм ³	< 5	5-10	10-30	30-100	100-500	> 500

Если при выполнении ориентировочной оценки появляется сильная муть, для уточнения концентрации повторяют процедуру с пробой, разбавленной в 10-20 раз.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ НИТРИТОВ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С РЕАКТИВОМ ГРИССА

Дата введения 2006-04-01

Предисловие

- 1 РАЗРАБОТАН ГУ "Гидрохимический институт"
 - 2 РАЗРАБОТЧИКИ Л.В.Боева, канд. хим. наук., Ю.А.Андреев
 - 3 СОГЛАСОВАН с Начальником УМЗА и ГУ "ЦКБ ГМП" Росгидромета
 - 4 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета 27 марта 2006 г.
 - 5 АТТЕСТОВАН ГУ "Гидрохимический институт", свидетельство об аттестации N 32.24-2005 от 30 августа 2005 г.
 - 6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ГУ ЦКБ ГМП за номером РД 52.24.381-2006 30.03.2006
- ВНЕСЕН в Федеральный реестр методик выполнения измерений, применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора за номером ФР. 1.31.2006.02522
- 7 ВЗАМЕН РД 52.24.381-95 "Методические указания. Методика выполнения массовой концентрации нитритов в водах фотометрическим методом с реактивом Грисса"

Введение

Азот относится к числу биогенных элементов и его соединения имеют особое значение для развития жизни в водных объектах. При отсутствии азотсодержащих соединений в воде рост и развитие водной растительности прекращается, однако избыток этих соединений также приводит к негативным последствиям, вызывая процессы эвтрофикации водного объекта и ухудшение качества воды.

Минеральные формы азота в водных объектах представлены, главным образом, нитритами, нитратами, аммиаком и ионами аммония.

Источниками поступления соединений азота в природные воды являются разложение клеток отмерших организмов, прижизненные выделения гидробионтов, атмосферные осадки, фиксация из воздуха в результате жизнедеятельности азотфиксирующих бактерий. Значительное количество азота

может попадать в водные объекты с бытовыми, сельскохозяйственными и промышленными сточными водами.

Понижение содержания соединений азота в водоемах связано, в основном, с потреблением их водными растениями. Некоторую роль в этом процессе играет денитрификация, т.е. перевод связанного азота в свободное состояние.

Появление нитритов в природных водах связано, главным образом, с процессами минерализации органических веществ и нитрификации. Они являются промежуточным продуктом биохимического окисления аммиака или восстановления нитратов.

Нитриты - неустойчивые компоненты, поэтому в незагрязненных поверхностных водах они присутствуют в незначительных количествах (до 10 мкг/дм³). Повышение содержания нитритов указывает на усиление процессов микробного разложения органических остатков в условиях дефицита кислорода и является одним из критериев сильного загрязнения водного объекта. Наибольшее содержание нитритов наблюдается к концу лета, что связано с протеканием процессов отмирания водных организмов и разложением органических остатков, а также увеличением интенсивности процесса восстановления нитратов бактериями-денитрификаторами.

В подземных водах содержание нитритов, как правило, выше, особенно в верхних водоносных горизонтах и может достигать сотен микрограммов в кубическом дециметре.

Содержание нитритов в природных водах нормируется. Предельно допустимая концентрация нитритов для водных объектов рыбохозяйственного назначения 0,02 мг/дм³, хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения - 1,0 мг/дм³ в пересчете на азот.

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику выполнения измерений массовой концентрации (далее - методика) нитритов в пробах природных и очищенных сточных вод в диапазоне от 0,010 до 0,250 мг/дм³ в пересчете на азот (далее - нитритного азота) фотометрическим методом. При анализе проб воды с массовой концентрацией нитритного азота, превышающей 0,250 мг/дм³, допускается выполнение измерений после соответствующего разбавления пробы дистиллированной водой.

1.2 Настоящий руководящий документ предназначен для использования в лабораториях, осуществляющих анализ природных и очищенных сточных вод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

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 17.1.5.04-81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия

ГОСТ 17.1.5.05-85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков

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

ГОСТ Р 51592-2000 Вода. Общие требования к отбору проб

МИ 2881-2004 Рекомендация. ГСИ. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа.

Ссылки на остальные нормативные документы приведены в разделах 4, А.3 и А.4.

3 Приписанные характеристики погрешности измерений

3.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих

Диапазон измерений массовой концентрации нитритного азота X , мг/дм ³	Показатель повторяемости (средне-квадратическое отклонение повторяемости) σ_r , мг/дм ³	Показатель воспроизводимости (средне-квадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R , мг/дм ³	Показатель правильности (границы систематической погрешности при вероятности $P = 0,95$) $\pm \Delta_c$, мг/дм ³	Показатель точности (границы погрешности при вероятности $P = 0,95$) $\pm \Delta$, мг/дм ³
От 0,010 до 0,250 включ.	$0,001 + 0,050 \cdot X$	$0,002 + 0,066 \cdot X$	$0,002 + 0,027 \cdot X$	$0,004 + 0,13 \cdot X$

При выполнении измерений массовой концентрации нитритного азота свыше 0,250 мг/дм³ после соответствующего разбавления погрешность измерения не превышает величины $\Delta \cdot \eta$, где Δ - погрешность измерения концентрации нитритного азота в разбавленной пробе; η - степень разбавления.

Предел обнаружения нитритного азота фотометрическим методом с реактивом Грисса равен 0,002 мг/дм³.

3.2 Значения показателя точности методики используют при:

- оформлению результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения измерений;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики в конкретной лаборатории.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства:

4.1.1 Фотометр или спектрофотометр любого типа (КФК-2, КФК-2мп, КФК-3, СФ-46, СФ-56 и др.)

4.1.2 Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ 24104-2001.

4.1.3 Весы лабораторные обычного (IV) класса точности по ГОСТ 29329-92 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

4.1.4 Государственный стандартный образец состава водных растворов нитрит-ионов ГСО 7479-98 (далее - ГСО).

4.1.5 Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью:

50 см³ - 1 шт.

100 см³ - 10 шт.

250 см³ - 1 шт.

500 см³ - 1 шт.

4.1.6 Пипетки градуированные 2-го класса точности исполнения 1, 2 по ГОСТ 29227-91 вместимостью:

1 см³ - 1 шт.

2 см³ - 3 шт.

5 см³ - 2 шт.

10 см³ - 1 шт.

4.1.7 Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169-91 вместимостью:

5 см³ - 1 шт.

10 см³ - 2 шт.

20 см³ - 1 шт.

50 см³ - 1 шт.

4.1.8 Цилиндры мерные исполнения 1, 3 по ГОСТ 1770-74 вместимостью:

25 см³ - 1 шт.

100 см³ - 1 шт.

500 см³ - 1 шт.

4.1.9 Колбы конические Кн исполнения 2 по ГОСТ 25336-82 вместимостью:

50 см³ - 10-15 шт.

250 см³ - 1 шт.

4.1.10 Стаканы тип В, исполнения 1, по ГОСТ 25336-82 вместимостью:

600 см³ - 1 шт.

1000 см³ - 1 шт.

4.1.11 Пробирка коническая исполнения 1 по ГОСТ 1770-74 - 1 шт.

4.1.12 Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-19/9 по ГОСТ 25336-82 - 2 шт.

4.1.13 Воронка лабораторная по ГОСТ 25336-82 диаметром 56 мм.

4.1.14 Ступка N 3 или N 4 по ГОСТ 9147-80.

4.1.15 Эксикатор исполнения 2, диаметром корпуса 190 мм по ГОСТ 25336-82.

4.1.16 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

4.1.17 Устройство для фильтрования проб с использованием мембранных или бумажных фильтров.

4.1.18 Баня водяная.

4.1.19 Шпатель пластмассовый.

4.1.20 Посуда стеклянная (в том числе темного стекла) для отбора проб и хранения растворов вместимостью 0,05; 0,1; 0,25; 0,5 и 1,0 дм³.

4.1.21 Холодильник бытовой.

Допускается использование других типов средств измерений, вспомогательных устройств, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 4.1.

4.2 Реактивы и материалы

При выполнении измерений применяют следующие реактивы и материалы:

4.2.1 Натрий азотистокислый (нитрит натрия) по ГОСТ 4197-74, х.ч. (при отсутствии ГСО).

4.2.2 Реактив Грисса по ТУ 6-09-3569-74, ч.д.а. или кислота сульфаниловая по ГОСТ 5821-78, ч.д.а. и 1-нафтиламин, ч.д.а.

4.2.3 Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61-75, х.ч.

4.2.4 Хлорид кальция обезвоженный по ТУ 6-09-4711-81, ч.

4.2.5 Квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329-77, ч.д.а.

4.2.6 Аммиак водный по ГОСТ 3760-79, ч.д.а.

4.2.7 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

4.2.8 Фильтры бумажные обеззоленные "белая лента" по ТУ 6-09-1678-86.

4.2.9 Фильтры мембранные "Владипор МФАС-ОС-2", 0,45 мкм, по ТУ 6-55-221-1-29-89 или другого типа, равноценные по характеристикам, или фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента" по ТУ 6-09-1678-86.

Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

5 Метод измерения

Выполнение измерений массовой концентрации нитритного азота фотометрическим методом основано на способности первичных ароматических аминов, в частности сульфаниловой кислоты, давать в присутствии азотистой кислоты диазосоединение, которое, вступая в реакцию азосочетания с 1-нафтиламином, образует интенсивно окрашенный азокраситель. Максимум оптической плотности в спектре азокрасителя наблюдается при 520 нм.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений массовой концентрации нитритов в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в национальных стандартах и соответствующих нормативных документах.

6.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся ко 2, 3 классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

6.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6.4 Вредно действующие вещества подлежат сбору и утилизации в соответствии с установленными правилами.

6.5 Дополнительных требований по экологической безопасности не предъявляется.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица со средним профессиональным образованием или без профессионального образования, но имеющие стаж работы в лаборатории не менее 6 мес, освоившие методику.

8 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха (22 ± 5) °С;

атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.);

влажность воздуха не более 80% при 25 °С;

напряжение в сети (220 ± 10) В;

частота переменного тока в сети питания (50 ± 1) Гц.

9 Отбор и хранение проб

Отбор проб для определения нитритного азота производится в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 и ГОСТ Р 51592. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ Р 51592. Пробу фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм, очищенный кипячением в дистиллированной воде. Чистые фильтры хранят в плотно закрытом бьюксе. Допустимо использование бумажных фильтров "синяя лента", промытых дистиллированной водой. При фильтровании через любой фильтр первые порции фильтрата следует отбросить.

Пробы помещают в стеклянную или полиэтиленовую посуду с плотно закрывающейся пробкой. Объем пробы не менее 100 см^3 .

Нитриты являются весьма неустойчивым соединением, поэтому анализ нужно провести в течение двух часов после отбора пробы. Допускается хранение проб в течение суток при охлаждении до $3-5 \text{ }^\circ\text{C}$. Использование каких-либо консервантов при этом не является эффективным. Более длительное хранение возможно при замораживании пробы.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Приготовление растворов и реактивов

10.1.1 Раствор реактива Грисса

10.1.1.1 Приготовление из готового препарата

В бюксе взвешивают 10 г сухого, растертого в ступке до однородной массы реактива Грисса и растворяют его в 100 см^3 12%-ного раствора уксусной кислоты. Раствор фильтруют через бумажный фильтр "белая лента". Хранят в склянке из темного стекла с притертой или полиэтиленовой пробкой в холодильнике не более недели. При комнатной температуре допустимо хранение не более 2 сут.

10.1.1.2 Приготовление из 1-нафтиламина и сульфаниловой кислоты

Раствор сульфаниловой кислоты. Взвешивают 2,0 г сульфаниловой кислоты и растворяют ее в 300 см^3 12%-ного раствора уксусной кислоты. Для ускорения растворения смесь можно слегка подогреть в горячей воде. Раствор устойчив в течение нескольких месяцев при хранении в темном месте.

Раствор 1-нафтиламина. В бюксе взвешивают 0,1 г 1-нафтиламина, растворяют его в нескольких каплях ледяной уксусной кислоты, добавляют 150 см^3 12%-ного раствора уксусной кислоты и перемешивают. Раствор фильтруют и хранят в темной склянке в прохладном месте не более 1 мес.

Раствор реактива Грисса готовят, смешивая равные объемы растворов сульфаниловой кислоты и 1-нафтиламина. Раствор используют в день приготовления.

10.1.2 Раствор уксусной кислоты, 12%-ный

К 440 см^3 дистиллированной воды приливают 60 см^3 ледяной уксусной кислоты и перемешивают. Хранят в склянке с притертой пробкой.

10.2 Приготовление градуировочных растворов

10.2.1 Градуировочные растворы готовят из ГСО с концентрацией нитрит-иона $1,00 \text{ мг/см}^3$ ($0,3045 \text{ мг/см}^3$ нитритного азота).

Для приготовления градуировочного раствора N 1 вскрывают ампулу, и ее содержимое переносят в сухую чистую коническую пробирку. С помощью чистой сухой градуированной пипетки вместимостью 5 см^3 отбирают $4,10 \text{ см}^3$ образца и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 . Объем в колбе доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация нитритного азота в градуировочном растворе составляет $25,0 \text{ мг/дм}^3$ (если концентрация нитрит-ионов в ГСО не равна точно $1,00 \text{ мг/см}^3$, рассчитывают массовую концентрацию нитритного азота в градуировочном растворе N 1 соответственно концентрации конкретного образца, либо пересчитывают объем стандартного образца, который необходимо отобрать, чтобы получить раствор с концентрацией нитритного азота $25,0 \text{ мг/дм}^3$).

Градуировочный раствор N 1 следует хранить в холодильнике в плотно закрытой склянке из темного стекла не более 5 сут.

Для приготовления градуировочного раствора N 2 пипеткой с одной отметкой отбирают $10,0 \text{ см}^3$ градуировочного раствора N 1, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой. Массовая концентрация нитритного азота в градуировочном растворе N 2 составляет $2,50 \text{ мг/дм}^3$. Раствор хранению не подлежит.

10.2.2 При отсутствии ГСО допускается в качестве градуировочных растворов использовать аттестованные растворы, приготовленные из нитрита натрия. Методика приготовления аттестованных растворов приведена в приложении А.

10.3 Установление градуировочных зависимостей

Для приготовления образцов для градуировки в мерные колбы вместимостью 100 см^3 с помощью градуированных пипеток вместимостью $1, 2, 5$ и 10 см^3 приливают $0; 0,4; 0,8; 1,6; 2,4; 3,2; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 \text{ см}^3$ градуировочного раствора N 2 с массовой концентрацией нитритного азота $2,50 \text{ мг/дм}^3$.

Объемы растворов доводят до меток на колбах дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация нитритного азота в полученных растворах составит соответственно $0; 0,010; 0,020; 0,040; 0,060; 0,080; 0,100; 0,150; 0,200; 0,250 \text{ мг/дм}^3$.

Мерным цилиндром вместимостью 25 см^3 отбирают дважды по 25 см^3 каждого из приготовленных растворов, помещают их в сухие конические колбы вместимостью 50 см^3 , приливают $1,5 \text{ см}^3$ раствора реактива Грисса и тщательно перемешивают. Через 40 мин измеряют оптическую плотность каждого из полученных растворов при длине волны 520 нм на фотометрах с непрерывной разверткой спектра или 540 нм на фотометрах, снабженных светофильтрами.

Образцы с концентрацией нитритного азота от $0,010 \text{ мг/дм}^3$ до $0,080 \text{ мг/дм}^3$ измеряют в кювете с толщиной поглощающего слоя 5 см , образцы с концентрацией от $0,080$ до $0,250 \text{ мг/дм}^3$ в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см относительно дистиллированной воды. Оптическую плотность холостого

опыта измеряют в обеих кюветах. Среднее значение оптической плотности холостого опыта вычитают из усредненной оптической плотности растворов, содержащих нитриты.

Градуировочные зависимости оптической плотности от массовой концентрации нитритного азота для каждого из диапазонов измерений рассчитывают методом наименьших квадратов.

Градуировочные зависимости устанавливают при использовании новой партии реактива Грисса и при замене измерительного прибора.

10.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

10.4.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят каждый раз перед выполнением измерений массовой концентрации нитритного азота в серии проб. Средствами контроля являются образцы, используемые для установления градуировочной зависимости по 10.3 (не менее 3 для каждой градуировочной зависимости).

Допускается проводить контроль стабильности градуировочной характеристики для одного диапазона измерений, если второй диапазон не будет использован для расчета результатов измерений в данной серии проб. Градуировочная характеристика считается стабильной при выполнении следующих условий:

$$|X - C| \leq \sigma_R, \quad (1)$$

где X - результат контрольного измерения массовой концентрации нитритного азота в образце, мг/дм³;

C - приписанное значение массовой концентрации нитритного азота в образце, мг/дм³;

σ_R - показатель воспроизводимости для концентрации C , мг/дм³ (таблица 1).

Если условие стабильности не выполняется для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца для исключения результата, содержащего грубую погрешность. При повторном невыполнении условия, выясняют причины нестабильности, устраняют их и повторяют измерение с использованием других образцов, предусмотренных методикой. Если градуировочная характеристика вновь не будет удовлетворять условию (1), устанавливают новую градуировочную зависимость.

10.4.2 При выполнении условия (1) учитывают знак разности между измеренными и приписанными значениями массовой концентрации нитритного азота в образцах. Эта разность должна иметь как положительное, так и отрицательное значение, если же все значения имеют один знак, это говорит о наличии систематического отклонения. В таком случае требуется установить новую градуировочную зависимость.

11 Выполнение измерений

11.1 Мерным цилиндром вместимостью 25 см^3 отбирают две аликвоты по 25 см^3 профильтрованной анализируемой воды, помещают их в сухие конические колбы вместимостью 50 см^3 , добавляют по $1,5 \text{ см}^3$ раствора реактива Грисса и тщательно перемешивают. Через 40 мин измеряют оптическую плотность полученных растворов при длине волны 520 нм на фотометрах с непрерывной разверткой спектра или 540 нм на фотометрах, снабженных светофильтрами, относительно дистиллированной воды в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см или 5 см в зависимости от содержания нитритов. Окраска полученных растворов устойчива не более 2 ч.

Если измеренное значение оптической плотности пробы превышает таковое для последней точки градуировочной зависимости для кюветы с толщиной поглощающего слоя 5 см, то проводят измерение оптической плотности в кювете толщиной поглощающего слоя 1 см. Если же полученное значение оптической плотности превышает значение таковой для последней точки в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см, то проводят повторное измерение после разбавления пробы. Для разбавления отбирают аликвоту от 5 до 50 см^3 исходной воды пипеткой с одной отметкой, помещают аликвоту в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Отбираемую для разбавления аликвоту следует выбирать таким образом, чтобы массовая концентрация нитритного азота в пробе после разбавления находилась в пределах от 0,100 до $0,250 \text{ мг/дм}^3$.

Одновременно с пробами выполняют холостой опыт, используя дважды по 25 см^3 дистиллированной воды.

11.2 Если анализируемая проба окрашена или слегка мутная, то отдельно проводят измерение ее собственной оптической плотности, добавив к 25 см^3 пробы $1,5 \text{ см}^3$ раствора сульфаниловой кислоты.

При значительной цветности анализируемой воды целесообразно устранение ее обработкой пробы суспензией гидроксида алюминия (приготовление суспензии описано в приложении Б).

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают $100\text{-}120 \text{ см}^3$ анализируемой воды, приливают $3\text{-}4 \text{ см}^3$ суспензии гидроксида алюминия и встряхивают до обесцвечивания жидкости. Дают пробе отстояться несколько минут и фильтруют через бумажный фильтр "белая лента", промытый дистиллированной водой. Первую порцию фильтрата следует отбросить.

11.3 Определению мешают сильные восстановители, а также некоторые металлы: висмут (III), ртуть (II), сурьма (III), золото (III), серебро (I), хлорплатинаты, метаванадаты в высоких концентрациях, как правило, не встречающихся в природных или очищенных сточных водах.

Мешающее влияние может оказывать значительное количество железа (III), а также меди (II), вызывающей каталитическое разложение азокрасителя. Однако

при соблюдении условий выполнения измерений, регламентированных методикой, их мешающим влиянием на практике можно пренебречь.

Наиболее существенное влияние оказывает активный хлор или хлорамины (более 0,05 мг/дм³). При высокой концентрации нитритов уменьшить влияние указанных веществ можно разбавлением.

12 Вычисление и оформление результатов измерений

12.1 Вычисляют значение оптической плотности A_x , соответствующее концентрации нитритного азота в пробе по формуле

$$A_x = A - A_1 - A_2, \quad (2)$$

где A - значение оптической плотности анализируемой пробы воды, полученное в ходе определения;

A_1 - значение собственной оптической плотности пробы, к которой добавлен только раствор сульфаниловой кислоты;

A_2 - среднее значение оптической плотности холостой пробы.

12.2 По соответствующей градуировочной зависимости находят массовую концентрацию нитритного азота в анализируемой пробе воды X , мг/дм³, согласно полученному значению оптической плотности A_x .

Если измерение проводилось после разбавления исходной пробы, то концентрацию нитритного азота в исходной пробе воды X , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$X = C \cdot \eta, \quad (3)$$

где C - массовая концентрация нитритного азота, найденная по градуировочной зависимости, мг/дм³;

η - степень разбавления исходной пробы воды.

Если для устранения цветности использовали суспензию гидроксида алюминия, то в полученный результат следует ввести поправку на разбавление - умножить результат на коэффициент 1,03.

12.3 Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3 \text{ (P = 0,95),} \quad (4)$$

где \bar{X} - среднее арифметическое значение двух результатов измерений, разность между которыми не превышает предела повторяемости $r(2,77 \cdot \sigma_r)$,

мг/дм³. Значения σ_x приведены в таблице 1. При превышении предела повторяемости следует поступать в соответствии с 13.2;

$\pm \Delta$ - границы характеристик погрешности результатов измерений для данной массовой концентрации нитритного азота (таблица 1), мг/дм³.

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности. Последние не должны содержать более 2-х значащих цифр.

12.4 Допустимо представлять результат в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta_{\text{п}} \quad (P = 0,95) \quad \text{при условии } \Delta_{\text{п}} < \Delta, \quad (5)$$

где $\pm \Delta_{\text{п}}$ - границы характеристик погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений, мг/дм³.

Примечание - Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения $\Delta_{\text{п}} = 0,84 \cdot \Delta$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

12.5 Результаты измерения оформляют протоколом или записью в журнале, по формам, приведенным в Руководстве по качеству лаборатории.

13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

13.1 Общие положения

13.1.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости, погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

13.1.2 Периодичность оперативного контроля и процедуры контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости

13.2.1 Оперативный контроль повторяемости осуществляют для каждого из результатов измерений, полученных в соответствии с методикой. Для этого отобранную пробу воды делят на две части, и выполняют измерение в соответствии с разделом 11.

13.2.2 Результат контрольной процедуры r_k , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$r_k = |X_1 - X_2|, \quad (6)$$

где X_1 , X_2 - результаты измерений массовой концентрации нитритного азота в пробе, мг/дм³.

13.2.3 Предел повторяемости r_n , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$r_n = 2,77 \cdot \sigma_T, \quad (7)$$

где σ_T - показатель повторяемости методики, мг/дм³ (таблица 1).

13.2.4 Результат контрольной процедуры должен удовлетворять условию

$$r_k \leq r_n. \quad (8)$$

13.2.5 При несоблюдении условия (8) выполняют еще два измерения и сравнивают разницу между максимальным и минимальным результатами с нормативом контроля равным $3,6 \cdot \sigma_T$. В случае повторного превышения предела повторяемости, поступают в соответствии с разделом 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

13.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

13.3.1 Оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры K_k с нормативом контроля K .

13.3.2 Результат контрольной процедуры K_k , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$K_k = |\bar{X}' - \bar{X} - C|, \quad (9)$$

где \bar{X}' - результат контрольного измерения массовой концентрации нитритного азота в пробе с известной добавкой, мг/дм³;

\bar{X} - результат контрольного измерения массовой концентрации нитритного азота в рабочей пробе, мг/дм³;

C - величина добавки, мг/дм³.

13.3.3 Норматив контроля погрешности K , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{(\Delta_{\text{лХ}'})^2 + (\Delta_{\text{лХ}})^2}, \quad (10)$$

где $\Delta_{\text{лХ}'}$ - значения характеристики погрешности результатов измерений установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие массовой концентрации нитритного азота в пробе с добавкой, мг/дм³;

$\Delta_{\text{лХ}}$ - значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации нитритного азота в рабочей пробе, мг/дм³.

Примечание - Допустимо для расчета норматива контроля использовать значения характеристик погрешности, полученные расчетным путем по формулам $\Delta_{\text{лХ}'} = 0,84 \cdot \Delta_{\text{Х}'}$ и $\Delta_{\text{лХ}} = 0,84 \cdot \Delta_{\text{Х}}$.

13.3.4 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_{\text{к}}| \leq K, \quad (11)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (11) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (11), выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости R . При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости рассчитывают по формуле

$$R = 2,77 \cdot \sigma_R. \quad (12)$$

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6 или МИ 2881.

Примечание - Проверка приемлемости проводится при необходимости сравнения результатов измерений, полученных двумя лабораториями.

Приложение А
(рекомендуемое)

**Методика
приготовления аттестованных растворов нитритов AP1-N-NO₂ и AP2-
N-NO₂
для установления градуировочных характеристик приборов
и контроля точности результатов измерений
массовой концентрации нитритного азота фотометрическим методом**

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных растворов нитритов, предназначенных для установления градуировочных характеристик приборов и контроля точности результатов измерений массовой концентрации нитритного азота в природных и очищенных сточных водах фотометрическим методом.

А.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики аттестованных растворов приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 - Метрологические характеристики аттестованных растворов нитритов

Наименование характеристики	Значение характеристики для аттестованного раствора	
	AP1-N-NO ₂	AP2-N-NO ₂
Аттестованное значение массовой концентрации нитритного азота, мг/дм ³	250,0	2,50
Границы погрешности аттестованного значения массовой концентрации нитритного азота (P = 0,95), мг/дм ³	2,5	0,03

А.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

А.3.1 Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ 24104-2001.

А.3.2 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

А.3.3 Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью:

250 см³ - 1
шт.
500 см³ - 1

шт.
А.3.4 Пипетка с одной отметкой 2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169-91 вместимостью 5 см³.

А.3.4 Стаканчик для взвешивания (бюкс) СВ-19/9 по ГОСТ 25336-82.

А.3.5 Воронка лабораторная по ГОСТ 25336-82 диаметром 56 мм.

А.3.6 Шпатель пластмассовый.

А.3.7 Эксикатор исполнения 2, диаметром корпуса 190 мм по ГОСТ 25336-82.

А.3.8 Хлорид кальция обезвоженный по ТУ 6-09-4711-81, ч.

А.3.9 Промывалка.

А.3.10 Склянка из темного стекла для хранения раствора вместимостью 0,25 дм³.

А.3.11 Холодильник бытовой.

А.4 Исходные компоненты аттестованных растворов

А.4.1 Натрий азотистокислый (нитрит натрия) по ГОСТ 4197-74, х.ч. (допустимо ч.д.а.)

А.4.2 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

А.5 Процедура приготовления аттестованного раствора нитритов

А.5.1 Приготовление аттестованного раствора AP1-N-NO₂

Для приготовления аттестованного раствора нитритов AP1-N-NO₂ на лабораторных весах высокого класса точности взвешивают в бюксе с точностью до четвертого знака после запятой 0,308 г нитрита натрия NaNO₂, предварительно высушенного в сушильном шкафу при температуре 105 °С в течение 1 ч. Количественно переносят навеску в мерную колбу вместимостью 250 см³, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора до метки и перемешивают. Переносят раствор в склянку из темного стекла с хорошо притертой стеклянной или пластиковой пробкой.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию нитритного азота 250,0 мг/дм³.

А.5.2 Приготовление аттестованного раствора AP2-N-NO₂

Отбирают пипеткой вместимостью 5 см³ с одной отметкой 5,0 см³ раствора AP1-N-NO₂ и переносят его в мерную колбу вместимостью 500 см³. Объем раствора доводят до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию нитритного азота 2,50 мг/дм³.

A.6 Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов

A.6.1 Расчет метрологических характеристик аттестованного раствора AP1-N-NO₂

Аттестованное значение массовой концентрации нитритного азота C_1 , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{m \cdot 14,01 \cdot 1000 \cdot 1000}{V \cdot 69,00}, \quad (\text{A.1})$$

где m - масса навески нитрита натрия, г;

V - вместимость мерной колбы, см³;

14,01 и 69,00 - молярная масса азота и нитрита натрия, соответственно, г/моль.

Расчет погрешности приготовления аттестованного раствора AP1-N-NO₂ Δ_1 , мг/дм³, выполняют по формуле

$$\Delta_1 = C_1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_V}{V}\right)^2}, \quad (\text{A.2})$$

где C_1 - приписанное раствору AP1-N-NO₂ значение массовой концентрации нитритного азота, мг/см³;

Δ_μ - предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве от приписанного значения μ , %;

μ - массовая доля основного вещества (NaNO₂) в реактиве, приписанная реактиву квалификации "х.ч.", %;

Δ_m - предельная возможная погрешность взвешивания, г;

m - масса навески нитрита натрия, г;

Δ_V - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см³;

V - вместимость мерной колбы, см³.

Погрешность приготовления аттестованного раствора AP1-N-NO₂ равна:

$$\Delta_1 = 250 \cdot \sqrt{\left(\frac{1}{100}\right)^2 + \left(\frac{0,0002}{0,3079}\right)^2 + \left(\frac{0,30}{250}\right)^2} = 2,5 \text{ мг/см}^3.$$

A.6.2 Расчет метрологических характеристик аттестованного раствора AP2-N-NO₂

Аттестованное значение массовой концентрации нитритного азота C_2 , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_1}{V_2}, \quad (\text{A.3})$$

где C_1 - приписанное раствору AP1-N-NO₂ значение массовой концентрации нитритного азота, мг/см³;

V_1 - объем раствора AP1-N-NO₂, отбираемый пипеткой, см³;

V_2 - вместимость мерной колбы, см³.

Расчет погрешности приготовления аттестованного раствора AP2-N-NO₂ Δ_2 , мг/дм³, выполняют по формуле

$$\Delta_2 = C_2 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_1}{C_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_2}}{V_2}\right)^2}, \quad (\text{A.4})$$

где C_2 - приписанное раствору AP2-N-NO₂ значение массовой концентрации нитритного азота, мг/дм³;

Δ_1 - погрешность приготовления аттестованного раствора AP1-N-NO₂, мг/дм³;

C_1 - приписанное раствору AP1-N-NO₂ значение массовой концентрации нитритного азота, мг/дм³;

Δ_{V_1} - предельное значение возможного отклонения объема V_1 от номинального значения, см³;

V_1 - объем раствора AP1-N-NO₂, отбираемый пипеткой, см³;

Δ_{V_2} - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см³;

V_2 - вместимость мерной колбы, см³.

Погрешность приготовления аттестованного раствора AP2-N-NO₂ равна:

$$\Delta_2 = 2,5 \cdot \sqrt{\left(\frac{2,5}{250}\right)^2 + \left(\frac{0,03}{5}\right)^2 + \left(\frac{0,4}{500}\right)^2} = 0,029 \text{ мг/дм}^3.$$

А.7 Требования безопасности

Необходимо соблюдать общие требования техники безопасности при работе в химических лабораториях.

А.8 Требования к квалификации операторов

Аттестованный раствор может готовить инженер или лаборант со средним профессиональным образованием, прошедший специальную подготовку.

А.9 Требования к маркировке

На склянки с аттестованными растворами должны быть наклеены этикетки с указанием условного обозначения аттестованного раствора, массовой концентрации нитритного азота, погрешности ее установления и даты приготовления.

А.10 Условия хранения

Аттестованный раствор AP1-N-NO₂ следует хранить в темной, плотно закрытой склянке в холодильнике не более 1 мес.

Аттестованный раствор AP2-N-NO₂ хранению не подлежит.

Приложение Б
(обязательное)

Приготовление суспензии гидроксида алюминия

В стакане вместимостью 1 дм³ растворяют 63 г алюмокалиевых квасцов (KAl(SO₄)₂·12H₂O) в 500 см³ дистиллированной воды. Нагревают раствор до температуры 60 °С и при постоянном перемешивании медленно прибавляют 28 см³ концентрированного раствора аммиака. Дают смеси отстояться в течение 1 ч, а затем промывают несколько раз дистиллированной водой, декантируя жидкость над осадком.

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу
окружающей среды

ГОСУДАРСТВЕННОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ "ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ"

344090, г.Ростов-на-Дону
пр.Стачки, 198

Факс: (8632) 22-44-70
Телефон (8632) 22-66-68
E-mail ghi@aanet.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО N 32.24-2005
об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений массовой концентрации нитритов в водах фотометрическим методом с реактивом Грисса,

разработанная ГУ "Гидрохимический институт" (ГУ ГХИ)

и регламентированная РД 52.24.381-2006

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96 с изменениями 2002 г.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1 Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих ($P = 0,95$)

Диапазон измерений массовой концентрации нитритного азота X , мг/дм ³	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_x , мг/дм ³	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R , мг/дм ³	Показатель правильности (границы систематической погрешности при вероятности $P = 0,95$) $\pm \Delta_c$, мг/дм ³	Показатель точности (границы погрешности при вероятности $P = 0,95$) $\pm \Delta$, мг/дм ³
От 0,010 до 0,250 включ.	$0,001 + 0,050 \cdot X$	$0,002 + 0,066 \cdot X$	$0,002 + 0,027 \cdot X$	$0,004 + 0,13 \cdot X$

2 Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений массовой концентрации нитритного азота X , мг/дм ³	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r , мг/дм ³	Предел воспроизводимости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, при вероятности $P = 0,95$) R , мг/дм ³
От 0,010 до 0,250 включ.	$0,003 + 0,14 \cdot X$	$0,006 + 0,18 \cdot X$

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости, погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в РД 52.24.381-2006.

Периодичность оперативного контроля и процедуры контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Дата выдачи свидетельства 30 августа 2005 г.

Главный метролог ГУ ГХИ

А.А.Назарова

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ЛЕТУЧИХ ФЕНОЛОВ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ ПОСЛЕ ОТГОНКИ С ПАРОМ

РД 52.24.488-2006

Дата введения 2006-10-01

Предисловие

- 1 РАЗРАБОТАН ГУ "Гидрохимический институт"
- 2 РАЗРАБОТЧИКИ Л.В.Боева, канд. хим. наук, И.А.Рязанцева
- 3 СОГЛАСОВАН с Начальником УМЗА и ГУ "НПО "Тайфун" Росгидромета
- 4 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета 25 сентября 2006 г.
- 5 АТТЕСТОВАН ГУ "Гидрохимический институт", свидетельство об аттестации N 143.24-2006 от 30.01.06
- 5 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ГУ "НПО "Тайфун" за номером РД 52.24.488-2006 от 20.10.2006
- 6 ВЗАМЕН РД 52.24.488-95 "Методические указания. Методика выполнения измерений массовой концентрации суммы летучих фенолов в водах фотометрическим методом после отгонки с паром"

Введение

Фенолы - производные бензола с одной или несколькими гидроксильными группами. Группа моногидроксипроизводных бензола, объединяемая термином "летучие фенолы", включает в себя ряд соединений, перегоняющихся с водяным паром. Обычно к ним относят фенол, метилфенолы (крезолы), диметилфенолы (ксиленолы), этилфенолы, гваякол, моноклорфенолы и некоторые другие производные фенола с небольшими алкильными радикалами или другими заместителями. В том случае, когда летучие фенолы определяют фотометрическим методом, выражая результат анализа в пересчете на собственно фенол, полученную величину согласно стандарту ИСО 6439-90 "Качество воды. Определение фенольного индекса с 4-аминоантипирином. Спектрофотометрические методы после перегонки" обозначают также термином "фенольный индекс". Производные фенола, имеющие в пара-положении такие заместители как алкильные, арильные или нитрогруппы, не вступают в реакцию с 4-аминоантипирином, поэтому даже при высокой концентрации их в воде они не будут определяться в составе летучих фенолов, определяемых фотометрическим методом (фенольного индекса).

Фенолы могут образовываться в природных водах в результате естественных процессов метаболизма водных организмов, при биохимическом распаде и трансформации органических веществ. Основными источниками антропогенного поступления фенолов в водные объекты являются сточные воды многих отраслей промышленности - химической, коксо- и нефтехимической, текстильной, целлюлозно-бумажной и др.

Фенолы в водах могут находиться в растворенном состоянии в виде фенолятов и свободных фенолов.

Содержание фенолов в незагрязненных природных водах, как правило, не превышает десятых долей микрограмма в литре, редко повышаясь до единиц микрограмма в литре, например, при дефиците кислорода, обусловленном продолжительным подледным периодом на некоторых водных объектах. Повышение содержания фенолов свидетельствует о загрязнении водного объекта.

Фенолы являются неустойчивыми веществами, они сравнительно легко окисляются химическим путем и подвергаются биохимической деградации. Вследствие этого даже в загрязненных водах в существенных концентрациях они могут наблюдаться лишь при дефиците кислорода, при низких температурах, а также при отсутствии фенолразрушающих бактерий либо условий для их жизнедеятельности. Одним из наименее устойчивых является сам фенол, большинство его производных более устойчивы.

Попадание фенолов в природные воды оказывает неблагоприятное воздействие на гидрохимический режим водного объекта - уменьшается содержание кислорода, увеличивается цветность, окисляемость; в результате химической и биохимической деструкции фенолов могут образоваться соединения более токсичные, чем сами фенолы. Фенолы опасны для гидробионтов. При большой концентрации они проявляют токсическое действие. Систематическое загрязнение воды фенолами даже при низких концентрациях приводит к появлению у рыб характерного фенольного привкуса, вследствие чего они теряют потребительскую ценность. При использовании воды, загрязненной фенолами, для получения питьевой воды с применением хлорирования могут образоваться хлорпроизводные фенола, обладающие характерным "аптечным" запахом даже при очень низких концентрациях, поэтому содержание фенола и его производных в природных водах нормируют. Предельно допустимая концентрация (ПДК) фенола в водных объектах рыбохозяйственного назначения составляет 0,001 мг/дм³. Эта же величина ПДК установлена для суммы летучих фенолов, выраженной в пересчете на фенол (фенольного индекса) для водных объектов хозяйственно-питьевого водопользования при условии применения хлора для обеззараживания воды в процессе ее очистки и при определении условий сброса сточных вод, подвергающихся обеззараживанию хлором. В других случаях допускается присутствие летучих фенолов в водных объектах хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования в концентрации 0,1 мг/дм³.

В соответствии с "Инструкцией по формированию и представлению оперативной информации об экстремально высоких и высоких уровнях загрязнения поверхностных вод, а также их аварийном загрязнении" ИГКЭ, Москва, 2001 г., при оценке загрязнения природных вод фенолами во всех случаях в качестве ПДК используется величина 0,001 мг/дм³.

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику выполнения измерений (далее - методика) массовой концентраций летучих фенолов (в сумме) в пробах природных и очищенных сточных вод в диапазоне от 2,0 до 30,0 мкг/дм³ в пересчете на фенол экстракционно-фотометрическим методом после отгонки с паром.

Допустимо выполнение измерений в пробах воды с массовой концентрацией летучих фенолов, превышающей 30,0 мкг/дм³, после соответствующего разбавления пробы дистиллированной водой.

1.2 Настоящий руководящий документ предназначен для использования в лабораториях, осуществляющих анализ природных и очищенных сточных вод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:
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 17.1.5.04-81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия
ГОСТ 17.1.5.05-85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков
ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
ГОСТ Р 51592-2000 Вода. Общие требования к отбору проб
МИ 2881-2004 Рекомендация. ГСИ. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа.
Ссылки на остальные нормативные документы приведены в разделах 4, А.3, А.4, В.3.

3 Приписанные характеристики погрешности измерения

3.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в табл.1.

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих ($P = 0,95$)

Диапазон измер.массовой концентрации фенолов X , мкг/дм ³	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_T , мкг/дм ³	Показатель воспроизводимости (среднеквадр. отклонение воспроизводимости) σ_R , мкг/дм ³	Показатель правильности (границы систематической погрешности при вероятности $P = 0,95$) $\pm \Delta_c$, мкг/дм ³	Показатель точности (границы погрешности при вероятности $P = 0,95$) $\pm \Delta$, мкг/дм ³
От 2,0 до 24,0 включ.	$0,3+0,030 \cdot X$	$0,4+0,043 \cdot X$	$0,2+0,081 \cdot X$	$0,6+0,15 \cdot X$
Св. 24,0 до 30,0 включ.	0,7	0,9	1,5	2,3

При выполнении измерений в пробах с массовой концентрацией летучих фенолов свыше 30 мкг/дм³ после соответствующего разбавления погрешность измерения не превышает величины $\Delta \cdot \eta$, где Δ - погрешность измерения концентрации летучих фенолов в разбавленной пробе; η - степень разбавления.

3.2 Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения измерений;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики в конкретной лаборатории.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства:

- 4.1.1 Фотометр или спектрофотометр любого типа (КФК-3, КФК-2, СФ-46, СФ-56 и др.).
- 4.1.2 Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ 24104-2001.
- 4.1.3 Весы лабораторные среднего (IV) класса точности по ГОСТ 24104-2001 с пределом взвешивания 200 г.

4.1.4 рН-метр или иономер любого типа с измерительным стеклянным и вспомогательным хлорсеребряным электродами.

4.1.5 Государственный стандартный образец состава раствора фенола в этаноле ГСО 7270-96 (далее - ГСО).

4.1.6 Термометры лабораторные по ГОСТ 29224-91 с взаимозаменяемым конусом 14/23 с диапазоном измеряемых температур до 100 °С и с взаимозаменяемым конусом 19/26 с диапазоном измеряемых температур до 200 °С и ценой деления не более 1 °С.

4.1.7 Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью:

50 см³ - 1 шт.

100 см³ - 1 шт.

1000 см³ - 2 шт.

4.1.8 Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2 или пробирки исполнения 2 с притертыми стеклянными пробками по ГОСТ 1770-74 вместимостью 25 см³ - 8-10 шт.

4.1.9 Пипетки градуированные 2 класса точности исполнения 1, 3 по ГОСТ 29227-91 вместимостью:

1 см³ - 2 шт.

2 см³ - 1 шт.

5 см³ - 5 шт.

10 см³ - 3 шт.

5 см³ - 2 шт.

4.1.10 Пипетки с одной отметкой 2 класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29227-91 вместимостью

4.1.11 Цилиндры мерные исполнения 1, 3 по ГОСТ 1770-74 вместимостью:

10 см³ - 3 шт.

25 см³ - 1 шт.

50 см³ - 2 шт.

100 см³ - 1 шт.

500 см³ - 3 шт.

1000 см³ - 1 шт.

4.1.12 Пробирка коническая (исполнения 1) по ГОСТ 1770-74 вместимостью

10 см³ - 1 шт.

4.1.13 Воронки делительные ВД исполнения 1, 3 по ГОСТ 25336-82 вместимостью

1 дм³ - 5 шт.

4.1.14 стаканы В-1, ТХС по ГОСТ 25336-82 вместимостью:

50 см³ - 2 шт.

100 см³ - 3 шт.

600 см³ - 2 шт.

1000 см³ - 1 шт.

4.1.15 Воронки лабораторные по ГОСТ 25336-82 диаметром:

25-36 см - 4 шт.

56 см - 2 шт.

4.1.16 Установки для отгонки фенолов (колбы круглодонные К-1 или плоскодонные П-1, ТХС, со взаимозаменяемым конусом 29/32 вместимостью 1000 см³; колбы плоскодонные П-2 вместимостью 500 см³; переходы П1 исполнения 1 со взаимозаменяемыми конусами керн 29/32, муфты 14/23; каплеуловители типа КО-14/23 - 100, холодильник типа ХПТ исполнения 3) по ГОСТ 25336-82.

4.1.17 Колба круглодонная для перегонки КП исполнения 1, ТХС по ГОСТ 25336-82 вместимостью

50 см³ - 1 шт.

4.1.18 стаканчики для взвешивания СВ-19/9, СВ-24/10, СВ-34/12, СП 45/13 по ГОСТ 25336-82.

4.1.19 Установка из термически стойкого стекла (ТС) для перегонки растворителей (колба круглодонная К-1 с взаимозаменяемым конусом 29/32, вместимостью 1 дм³, елочный дефлегматор длиной не менее 250 мм с взаимозаменяемыми конусами 19/26 и 29/32, насадка Н1-19/26-14/23-14/23, холодильник с прямой трубкой ХПТ-1 с взаимозаменяемыми конусами 14/23, аллонж АИ-14/23) по ГОСТ 25336-82.

4.1.20 Пробирки П1, диаметром 12 мм, высотой 60 мм и пробки резиновые 12,5 мм

3-4 шт.

4.1.21 Палочки стеклянные длиной 15-18 см и 25-30 см.

4.1.22 Шпатели.

4.1.23 Слянки для хранения проб вместимостью 1 дм³ с завинчивающейся пробкой и полиэтиленовым вкладышем.

4.1.25* Слянки для хранения растворов и растворителей вместимостью 100 см³, 0,5 дм³, 1,0 дм³ из светлого и темного стекла.

* Нумерация соответствует оригиналу. - Примечание "КОДЕКС".

4.1.26 Посуда полиэтиленовая для хранения растворов с завинчивающейся пробкой вместимостью 0,5 дм³, 1,0 дм³.

4.1.27 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

4.1.28 Электроплитки с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919-83, колбонагреватели.

4.1.29 Холодильник бытовой.

Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 4.1.

4.2 Реактивы и материалы

При выполнении измерений применяют следующие реактивы и материалы:

4.2.1 Фенол кристаллический по ТУ 6-09-40-3245-90, ч.д.а. (при отсутствии ГСО).

4.2.2 Хлороформ по ГОСТ 20015-88, очищенный.

4.2.3 Натрия гидроксид (гидроксид натрия) по ГОСТ 4328-77, ч.д.а.

4.2.5* Аммоний хлористый (хлорид аммония) по ГОСТ 3773-72, ч.д.а.

* Нумерация соответствует оригиналу. - Примечание "КОДЕКС".

- 4.2.6 Аммиак водный по ГОСТ 3760-79, ч.д.а.
- 4.2.7 Калий железосинеродистый (гексацианоферрат калия) по ГОСТ 4206-75, ч.д.а.
- 4.2.8 4-Аминоантипирин по ТУ 6-09-3948-75, ч.д.а.
- 4.2.9 Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, ч.д.а.
- 4.2.10 Кислота серная по ГОСТ 4204-77, ч.д.а.
- 4.2.11 Медь (II) сернокислая 5-водная (сульфат меди) по ГОСТ 4165-78, ч.д.а.
- 4.2.12 Железо (II) сернокислое 7-водное (сульфат железа (II)) по ГОСТ 4148-78, ч.д.а.
- 4.2.13 Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87.
- 4.2.14 Тoluол по ГОСТ 5789-78, ч.д.а.
- 4.2.15 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
- 4.2.16 Универсальная индикаторная бумага pH 1-12 по ТУ 6-09-1181-76.
- 4.2.17 Фильтры обеззоленные "белая лента" по ТУ 6-09-1678-86.
- 4.2.18 Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556-81 или вата стеклянная.
- 4.2.19 Пленка тефлоновая или полиэтиленовая.
- 4.2.20 Стеклоткань или асбестовое полотно.

Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

5 Метод измерений

Выполнение измерений массовой концентрации летучих фенолов (в сумме) основано на отгонке фенолов с паром из подкисленной пробы воды, взаимодействии фенолов в отгоне с 4-аминоантипирином в присутствии гексацианоферрата (III) калия и экстракции окрашенного соединения хлороформом. Оптическую плотность экстракта измеряют на фотометре с непрерывной разверткой спектра при длине волны 460 нм. При его отсутствии допустимо использование фотометра со светофильтром, имеющим максимум пропускания в диапазоне от 460 до 490 нм.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений массовой концентрации фенолов в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в национальных стандартах и соответствующих нормативных документах.

6.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении определений, относятся ко 2, 3 классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

6.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных ПДК в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6.4 Сливы хлороформа запрещается выливать в канализацию. Их собирают в специальную тару и регенерируют или утилизируют в соответствии с действующими правилами. Непригодный к использованию градуировочный раствор фенола сливают в канализацию, разбавляя большим объемом воды.

6.5 Работу с кристаллическим фенолом следует проводить в вытяжном шкафу с использованием средств индивидуальной защиты - очков, резиновых перчаток и фартука. При попадании фенола на кожу его следует немедленно снять ватным тампоном, обильно смоченным этиловым спиртом, затем тщательно промыть водой с мылом.

6.6 Оператор, использующий кристаллический фенол для приготовления градуировочного раствора, должен быть проинструктирован о специфических мерах предосторожности.

7 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица со средним профессиональным образованием и стажем работы в лаборатории не менее 1 года, освоившие методику.

8 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (22±5) °С;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.);
- влажность воздуха не более 80% при 25 °С;
- напряжение в сети (220±10) В;
- частота переменного тока в сети питания (50±1) Гц.

9 Отбор и хранение проб

Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 и ГОСТ Р 51592. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ Р 51592. Пробы отбирают в склянки с завинчивающимися пробками вместимостью 1 дм³ - 3 шт. Анализ проб желательно выполнить не позднее 4 ч с момента отбора пробы. В течение суток пробы можно хранить в холодильнике при температуре не выше 5 °С.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Приготовление растворов и реактивов

10.1.1 Аммонийно-аммиачный буферный раствор с рН 10,0-10,2

Растворяют 50 г хлорида аммония в 50 см³ дистиллированной воды, добавляют 350 см³ концентрированного раствора аммиака и проверяют рН раствора с помощью рН-метра. Если значение рН раствора отличается от величины 10,1±0,1, необходимо добавить раствор аммиака (при рН<10), либо хлорид аммония или соляную кислоту (при рН>10,2). На следующий день необходимо опять провести контроль рН и, при необходимости, довести его до нужной величины. Контроль следует осуществлять каждые 7 дней. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде.

10.1.2 Раствор 4-аминоантипирина, 2%-ный

Растворяют 1,0 г 4-аминоантипирина в 50 см³ дистиллированной воды, фильтруют и переносят в посуду из темного стекла. Раствор хранят в холодильнике в течение 7 дней, при комнатной температуре в темном месте не более 3 дней. Изменение окраски раствора является признаком его непригодности.

Для приготовления раствора пригоден реактив, имеющий бледно-желтую или кремовую окраску (почти бесцветный). Если реактив имеет темно-желтую или бурую окраску, следует провести его очистку. Для этого в стакан вместимостью 50 см³ поместить реактив (не более 1/4 по высоте), прилить 25-30 см³ толуола и хорошо перемешать палочкой. Дать отстояться, слить толуол и, при необходимости повторять промывание до тех пор, пока реактив не приобретет бледно-желтую (кремовую) окраску. После окончательного удаления толуола сушат реактив в вытяжном шкафу, периодически перемешивая, до полного удаления толуола. Хранить в плотно закрытой темной склянке.

10.1.3 Раствор гексацианоферрата (III) калия, 8%-ный

Растворяют 4 г гексацианоферрата (III) калия $K^3 [Fe(CN)^3]$ в 50 см³ дистиллированной воды, фильтруют, переносят в склянку из темного стекла. Раствор хранят в холодильнике в течение 5-7 дней, при комнатной температуре в темном месте не более 3 дней.

10.1.4 Раствор серной кислоты, 10%-ный

К 450 см³ дистиллированной воды, помещенной в термостойкий химический стакан вместимостью 600 см³, при непрерывном перемешивании приливают 28 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор охлаждают. Срок хранения не ограничен.

10.1.5 Раствор сульфата меди, 10%-ный

Растворяют 50 г сульфата меди в 450 см³ дистиллированной воды. Раствор устойчив.

10.1.6 Раствор гидроксида натрия, 0,05 моль/дм³

Растворяют 2 г гидроксида натрия в 1 дм³ дистиллированной воды. Раствор хранят в плотно закрытой полиэтиленовой посуде. Срок хранения не ограничен.

10.2 Приготовление градуировочных растворов

10.2.1 Градуировочные растворы готовят из ГСО с массовой концентрацией фенола (1,00±0,01) мг/см³.

Вскрывают ампулу и ее содержимое переносят в сухую чистую коническую пробирку. Для приготовления градуировочного раствора N 1 отбирают 5,0 см³ образца с помощью чистой сухой пипетки с одной отметкой вместимостью 5 см³ и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³. Доводят объем в колбе до метки этиловым спиртом и перемешивают. Массовая концентрация фенола в градуировочном растворе N 1 составляет 0,100 мг/см³. Хранят раствор в холодильнике не более месяца.

Для приготовления градуировочного раствора N 2 пипеткой с одной отметкой отбирают 5,0 см³ градуировочного раствора N 1, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Массовая концентрация фенола в градуировочном растворе N 2 составляет (5,00±0,07) мкг/см³. Хранят раствор в холодильнике не более 3 сут.

10.2.2 При отсутствии ГСО допускается использовать аттестованный раствор, приготовленный из фенола кристаллического. Методика приготовления аттестованного раствора приведена в приложении А.

10.3 Установление градуировочной зависимости

Для приготовления образцов для градуировки в делительные воронки вместимостью 1 дм³ с помощью мерного цилиндра вместимостью 500 см³ помещают 500 см³ свежeproкипяченной и быстро охлажденной дистиллированной воды. Градуированными пипетками вместимостью 1 и 5 см³ в воду вносят 0; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ градуировочного раствора с массовой концентрацией фенола 5,0 мкг/см³. Массовая концентрация фенола в полученных образцах составит соответственно 0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0 мкг/дм³. Приготовленные образцы анализируют, как описано в разделе 11. Градуировочную зависимость оптической плотности от содержания фенолов рассчитывают методом наименьших квадратов.

Градуировочную зависимость устанавливают при приготовлении нового буферного раствора или замене измерительного прибора.

10.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

10.4.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят при использовании новых партий 4-аминоантипирина, гексацианоферрата калия и хлороформа, но не реже 1 раза в квартал. Средствами контроля являются образцы, используемые для установления градуировочной зависимости по 10.3 (не менее 3 образцов). Градуировочная характеристика считается стабильной при выполнении следующих условий:

$$|X - C| \leq \sigma_R, \quad (1)$$

где X - результат контрольного измерения массовой концентрации фенола в образце, мкг/дм³;

C - приписанное значение массовой концентрации фенола в образце, мкг/дм³;

σ_R - показатель воспроизводимости для концентрации C , мкг/дм³ (таблица 1).

Если условие стабильности не выполняется для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца для исключения результата, содержащего грубую погрешность. При повторном невыполнении условия выясняют причины нестабильности, устраняют их и повторяют измерение с использованием других образцов, предусмотренных методикой. Если градуировочная характеристика вновь не будет удовлетворять условию (1), устанавливают новую градуировочную зависимость.

10.4.2 При выполнении условия (1) учитывают знак разности между измеренными и приписанными значениями массовой концентрации фенола в образцах. Эта разность должна иметь как положительное, так и отрицательное значение, если же все значения имеют один знак, это говорит о наличии систематического отклонения. В таком случае требуется установить новую градуировочную зависимость.

11 Выполнение измерений

11.1 Мерным цилиндром вместимостью 500 см³ отбирают 500 см³ анализируемой воды и помещают ее в плоскодонную (при использовании электроплитки) или круглодонную (при использовании колбонагревателя) колбу для отгонки. Добавляют 5 см³ 10%-ного раствора сульфата меди и 10 см³ 10%-ного раствора серной кислоты. Колбу помещают на электроплитку или в колбонагреватель, присоединяют каплеуловитель и холодильник. При использовании электроплитки для уменьшения теплообмена колбу оборачивают асбестовым полотном или стеклотканью. Выходной отросток холодильника опускают в плоскодонную колбу вместимостью 500 дм³, в которую предварительно помещают 10 см³ раствора гидроксида натрия 0,05 моль/дм³. Нижний конец трубки холодильника должен быть погружен в этот раствор. При необходимости его можно удлинить, пристыковав вплотную к трубке холодильника с помощью трубки из силиконовой резины или полихлорвинила стеклянную трубку нужной длины.

Нагрев колбы должен быть достаточно сильным - так, чтобы отгонка пробы не превышала 3 ч, однако кипение пробы должно быть равномерным, спокойным; бурное кипение недопустимо. При необходимости можно добавить в колбу кипяточные камешки или капилляры.

По мере увеличения объема отгона колбу опускают так, чтобы трубка холодильника не была погружена в отгон более чем на 3 см. Когда объем отгона в колбе составит около 460 см³ (на колбе заранее следует сделать соответствующую метку), отгонку прекращают.

11.2 Отгон переносят в делительную воронку вместимостью 1 дм³, ополаскивают колбу 30-40 см³ дистиллированной воды и переносят ее в ту же воронку. Приливают 10 см³ буферного раствора, 3 см³ 2%-ного раствора 4-аминоантипирина и 3 см³ 8%-ного раствора гексацианоферрата (III) калия, перемешивая пробу после добавления каждого раствора, и оставляют на 10-15 мин. Затем дважды экстрагируют пробу хлороформом, используя для первой экстракции 20 см³, второй - 10 см³ хлороформа. Первую экстракцию выполняют в течение 2 мин, вторую - 1 мин. После расслоения фаз хлороформные экстракты фильтруют через комочек хлопковой или стеклянной ваты в мерную колбу или градуированную пробирку вместимостью 25 см³ и доводят объем до метки чистым хлороформом.

11.3 Оптическую плотность экстракта измеряют в кюветах с толщиной поглощающего слоя 5 см относительно чистого хлороформа на спектрофотометре или фотометре с непрерывной разверткой спектра при длине волны 460 нм; на фотометре, снабженном светофильтрами, используют светофильтр с максимумом пропускания в диапазоне от 460 до 490 нм. Оптическую плотность холостого опыта вычитают из оптической плотности проб.

11.4 Мешающие влияния на выполнение измерений массовой концентрации фенолов могут оказать высокие концентрации интенсивно окрашенных соединений кислого характера, а также сильные восстановители (например сульфитов), способных отгоняться с паром. Первые могут привести к завышению результата измерений, вторые - к занижению. Если в пробе присутствует активный хлор, сразу после отбора его следует восстановить, добавляя избыток сульфата железа (II). Присутствие высоких концентраций указанных веществ в природных водах маловероятно, но при анализе очищенных сточных вод возможность мешающего влияния следует учитывать. Мешающее влияние других веществ устраняется в процессе отгонки.

11.5 Если массовая концентрация фенола в анализируемой пробе воды превышает 30 мкг/дм³, отбирают аликвоту исходной пробы, содержащую не менее 10 мкг фенолов, разбавляют ее свежeproкипяченной дистиллированной водой до 500 см³ и повторяют измерение.

11.6 Хлороформные экстракты после выполнения измерений, а также другие сливы хлороформа собирают в отдельную темную склянку с небольшим количеством дистиллированной воды и затем регенерируют. Описание процедуры регенерации приведено в приложении Б.

12 Вычисление и оформление результатов измерений

12.1 Массовую концентрацию летучих фенолов в анализируемой пробе воды X , мкг/дм³, находят по градуировочной зависимости. Если выполнение измерений проводилось после разбавления пробы, результат, найденный по градуировочной зависимости, умножают на коэффициент $\eta = 500/V$, где V - аликвота пробы воды, взятая для анализа, см³.

12.2 Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$X \pm \Delta, \text{ мкг/дм}^3 (P = 0,95), \quad (2)$$

где $\pm \Delta$ - границы характеристики погрешности результата измерения для данной массовой концентрации фенолов, мкг/дм³ (таблица 1).

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

12.3 Допустимо представлять результат в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta_{\text{п}} \quad (P = 0,95) \text{ при условии } \Delta_{\text{п}} < \Delta, \quad (3)$$

где $\pm \Delta_{\text{п}}$ - границы характеристики погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений, мкг/дм³.

Примечание - Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения $\Delta_{\text{п}} = 0,84 \cdot \Delta$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

12.4 Результаты измерений оформляют протоколом или записью в журнале, по формам, приведенным в Руководстве по качеству лаборатории.

13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

13.1 Общие положения

13.1.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

13.1.2 Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории.

13.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля

13.2.1 В качестве образцов для контроля используют аттестованные растворы фенола, методика приготовления которых приведена в приложении В. Для выполнения оперативного контроля следует выбирать образцы, в которых массовая концентрация фенола наиболее близка к концентрации летучих фенолов в анализируемых пробах.

13.2.2 Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры $K_{\text{к}}$ с нормативом контроля K .

13.2.3 Результат контрольной процедуры $K_{\text{к}}$, мкг/дм³, рассчитывают по формуле

$$K_{\text{к}} = X - C, \quad (4)$$

где X - результат контрольного измерения аттестованной характеристики образца для контроля, мкг/дм³;
 C - значение аттестованной характеристики образца для контроля, мкг/дм³.

13.2.4 Норматив контроля K , мкг/дм³, рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_{\text{п}}, \quad (5)$$

где $\Delta_{\text{п}}$ - характеристика погрешности результатов измерений, соответствующая значению аттестованной характеристики образца для контроля, мкг/дм³.

Примечание - Допустимо для расчета норматива контроля использовать значения характеристик погрешности, полученные расчетным путем по формуле $\Delta_{\text{п}} = 0,84 \cdot \Delta$.

13.2.5 Результат контрольной процедуры сравнивают с нормативом контроля.

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_{\text{к}}| \leq K, \quad (6)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (6) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (6) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости R . При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости рассчитывают по формуле

$$R = 2,77 \cdot \sigma_R. \quad (7)$$

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6 или МИ 2881.

Примечание - Проверка приемлемости проводится при необходимости сравнения результатов измерений, полученных двумя лабораториями.

Приложение А (рекомендуемое)

Методика приготовления аттестованных растворов фенола АР1-Ф, АР2-Ф, АР3-Ф для установления градуировочной зависимости и контроля точности результатов измерений массовой концентрации фенолов экстракционно-фотометрическим методом

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных растворов фенола, предназначенных для установления градуировочной зависимости и контроля точности результатов измерений массовой концентрации летучих фенолов в природных и очищенных сточных водах экстракционно-фотометрическим методом.

А.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики аттестованных растворов приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 - Метрологические характеристики аттестованного раствора фенола

Наименование характеристики	Значение характеристики для аттестованного раствора		
	АР1-Ф	АР2-Ф	АР3-Ф
Аттестованное значение массовой концентрации фенола	1,000 мг/см ³	0,1000 мг/см ³	5,00 мкг/см ³
Границы погрешности аттестованного значения массовой концентрации фенола ($P = 0,95$)	0,010 мг/см ³	0,0012 мг/см ³	0,07 мкг/см ³

А.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

А.3.1 Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ 24104-2001.

А.3.2 Термометр лабораторный по ГОСТ 29224-91 с взаимозаменяемым конусом 19/26 с диапазоном температур до 200 °С и ценой деления не более 1 °С.

А.3.3 Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью:

50 см³ - 1 шт.
100 см³ - 1 шт.

А.3.4 Пипетки с одной отметкой 2 класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29227-91 вместимостью

5 см³ - 2 шт.

А.3.5. Пипетка градуированная 2 класса точности исполнения 3 по ГОСТ 29227-91 вместимостью

10 см³ - 1 шт.

А.3.6 Стаканчик для взвешивания (бюкс) СВ-19/9 по ГОСТ 25336-82

А.3.7 Воронка лабораторная типа В, диаметр 56 мм, по ГОСТ 25336-82

А.3.8 Шпатель.

А.3.9 Колба круглодонная для перегонки КП исполнения 1, ТХС, по ГОСТ 25336-82 вместимостью

50 см³

А.3.10 Пробирки типа П1 диаметром 12 мм, высотой 60 мм с резиновыми пробками 12,5 мм или стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-24/10 по ГОСТ 25336-82 - 3-4 шт

А.3.11 Палочка стеклянная длиной 15-17 см.

А.3.12 Слянки для хранения аттестованных растворов вместимостью 50 см³, 100 см³ с завинчивающейся пробкой и плотным полиэтиленовым вкладышем или слянки с притертыми стеклянными пробками той же вместимости.

А.3.13 Пленка тефлоновая или полиэтиленовая.

А.3.14 Электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919-83 или колбонагреватель.

А.3.15 Стеклоткань или асбестовое полотно.

А.4 Исходные компоненты аттестованных растворов

А.4.1 Фенол кристаллический по ТУ 6-09-40-3245-90, ч.д.а., с содержанием основного вещества (C_6H_5OH) не менее 99,0%.

А.4.2 Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87.

А.4.3 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

А.5 Процедура приготовления аттестованных растворов фенола

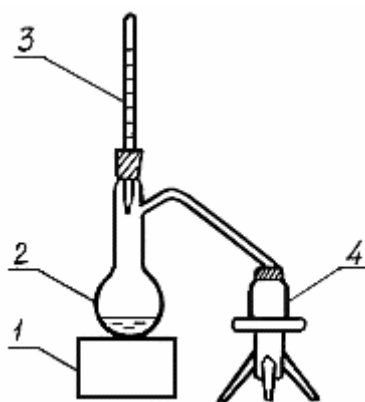
А.5.1 Очистка кристаллического фенола перегонкой

Для приготовления аттестованных растворов допускается использовать препарат фенола бесцветный или со слабым розоватым оттенком, при более интенсивной окраске фенол следует перегонять.

Установка для перегонки фенола изображена на рисунке 1.

Рисунок 1 - Схема установки для очистки фенола перегонкой

1 - электроплитка (колбонагреватель); 2 - колба для перегонки;
3 - термометр или пробка; 4 - бюкс (или пробирка)



Если перегонка проводится с использованием электроплитки, для уменьшения теплообмена колбу следует обернуть стеклотканью или асбестовым полотном. В колбу помещают определенное количество фенола (не более 10 г). Для удобства переноса фенола в колбу склянку с фенолом следует подогреть в теплой воде (около 45 °С). При этом фенол начинает плавиться и нужное количество жидкого препарата переливают в колбу. Колбу нагревают. Первые две-три капли отгона отбрасывают, а следующие порции фенола собирают в бюксы или пробирки. Для длительного хранения фенол предпочтительнее отбирать в пробирки. Пробирки плотно закрывают резиновыми пробками, обернутыми двойным слоем тонкой тефлоновой или полиэтиленовой пленки, помещают в двойной полиэтиленовый пакет и хранят в холодильнике до появления розовой окраски фенола. Срок хранения может достигать 3 лет.

Контроль температуры при перегонке фенола не обязателен, однако для удобства можно вместо хорошо притертой пробки закрыть колбу термометром со взаимозаменяемым конусом с соответствующим диапазоном температур. Температура кипения фенола 182 °С.

А.5.2 Приготовление аттестованного раствора АР1-Ф

Склянку, бюкс или пробирку с кристаллическим фенолом подгревают в теплой (около 45 °С) воде до расплавления. С помощью стеклянной палочки переносят по каплям расплавленный фенол в бюкс и взвешивают с точностью до четвертого знака после запятой 0,100 г фенола. В бюкс приливают пипеткой 5-6 см³ этилового спирта и перемешивают чистой палочкой до растворения фенола. Количественно (по палочке!) через воронку переносят раствор фенола в мерную колбу вместимостью 100 см³, несколько раз ополаскивают бюкс, палочку и воронку этиловым спиртом, доводят раствор до метки и перемешивают. Переносят раствор в склянку с плотно закрывающейся пробкой вместимостью 100 см³.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию фенола 1,000 мг/см³.

А.5.3 Приготовление аттестованного раствора АР2-Ф

Пипеткой с одной отметкой вместимостью 5 см³ отбирают 5,0 см³ раствора АР1-Ф, помещают его в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Переносят раствор в склянку с плотно закрывающейся пробкой вместимостью 50 см³.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию фенола 0,100 мг/см³.

А.5.4 Приготовление аттестованного раствора АР3-Ф

Пипеткой с одной отметкой вместимостью 5 см³ отбирают 5,0 см³ раствора АР1-Ф, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Переносят раствор в склянку с плотно закрывающейся пробкой вместимостью 100 см³.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию фенола 5,00 мкг/см³.

А.6 Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов

А.6.1 Аттестованное значение массовой концентрации фенола в растворе АР1-Ф C_1 , мг/см³, рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{m \cdot 1000}{V}, \quad (\text{A.1})$$

где m - масса навески фенола, г;

V - вместимость мерной колбы, см³.

А.6.2 Аттестованное значение массовой концентрации фенола в растворе АР2-Ф C_2 , мг/см³, рассчитывают по формуле

$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_1}{V_2}, \quad (\text{A.2})$$

где C_1 - массовая концентрация фенола в растворе АР1-Ф, мг/см³;

V_1 - объем раствора АР1-Ф, см³;

V_2 - вместимость мерной колбы, см³.

А.6.3 Аттестованное значение массовой концентрации фенола в растворе АР3-Ф C_3 , мкг/см³, рассчитывают по формуле

$$C_3 = \frac{C_2 \cdot V_1}{V}, \quad (\text{A.3})$$

где C_2 - массовая концентрация фенола в растворе АР2-Ф, мг/см³;

V_1 - объем раствора АР2-Ф, см³;

V - вместимость мерной колбы, см³.

А.6.4 Расчет погрешности приготовления аттестованного раствора АР1-Ф Δ_1 , мг/см³, выполняют по формуле

$$\Delta_1 = C_1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_V}{V}\right)^2}, \quad (\text{A.4})$$

где C_1 - приписанное раствору АР1-Ф значение массовой концентрации фенола, мг/см³;

Δ_μ - предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве от приписанного значения μ , %;

μ - массовая доля основного вещества (фенола) в реактиве, приписанная реактиву квалификации ч.д.а., %;

Δ_m - предельная возможная погрешность взвешивания, г;

m - масса навески фенола, г;

Δ_V - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см³;

V - вместимость мерной колбы, см³.

Погрешность приготовления аттестованного раствора АР1-Ф равна

$$\Delta_1 = 1,00 \cdot \sqrt{\left(\frac{1,0}{100}\right)^2 + \left(\frac{0,0002}{0,100}\right)^2 + \left(\frac{0,2}{100}\right)^2} = 0,010 \text{ мг/см}^3.$$

А.6.5 Расчет погрешности приготовления аттестованного раствора АР2-Ф Δ_2 , мг/см³, выполняют по формуле

$$\Delta_2 = C_2 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_1}{C_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_2}}{V_2}\right)^2}, \quad (\text{A.5})$$

где C_2 - приписанное раствору АР2-Ф значение массовой концентрации фенола, мг/см³;

Δ_1 - предел возможного значения погрешности приготовления раствора АР1-Ф, мг/см³;

C_1 - значение массовой концентрации фенола, приписанное раствору АР1-Ф, используемому для приготовления раствора АР2-Ф, мг/см³;

Δ_{V_1} - предельное значение возможного отклонения объема раствора, отбираемого пипеткой, от номинального значения, см³;

V_1 - номинальный объем раствора, отбираемого пипеткой, см³;

ΔV_2 - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см³;

V_2 - вместимость мерной колбы, см³.

Погрешность приготовления аттестованного раствора AP2-Ф равна

$$\Delta_2 = 0,100 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,010}{1,00}\right)^2 + \left(\frac{0,03}{5}\right)^2 + \left(\frac{0,1}{50}\right)^2} = 0,0012 \text{ мг/см}^3.$$

A.6.6 Расчет погрешности приготовления аттестованного раствора AP3-Ф Δ_3 , мкг/см³, выполняют по формуле

$$\Delta_3 = C_3 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_2}{C_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2}, \quad (\text{A.6})$$

где C_3 - приписанное раствору AP3-Ф значение массовой концентрации фенола, мкг/см³;

Δ_2 - предел возможного значения погрешности приготовления р-ра с массовой конц. фенола C_2 , мг/см³;

C_2 - знач. массовой конц. фенола, приписанное раствору AP2-Ф, испол. для пригот. Р-ра AP3-Ф, мг/см³;

ΔV_1 - предельное значение возможного отклон. V р-ра, отбираемого пипеткой, от номинального значен., см³;

V_1 - номинальный объем раствора, отбираемого пипеткой, см³;

ΔV - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинал. значения, см³;

V - вместимость мерной колбы, см³.

Погрешность приготовления аттестованного раствора AP3-Ф равна

$$\Delta_3 = 5,0 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,0012}{0,100}\right)^2 + \left(\frac{0,03}{5}\right)^2 + \left(\frac{0,2}{100}\right)^2} = 0,068 \text{ мкг/см}^3.$$

A.7 Требования безопасности

A.7.1 По степени воздействия на организм фенол и этиловый спирт относятся ко 2 и 4 классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

A.7.2 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных ПДК в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

A.7.3 Работу с кристаллическим фенолом следует проводить в вытяжном шкафу с использованием средств индивидуальной защиты - очков, резиновых перчаток и фартука. При попадании фенола на кожу его следует немедленно снять ватным тампоном, обильно смоченным этиловым спиртом, затем тщательно промыть водой с мылом.

A.7.4 Оператор, использующий фенол кристаллический для приготовления градуировочного раствора, должен быть проинструктирован о специфических мерах предосторожности.

A.8 Требования к квалификации операторов

Аттестованные растворы может готовить инженер или лаборант со средним профессиональным образованием, прошедший специальную подготовку и имеющий стаж работы в химической лаборатории не менее 6 мес.

A.9 Требования к маркировке

На склянки с аттестованными растворами должны быть наклеены этикетки с указанием условного обозначения раствора, массовой концентрации фенола, погрешности ее установления и даты приготовления.

A.10 Условия хранения

Аттестованный раствор AP1-Ф хранят в холодильнике не более 6 мес. Аттестованный раствор AP2-Ф хранят в холодильнике не более 1 мес. Аттестованный раствор AP3-Ф хранят в холодильнике не более 3 сут.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Регенерация хлороформа

Для регенерации слив хлороформа помещают в делительную воронку вместимостью не менее 1 дм³, добавляют равный объем дистиллированной воды и встряхивают воронку 2 мин, затем хлороформ переносят в другую воронку, вновь добавляют равный объем воды и повторяют промывание. После отстаивания хлороформ фильтруют через слой ваты или 2-3 неплотных бумажных фильтра в круглодонную колбу для перегонки.

Соединяют компоненты установки для перегонки, нагревают колбу на водяной бане и перегоняют хлороформ в стеклянную посуду, отбирая фракцию, кипящую при $t = 60,5-62$ °С. Первую порцию отгона, кипящую ниже 60,5 °С, возвращают в слив, а остаток после отгонки утилизируют в соответствии с установленными правилами. При необходимости повторяют перегонку еще раз, при этом первую порцию отгона и остаток после отгонки возвращают в слив.

Приложение В (обязательное)

**Методика
приготовления образцов для контроля точности результатов
измерений массовых концентраций летучих фенолов в водах
экстракционно-фотометрическим методом**

В.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления образцов для контроля (ОК), предназначенных для контроля точности результатов измерений массовой концентрации летучих фенолов в природных и очищенных сточных водах экстракционно-фотометрическим методом.

В.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики ОК приведены в таблице В.1.

Таблица В.1 - Метрологические характеристики ОК

Наименование характеристики	Значение характеристики для ОК				
	N 1	N 2	N 3	N 4	N 5
Аттестованное значение массовой концентрации фенола, мкг/дм ³	2,50	5,00	10,00	15,00	25,00
Границы погрешности аттестованного значения массовой концентрации фенола ($P = 0,95$), мкг/дм ³	0,06	0,09	0,17	0,33	0,43

В.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

В.3.1 Градуировочный (аттестованный) раствор с массовой концентрацией фенола (5,00±0,07) мкг/см³, приготовленный из ГСО 7270-96 (см. 10.2) или АРЗ-Ф (см. приложение Б).

В.3.2 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

В.3.3 Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью 1000 см³ - 2 шт.

В.3.4 Пипетки градуированные 2 класса точности исполнения 1,3 по ГОСТ 29227-91 вместимостью: 1 см³ - 1 шт.
2 см³ - 1 шт.
5 см³ - 1 шт.

В.3.5 Колбы типа Кн или П исполнения 1, 2, ТХС, по ГОСТ 25336-82 вместимостью 2000 см³ - 2 шт.

В.3.6 Электроплитка по ГОСТ 14919-83.

В.4 Процедура приготовления ОК

В.4.1 Приготовление ОК N 1

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ при помощи градуированной пипетки вместимостью 1 см³ приливают 0,50 см³ раствора фенола с массовой концентрацией 5,00 мкг/см³. Объем раствора доводят до метки на колбе свежeproкипяченной и быстро охлажденной дистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию фенола 2,50 мкг/дм³.

В.4.2 Приготовление ОК N 2

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ при помощи градуированной пипетки вместимостью 1 см³ приливают 1,00 см³ раствора фенола с массовой концентрацией 5,00 мкг/см³. Объем раствора доводят до метки на колбе свежeproкипяченной и быстро охлажденной дистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию фенола 5,00 мкг/дм³.

В.4.3 Приготовление ОК N 3

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ при помощи градуированной пипетки вместимостью 2 см³ приливают 2,00 см³ раствора фенола с массовой концентрацией 5,00 мкг/см³. Объем раствора доводят до метки на колбе свежeproкипяченной и быстро охлажденной дистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию фенола 10,00 мкг/дм³.

В.4.4 Приготовление ОК N 4

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ при помощи градуированной пипетки вместимостью 5 см³ приливают 3,00 см³ раствора фенола с массовой концентрацией 5,00 мкг/см³. Объем раствора доводят до метки на колбе свежeproкипяченной и быстро охлажденной дистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию фенола 15,00 мкг/дм³.

В.4.5 Приготовление ОК N 5

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ при помощи градуированной пипетки вместимостью 5 см³ приливают 5,00 см³ раствора фенола с массовой концентрацией 5,00 мкг/см³. Объем раствора доводят до метки на колбе свежeproкипяченной и быстро охлажденной дистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию фенола 25,00 мкг/дм³.

В.5 Расчет метрологических характеристик ОК

В.5.1 Расчет погрешности приготовления ОК для контроля точности результатов измерений массовой концентрации фенола Δ_i , мкг/дм³, выполняют по формуле

$$\Delta_i = C_i \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta}{C}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_V}{V}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_i}}{V_i}\right)^2}, \quad (\text{B.1})$$

где C_i - приписанное ОК значение массовой концентрации фенола, мкг/дм³;

Δ - погрешность приготовления градуировочного (аттестованного) раствора, используемого для приготовления ОК, мкг/см³;

C - значение массовой концентрации фенола в градуировочном (аттестованном) растворе, используемом для приготовления ОК, мкг/см³;

Δ_V - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см³;

V - вместимость мерной колбы, см³;

Δ_{V_i} - предельное значение возможного отклонения объема раствора, отбираемого пипеткой, от номинального значения, см³;

V_i - номинальный объем градуировочного (аттестованного) раствора, отбираемого пипеткой, см³.

Погрешность приготовления ОК N 1 равна:

$$\Delta_1 = 2,5 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,07}{5,00}\right)^2 + \left(\frac{0,6}{1000}\right)^2 + \left(\frac{0,01}{0,5}\right)^2} = 0,061 \text{ мкг/дм}^3.$$

Массовая концентрация фенола в ОК N 1 отличается от приписанного значения не > чем на 0,061 мкг/дм³.

Погрешность приготовления ОК N 2 равна:

$$\Delta_2 = 5,00 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,07}{5,00}\right)^2 + \left(\frac{0,6}{1000}\right)^2 + \left(\frac{0,01}{1,0}\right)^2} = 0,086 \text{ мкг/дм}^3.$$

Массовая концентрация фенола в ОК N 2 отличается от приписанного значения не > чем на 0,086 мкг/дм³.

Погрешность приготовления ОК N 3 равна:

$$\Delta_3 = 10,0 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,07}{5,00}\right)^2 + \left(\frac{0,6}{1000}\right)^2 + \left(\frac{0,02}{2,0}\right)^2} = 0,17 \text{ мкг/дм}^3.$$

Массовая концентрация фенола в ОК N 3 отличается от приписанного значения не более чем на 0,17 мкг/дм³.

Погрешность приготовления ОК N 4 равна

$$\Delta_4 = 15,00 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,07}{5,00}\right)^2 + \left(\frac{0,6}{1000}\right)^2 + \left(\frac{0,05}{3,0}\right)^2} = 0,33 \text{ мкг/дм}^3.$$

Массовая концентрация фенола в ОК N 4 отличается от приписанного значения не более чем на 0,33 мкг/дм³.

Погрешность приготовления ОК N 5 равна:

$$\Delta_5 = 25,00 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,07}{5,00}\right)^2 + \left(\frac{0,6}{1000}\right)^2 + \left(\frac{0,05}{5,0}\right)^2} = 0,43 \text{ мкг/дм}^3.$$

Массовая концентрация фенола в ОК N 5 отличается от приписанного значения не более чем на 0,43 мкг/дм³.

В.7* Требования безопасности

* Нумерация соответствует оригиналу. - Примечание "КОДЕКС".

При приготовлении ОК следует соблюдать общие требования техники безопасности в химических лабораториях.

В.8 Требования к квалификации операторов

ОК может готовить инженер или лаборант со средним профессиональным образованием.

В.9 Требования к маркировке

На колбу с ОК должна быть нанесена надпись с указанием номера, массовой концентрации фенола, погрешности ее установления и даты приготвл. Если ОК является шифрованным, на колбу наносят его условное обозначение, принятое в ИЛ.

В.10 Условия хранения

ОК N 1 и N 2 используют в течение 3 ч с момента приготовления, остальные ОК - в течение рабочего дня. От момента приготовления до использования ОК хранят в темном прохладном месте в мерной колбе.

Текст документа сверен по:
/ Федеральная служба по гидрометеорологии
и мониторингу окружающей среды. -
Ростов-на-Дону: ГУ "Гидрохимический институт", 2006

РД 52.24.488-2006 Массовая концентрация летучих фенолов в водах. Методика выполнения измерений экстракционно-фотометрическим методом после отгонки с паром

Вид документа:

РД от 25.9.2006 N 52.24.488-2006

Приказ Росгидромета от 25.9.2006

Нормативные документы, принимаемые отраслевыми министерствами

Принявший орган: Росгидромет

Статус: Действующий

Тип документа: Нормативно-технический

Дата начала действия: 1.10.2006

Опубликован: / Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды. - Ростов-на-Дону, 2006 год

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

ВОДОРОДНЫЙ ПОКАЗАТЕЛЬ И УДЕЛЬНАЯ ЭЛЕКТРИЧЕСКАЯ ПРОВОДИМОСТЬ ВОД. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ЭЛЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Дата введения 2005-07-01

Предисловие

- 1 РАЗРАБОТАН ГУ "Гидрохимический институт"
- 2 РАЗРАБОТЧИКИ Л.В.Боева, канд хим. наук, А.А.Назарова, канд хим. наук
- 3 УТВЕРЖДЕН Заместителем руководителя Росгидромета 15.06.2005 г.
- 4 СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ Выдано метрологической службой ГУ "Гидрохимический институт" 30.12.2004 г. N 150.24-2004.
- 5 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦКБ ГМП за номером РД 52.24.495-2005 от 30.06.2005 г.
- 6 ВЗАМЕН РД 52.24.495-95 "Методические указания. Методика выполнения измерений рН и удельной электропроводности вод"

Введение

Произведение концентраций водородных и гидроксильных ионов в химически чистой воде является постоянной величиной, равной 10^{-14} при температуре 25 °С. Оно остается неизменным и в присутствии веществ, диссоциирующих с образованием водородных и гидроксильных ионов. В чистой воде концентрации водородных и гидроксильных ионов равны 10^{-7} моль/дм³, что соответствует нейтральному состоянию раствора. В кислых растворах $[H^+] > 10^{-7}$ моль/дм³, а в щелочных $[H^+] < 10^{-7}$ моль/дм³.

Для удобства выражения концентрации водородных ионов в воде используют величину, представляющую собой взятый с обратным знаком десятичный логарифм их концентрации. Эта величина называется **водородным показателем** и обозначается **рН** ($pH = -lg[H^+]$)

Величина рН является одним из важнейших показателей качества вод и характеризует состояние кислотно-основного равновесия воды. От величины рН зависит развитие и жизнедеятельность водной биоты, формы миграции различных элементов, агрессивное действие воды на вмещающие породы, металлы, бетон.

На величину рН поверхностных вод влияет состояние карбонатного равновесия, интенсивность процессов фотосинтеза и распада органических веществ, содержание гумусовых веществ.

В большинстве водных объектов рН воды обычно колеблется в пределах от 6,3 до 8,5. В речных и озерных водах зимой отмечаются более низкие по сравнению с летним периодом значения рН.

Величина рН поверхностных вод, подверженных интенсивному загрязнению сточными водами или влиянию подземных вод, может изменяться в более широких пределах из-за наличия в их составе сильных кислот или оснований.

Удельная электрическая проводимость (удельная электропроводность) - количественная характеристика способности воды проводить электрический ток. В чисто физическом смысле это величина, обратная электрическому сопротивлению воды при температуре 25 °С, находящейся между двумя электродами с поверхностью 1 см², расстояние между которыми равно 1 см. Единица удельной электрической проводимости - Сименс на 1 м (См/м). Для воды в качестве единицы измерения используют производные величины - миллиСименс на 1 м (мСм/м) или микроСименс на 1 см (мкСм/см).

В большинстве случаев удельная электрическая проводимость поверхностных вод суши является приближительной характеристикой концентрации в воде неорганических электролитов - катионов Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , анионов Cl^- , SO_4^{2-} , HCO_3^- . Присутствие других ионов, например Fe(II), Fe(III), Mn(II), NO_3^- , HPO_4^{2-} обычно мало сказывается на величине удельной электрической проводимости, так как эти ионы редко встречаются в воде в значительных количествах. Водородные и гидроксильные ионы в диапазоне их обычных концентраций в поверхностных водах суши на удельную электрическую проводимость практически не влияют. Столь же мало и влияние растворенных газов.

Таким образом, удельная электрическая проводимость поверхностных вод суши зависит в основном от их минерализации и обычно колеблется в пределах от 50 до 10000 мкСм/см.

Измерение рН воды осуществляют потенциометрическим, а удельной электрической проводимости - кондуктометрическим методом с помощью соответствующих приборов - рН-метров (иономеров) и кондуктометров. Современные приборы (иономеры-солемеры) комплектуются датчиками на оба показателя и позволяют проводить их измерение практически одновременно.

1 Область применения

Настоящий руководящий документ устанавливает методики выполнения измерений (далее - методика) водородного показателя в диапазоне от 4 до 10 ед. рН и удельной электрической проводимости в диапазоне от 5 до 10000 мкС/см в пробах поверхностных вод суши и очищенных сточных вод электрометрическим методом.

2 Характеристики погрешности измерения

2.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих

Диапазон измерения	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R	Показатель точности (границы погрешности при вероятности $P = 0,95$) $\pm \Delta$
от 4 до 10 включ.	Водородный показатель, ед. pH: 0,02		0,05 0,1
От 5 до 200 включ.	Удельная электрическая проводимость ν , мкСм/см: 0,02· ν		0,05· ν 0,10· ν
Св. 200 до 10000 включ.	0,01· ν	0,02· ν	0,05· ν

2.2 Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения измерений;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики выполнения измерений в конкретной лаборатории.

3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

3.1 При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства

3.1.1 Ионмер со стеклянным и вспомогательным электродами или pH-метр-милливольтметр любого типа со стеклянным и вспомогательным электродами с погрешностью измерения pH, не превышающей $\pm 0,1$ ед. pH и кондуктометр электрического сопротивления с минимально определяемой величиной удельной электрич. проводимостью не более 5 мкСм/см и погрешностью не более $\pm 5\%$

3.1.2 Весы аналитические 2 класса точности по ГОСТ 24104-2001.

3.1.3 Весы технические лабораторные любого типа 4 класса точности с пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104-2001.

3.1.4 Термометр с ценой деления 0,2 °С.

3.1.5 Колбы мерные не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74 вместимостью:

250 см³ - 1 шт.

500 см³ - 1 шт.

1000 см³ - 1 шт.

3.1.6 Пипетка с одной меткой по ГОСТ 29169-91 вместимостью:

25 см³ - 1 шт.

3.1.7 Цилиндр мерный по ГОСТ 1770-74 вместимостью:

250 см³ - 1 шт.

3.1.7 Стаканы химические по ГОСТ 25336-82 вместимостью:

50 см³ - 6 шт.

500 см³ - 1 шт.

3.1.8 Термостат водяной с точностью поддержания температуры $\pm 0,2$ °С

- 1 шт.

3.1.9 Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336-82

- 3 шт.

3.1.10 Колбы коническая или плоскодонная по ГОСТ 25336-82 вместимостью не менее 1,5 дм³ - 2 шт.

3.1.11 Воронка лабораторная по ГОСТ 25336-82 диаметром

5-6 см - 1 шт.

3.1.12 Промывалка.

3.1.13 Эксикатор по ГОСТ 25336-82.

3.1.14 Шкаф сушильный общелабораторный.

3.1.15 Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919-83.

3.1.16 Сосуды полиэтиленовые для хранения р-ров и проб воды - 0,5-1,0 дм³ и 50-100 см³.

Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 3.1.

3.2 При выполнении измерений применяют следующие реактивы и материалы

3.2.1 Стандарт-титры "для pH-метрии" для приготовления образцовых буферных растворов по ТУ 6-09-2541-72 или гидрофталат (бифталат) калия КООС-С₆Н₄-СООН по ТУ 6-09-4433-77, ч.д.а.; калий фосфорнокислый однозамещенный (дигидрофосфат калия КН₂РО₄) по ГОСТ 4198-75, ч.д.а.; натрий фосфорнокислый двухзамещенный (гидрофосфат натрия Na₂НРО₄) по ГОСТ 11773-76, ч.д.а.; натрий тетраборнокислый 10-водный (тетраборат натрия) по ГОСТ 4199-76, ч.д.а.; бромид натрия, ч.

3.2.2 Калий хлористый (хлорид калия) по ГОСТ 4234-77, х.ч.

3.2.3 Ацетон по ГОСТ 2603-79, ч.д.а.

3.2.4 Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300-87.

3.2.5 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.2.6 Вода бидистиллированная.

3.2.7 Фильтровальная бумага.

Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 3.2.

4 Метод измерений

При измерении pH воды электрометрическим методом используется система, состоящая из стеклянного электрода, потенциал которого зависит от концентрации (активности) ионов водорода, и вспомогательного электрода. Электродная система при погружении в пробу воды развивает э.д.с, линейно зависящую от активности ионов водорода.

Измерение удельной электрической проводимости основано на измерении электрического сопротивления раствора, находящегося между двумя платиновыми (платинированными) электродами с поверхностью 1 см², расстояние между которыми равно 1 см.

При изменении температуры на 1 °С величина удельной электрической проводимости изменяется (возрастает с ростом температуры) примерно на 2%. Поэтому для исключения данной погрешности измерение проводят в термостатируемой пробе или с использованием автоматического термокомпенсатора. В противном случае в результаты вносят соответствующие поправки.

5 Требования безопасности, охраны окружающей среды

5.1 При выполнении измерений pH и удельной электрической проводимости в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в государственных стандартах и соответствующих нормативных документах.

5.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся к 3, 4 классам опасности по ГОСТ 12.1.007-76.

5.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88.

5.4 Особых требований по экологической безопасности не предъявляется.

6 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица со средним профессиональным образованием или без профессионального образования, но со стажем работы в лаборатории не менее 6 мес, освоившие методику.

7 Условия выполнения измерений

7.1 При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха (22±5) °С ;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст);
- влажность воздуха не более 80% при 25 °С;
- напряжение в сети (220±10) В;
- частота переменного тока (50±1) Гц.

8 Отбор и хранение проб

Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05-85 и ГОСТ Р 51592-2000. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04-81 и ГОСТ Р 51592-2000. Для измерения pH пробу воды из пробоотборного устройства отбирают после отбора проб для определения растворенного кислорода и сероводорода. Если измерение pH нельзя провести немедленно, пробу воды сифоном переливают в полиэтиленовый сосуд вместимостью 50-100 см³, заполняя его до краев, и герметично закрывают. Определение pH должно быть выполнено не позднее 2 ч после отбора пробы. Пробы, отобранные в зимний период на малозагрязненных участках водных объектов, допускается хранить в течение суток в холодном месте. Перед тем, как открывать пробку флакона для измерения pH следует довести температуру пробы до того значения, которое она имела в момент отбора.

Пробу воды для измерения удельной электрической проводимости отбирают аналогичным образом. Срок хранения пробы до анализа не должен превышать 24 ч.

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Приготовление растворов и реактивов для градуировки pH-метра

9.1.1 Дистиллированная вода, свободная от CO₂

1,5 дм³ дистиллированной воды кипятят 20 мин, быстро охлаждают и закрывают колбу пробкой. Используют в день приготовления.

9.1.2 Насыщенный раствор хлорида калия

60 г хлорида калия растворяют в 200 см³ дистиллированной воды при 50-60 °С и охлаждают раствор до комнатной температуры.

Используют для заполнения вспомогательного (хлорсеребряного) электрода.

9.1.3 Образцовые буферные растворы из стандарт-титров

Образцовые буферные растворы, имеющие значения pH 3,56; 4,01; 6,86; 9,18 при температуре 25 °С готовят в соответствии с инструкцией по применению стандарт-титров.

При отсутствии стандарт-титров буферные растворы готовят в соответствии с 9.1.4-9.1.6.

9.1.4 Буферный раствор с pH 4,01

5,1055 г предварительно высушенного при 110 °С до постоянной массы гидрофталата калия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют и доводят объем до метки дистиллированной водой. При 25 °С этот раствор имеет pH 4,01.

9.1.5 Буферный раствор с pH 6,86

0,6805 г дигидрофосфата калия и 0,710 г гидрофосфата натрия, предварительно высушенных до постоянной массы при 110 °С, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в свободной от СО₂ дистиллированной воде (9.1.1) и доводят объем до метки той же водой. При 25 °С этот раствор имеет pH 6,86.

9.1.6 Буферный раствор с pH 9,18

1,907 г тетрабората натрия, предварительно выдержанного в течение нескольких суток в эксикаторе над бромидом натрия, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в свободной от СО₂ дистиллированной воде и доводят объем до метки той же водой. При 25 °С этот раствор имеет pH 9,18.

Все буферные растворы хранят в герметично закрытых полиэтиленовых сосудах в холодильнике не более 3 мес.

9.2 Приготовление растворов и реактивов для градуировки кондуктометра

9.2.1 Градуировочный раствор хлорида калия, 0,1 моль/дм³

3,7280 г хлорида калия, предварительно высушенного до постоянной массы при 105 °С, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют и доводят объем раствора до метки свежеприготовленной бидистиллированной водой.

9.2.2 Градуировочный раствор хлорида калия, 0,01 моль/дм³

Отбирают 25 см³ раствора хлорида калия с концентрацией 0,1 моль/дм³, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и доводят объем раствора до метки свежеприготовленной бидистиллированной водой.

Градуировочный раствор хлорида калия с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ хранят в плотно закрытом полиэтиленовом сосуде не более 6 мес; раствор с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³ - не более 3 мес.

Удельные электрические проводимости градуировочных растворов хлорида калия с концен-трацией 0,1 и 0,01 моль/дм³ при (25±5) °С составляют соответственно 12890 и 1412 мкСм/см.

9.3 Подготовка приборов, измерительного и вспомогательного электродов и ячейки к работе, градуировка

Подготовку pH-метра (иономера), измерительного стеклянного и вспомогательного электродов, кондуктометра, ячейки (датчика) к работе и их градуировку осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации приборов и паспортами на электроды.

Для измерения удельной электрической проводимости поверхностных вод суши в большинстве случаев пригодны ячейки, константы которых находятся в пределах 0,8-1,5. Для измерения удельной электрической проводимости вод с очень низкой минерализацией следует использовать ячейки с константой от 0,1 до 0,5, с высокой минерализацией - до 10.

10 Выполнение измерений

10.1 Измерение pH

Электроды тщательно ополаскивают дистиллированной водой, удаляют остатки воды промокая их фильтровальной бумагой, опускают в анализируемую пробу, и через 1-3 мин (после установления постоянного значения) записывают показания прибора. Повторяют измерения через 1 мин. За величину pH принимают среднюю величину из двух измерений, отличающихся не более, чем на 0,05 ед. pH.

Если pH-метр не снабжен термокомпенсатором, одновременно следует измерить температуру пробы воды. При выполнении измерений при температуре, отличающейся от 25 °С более чем на ±5 °С, следует проводить ручную компенсацию температуры в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

10.2 Измерение удельной электрической проводимости

Измерительную ячейку (датчик) ополаскивают дистиллированной водой, затем дважды анализируемой пробой воды и выполняют измерение удельной электрической проводимости в соответствии с инструкцией по эксплуатации используемого кондуктометра и ячейки. Если в приборе нет термокомпенсатора, ячейку с пробой воды выдерживают 10 мин в термостате при 25 °С или измеряют действительную температуру пробы и вводят температурную поправку в результат измерения удельной электрической проводимости. Для каждой пробы проводят не менее двух параллельных измерений.

При измерении удельной электрической проводимости вод, загрязненных склонными к адсорбции органическими соединениями (жиры, масла, синтетические поверхностно-активные вещества и т.п.), после каждого измерения электроды должны быть промыты органическим растворителем (ацетоном, хлороформом, спиртом) и дистиллированной водой.

Если проводят измерение удельной электрической проводимости окрашенных вод, содержащих значительные количества гумусовых веществ, целесообразно использовать гладкие платиновые (а не платинированные) электроды.

11 Вычисление и оформление результатов измерений

11.1 За величину рН принимают показания, считываемые с индикатора прибора.

11.2 Если измерение удельной электрической проводимости проведено при температуре $(25 \pm 0,1) ^\circ\text{C}$, ее величину \mathcal{V} , мкСм/см, считывают с индикатора прибора. Если в приборе нет температурной компенсации или нет возможности термостатировать пробу, величину удельной электрической проводимости рассчитывают по формуле

$$\mathcal{V} = \mathcal{V}_t \cdot f, \quad (1)$$

где \mathcal{V}_t - величина удельной электрической проводимости при температуре измерения, мкСм/см;

f - температурная поправка (Приложение А).

Если прибор градуирован в других единицах, результат измерения необходимо перевести в микросименс на сантиметр.

11.3 Результаты измерений рН в документах, предусматривающих их использование, представляют в виде:

$$\text{pH} \pm \Delta, (P=0,95), \quad (2)$$

где рН - среднее арифметическое значение двух результатов, разность между которыми не превышает предела повторяемости r (0,06 ед. рН).

11.4 Результаты измерений удельной электрической проводимости \mathcal{V} в документах, предусматривающих их использование, представляют в виде:

$$\mathcal{V} \pm \Delta, \text{ мкСм/см}, (P=0,95), \quad (3)$$

где \mathcal{V} - среднее арифметическое значение двух результатов, разность между которыми не превышает предела повторяемости r ($2,77 \sigma_r$);

$\pm \Delta$ - границы погрешности измерений (таблица 1).

При этом указывают действительную температуру измерения, если проводилась автоматическая или математическая коррекция результата.

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

12 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

12.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости).

12.2 Контроль повторяемости осуществляется для каждого из результатов параллельных измерений. Сравнивают абсолютное расхождение между двумя результатами измерений r_K с пределом повторяемости r равным $2,77 \cdot \sigma_r$.

12.3 Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным, если выполняется условие

$$r_K \leq r. \quad (4)$$

12.4 При невыполнении условия (4) процедуру контроля повторяют с использованием второй контрольной пробы. При повторном невыполнении условия (4) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам и устраняют их.

12.5 Периодичность оперативного контроля и процедуры контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Температурная поправка f результата измерения удельной электрической проводимости

Температура, °C	Десятые доли °C									
	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0	1,918	1,912	1,906	1,899	1,893	1,887	1,881	1,875	1,869	1,863
1	1,857	1,851	1,845	1,840	1,834	1,828	1,822	1,817	1,811	1,805
2	1,800	1,794	1,788	1,783	1,777	1,772	1,766	1,761	1,756	1,750
3	1,745	1,740	1,734	1,729	1,724	1,719	1,713	1,708	1,703	1,698
4	1,693	1,688	1,683	1,678	1,673	1,666	1,663	1,658	1,653	1,648
5	1,643	1,638	1,634	1,629	1,624	1,619	1,615	1,610	1,605	1,601
6	1,596	1,590	1,587	1,582	1,578	1,573	1,569	1,564	1,560	1,555
7	1,551	1,547	1,542	1,538	1,534	1,529	1,525	1,521	1,516	1,512
8	1,508	1,504	1,500	1,496	1,491	1,487	1,483	1,479	1,475	1,471
9	1,467	1,463	1,459	1,455	1,451	1,447	1,443	1,439	1,436	1,432
10	1,428	1,424	1,420	1,416	1,413	1,409	1,405	1,401	1,398	1,394
11	1,390	1,387	1,383	1,379	1,376	1,372	1,369	1,365	1,362	1,358
12	1,354	1,351	1,347	1,344	1,341	1,337	1,334	1,330	1,327	1,323
13	1,320	1,317	1,313	1,310	1,307	1,303	1,300	1,297	1,294	1,290
14	1,287	1,284	1,281	1,278	1,274	1,271	1,268	1,265	1,262	1,259
15	1,256	1,253	1,249	1,246	1,243	1,240	1,237	1,234	1,231	1,228
16	1,225	1,222	1,219	1,216	1,214	1,211	1,208	1,205	1,202	1,199
17	1,196	1,193	1,191	1,188	1,185	1,182	1,179	1,177	1,174	1,171
18	1,168	1,166	1,163	1,160	1,157	1,155	1,152	1,149	1,147	1,144
19	1,141	1,139	1,136	1,134	1,131	1,128	1,126	1,123	1,121	1,118
20	1,116	1,113	1,111	1,108	1,105	1,103	1,101	1,098	1,096	1,093
21	1,091	1,088	1,086	1,083	1,081	1,079	1,076	1,074	1,071	1,069
22	1,067	1,064	1,062	1,060	1,057	1,055	1,053	1,051	1,048	1,046
23	1,044	1,041	1,039	1,037	1,035	1,032	1,030	1,028	1,026	1,024
24	1,021	1,019	1,017	1,015	1,013	1,011	1,008	1,006	1,004	1,002
25	1,000	0,998	0,996	0,994	0,992	0,990	0,987	0,985	0,983	0,981
26	0,979	0,977	0,975	0,973	0,971	0,969	0,967	0,965	0,963	0,961
27	0,959	0,957	0,955	0,953	0,952	0,950	0,948	0,946	0,944	0,942
28	0,940	0,938	0,936	0,934	0,933	0,931	0,929	0,927	0,925	0,923
29	0,921	0,920	0,918	0,916	0,914	0,912	0,911	0,909	0,907	0,905
30	0,903	0,902	0,900	0,898	0,896	0,895	0,893	0,891	0,889	0,888
31	0,886	0,884	0,883	0,881	0,879	0,877	0,876	0,874	0,872	0,871
32	0,869	0,867	0,865	0,864	0,863	0,861	0,859	0,858	0,856	0,854
33	0,853	0,851	0,850	0,848	0,846	0,845	0,843	0,842	0,840	0,839
34	0,837	0,835	0,834	0,832	0,831	0,829	0,828	0,826	0,825	0,823
35	0,822	0,820	0,819	0,817	0,816	0,814	0,813	0,811	0,810	0,806

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО МЕЖГОСУДАРСТВЕННОЙ СТАНДАРТИЗАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Оценивание метрологических характеристик с использованием эталонов и образцовых средств измерений

State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials. Evaluation of metrological characteristics with the use of measurement standards and reference devices

МКС 17.020

Дата введения — 2004—07—01

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—97 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о рекомендациях

1 РАЗРАБОТАНЫ Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ) Госстандарта России

2 ВНЕСЕНЫ Госстандартом России

3 ПРИНЯТЫ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 22 от 6 ноября 2002 г.)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Госстандарт России
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узгосстандарт
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 26 января 2004 г. № 32-ст РМГ 53—2002 введены в действие непосредственно в качестве рекомендаций по метрологии Российской Федерации с 1 июля 2004 г.

5 ВВЕДЕНЫ ВПЕРВЫЕ

1 Область применения

Настоящие рекомендации распространяются на стандартные образцы (СО) состава и свойств веществ и материалов и определяют алгоритм оценки метрологических характеристик СО с использованием эталонов (первичных и вторичных) и образцовых средств измерений (далее — эталоны).

2 Нормативные ссылки

В настоящих рекомендациях использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты: ГОСТ 8.381—80 Государственная система обеспечения единства измерений. Эталоны. Способы выражения погрешностей

ГОСТ 8.531—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности

Примечание — При пользовании настоящими рекомендациями целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящими рекомендациями следует руководствоваться измененным (замененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие положения

3.1 Эталоны, применяемые для аттестации СО, должны иметь действующие (непросроченные) свидетельства об аттестации или поверке, содержащие характеристики погрешности в соответствии с ГОСТ 8.381.

3.2 Для аттестации СО предпочтительно применять такую методику выполнения измерений (далее — МВИ), чтобы можно было пренебречь методическими погрешностями. Если этого достигнуть невозможно, то в характеристиках погрешности метода аттестации должны быть учтены погрешности эталона, а также погрешности, связанные с реализацией конкретной МВИ.

3.3 В процессе аттестации СО с использованием эталонов оценивают следующие метрологические характеристики СО:

- аттестованное значение СО;
- погрешность аттестованного значения СО;
- характеристику однородности.

Примечание — В случае применения СО в условиях, отличных от условий его аттестации, необходимо дополнительно оценить функции влияния СО или его дополнительные погрешности, что должно быть предусмотрено методикой аттестации СО. Функции влияния СО не оценивают, если условия аттестации СО соответствуют условиям его применения.

3.4 При выборе конкретных эталонов для определения аттестованных значений СО в общем случае следует руководствоваться соотношениями:

$$\Theta \leq \Delta_{\text{доп}} \text{ и } S \leq 1,2\Delta_{\text{доп}}, \quad (1)$$

где Θ и S — соответственно характеристики неисключенной систематической и случайной составляющих погрешности эталона, нормируемых, как правило, раздельно;

$\Delta_{\text{доп}}$ — предел допускаемой погрешности аттестованного значения СО.

Примечание — Если для нахождения оценок аттестованных значений СО используют МВИ, для которой известны аналогичные составляющие погрешности, то указанные соотношения распространяются на соответствующие погрешности МВИ.

В зависимости от номенклатуры метрологических характеристик СО используют различные планы получения экспериментальных результатов и алгоритмы их обработки. В общем случае оценки аттестованных значений СО могут быть определены многократными наблюдениями аттестуемой характеристики в конкретном экземпляре СО, а также по схеме однофакторного дисперсионного анализа — при одновременной аттестации нескольких проб (экземпляров) СО.

3.5 В случае, когда оценивают только аттестованное значение СО и его погрешность, принимают план проведения измерений по 4.1.

Если оценивают все метрологические характеристики СО, перечисленные в 3.3, то измерения проводят по схеме однофакторного дисперсионного анализа в соответствии с 4.2.

3.6 Измерения при аттестационных исследованиях проводят в соответствии с правилами выполнения измерений на эталоне или в соответствии с МВИ, рекомендуемой разработчиком СО и учитывающей правила применения соответствующего эталона.

4 Обработка результатов

4.1 Оценка аттестованного значения СО

4.1.1 В случае оценивания с использованием эталона только аттестованного значения СО характеристику неоднородности СО σ_n в соответствии с ГОСТ 8.531 оценивают предварительно. При поэкземплярной аттестации СО характеристику неоднородности не определяют и в дальнейших расчетах принимают $\sigma_n = 0$.

4.1.2 Общее число наблюдений J , необходимых для оценки аттестованного значения СО методом многократных наблюдений, определяют исходя из значений характеристик систематической и случайной составляющих погрешности эталона и неоднородности материала СО.

Для оценки минимального числа наблюдений J рассчитывают допускаемое значение случайной составляющей погрешности D по формуле

$$D = \sqrt{\Delta_{\text{доп}}^2 - \Theta^2 - 4\sigma_n^2}, \quad (2)$$

где $\Delta_{\text{доп}}$ — предел допускаемой погрешности аттестованного значения СО;

Θ — характеристика неисключенной систематической погрешности эталона;

σ_n — характеристика неоднородности СО.

Число наблюдений J определяют по таблице 1 в зависимости от значений величин $\xi = \Theta/D$ и $\eta = S/D$.

В случае, когда составляющие погрешности эталона не нормируют отдельно и погрешность эталона Δ , задана в виде границ $\pm\Delta$, для оценки аттестованного значения СО проводят не менее трех наблюдений, а погрешность $\pm\Delta$, рассматривают как неисключенную систематическую погрешность эталона.

Таблица 1 — Число наблюдений J при аттестации СО методом многократных наблюдений

η	ξ							
	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0
0,2	3	3	3	3	3	3	3	4
0,3	3	3	3	3	3	4	4	4
0,4	3	4	4	4	4	4	5	9
0,5	3	4	4	4	4	5	6	12
0,6	4	4	4	4	4	6	8	15
0,7	4	5	5	6	6	7	9	20
0,8	4	5	5	6	6	9	11	26
0,9	5	5	6	7	8	10	14	33
1,0	6	7	8	9	10	11	15	41
1,10	8	8	9	9	10	13	17	49
1,20	9	9	9	10	12	15	20	58

4.1.3 Для оценки аттестованного значения СО возможны два варианта проведения наблюдений:

- вариант 1 — все результаты наблюдений получают, используя одну пробу (экземпляр) материала СО;

- вариант 2 — все результаты наблюдений получают, используя разные пробы (экземпляры) материала СО.

4.1.4 Вычисляют по полученным в соответствии с одним из вариантов 4.1.3 результатам X_1, X_2, \dots, X_j среднеарифметическое значение \bar{X}

$$\bar{X} = \frac{1}{J} \sum_{j=1}^J X_j \quad (3)$$

и стандартное отклонение результатов S_e

$$S_e = \sqrt{\frac{1}{J-1} \sum_{j=1}^J (X_j - \bar{X})^2} . \quad (4)$$

4.1.5 При проведении наблюдений по схеме варианта 1 оценку S_e сравнивают со значением характеристики случайной составляющей погрешности S . Если $S_e \leq S$, то все полученные результаты можно использовать для оценки аттестованного значения и его погрешности.

В противном случае ($S_e > S$) выясняют причину больших расхождений между результатами, при необходимости исключают резко различающиеся результаты, проводят взамен их дополнительные наблюдения, и повторяют операции 4.1.4 и 4.1.5.

При проведении наблюдений по схеме варианта 2 оценку S_e сравнивают с величиной

$$S_M = \sqrt{S^2 + \sigma_n^2} , \quad (5)$$

где S_M — оценка допускаемого значения стандартного отклонения результатов наблюдений для данного материала СО;

S и σ_n — стандартные отклонения случайной составляющей погрешности эталона и неоднородности материала СО.

Если $S_e \leq S_M$, то все полученные результаты можно использовать для оценки аттестованного значения СО.

В противном случае ($S_e > S_M$) выясняют причину больших расхождений между результатами, при необходимости исключают резко различающиеся результаты, проводят взамен их дополнительные наблюдения, и повторяют операции 4.1.4 и 4.1.5.

В случае, когда заданы только границы погрешности эталона $\pm \Delta_3$, размах результатов наблюдений не должен превышать $2\Delta_3$.

Стандартное отклонение случайной составляющей погрешности аттестованного значения СО S_A оценивают в зависимости от варианта наблюдений по формулам:

- для варианта 1

$$S_A = \sqrt{\frac{S_e^2}{J} + \sigma_n^2} ; \quad (6)$$

- для варианта 2

$$S_A = \sqrt{\frac{S^2}{J} + \sigma_n^2} ; \quad (7)$$

В случае, когда аттестованное значение СО оценивают по результату однократного наблюдения, S_A - принимают равным σ_n .

4.2 Оценка аттестованного значения и характеристики неоднородности СО

В случае, когда оценивают аттестованное значение и характеристику неоднородности СО, выраженную стандартным отклонением погрешности от неоднородности σ_n , результаты наблюдений получают и обрабатывают по схеме однофакторного дисперсионного анализа следующим образом.

4.2.1 Отбирают от всего материала СО случайным образом N проб и проводят J наблюдений значения аттестуемой характеристики СО в каждой пробе, получая результаты наблюдений X_{nj} .

Число проб N определяют в зависимости от значений $\beta = \Delta_{\text{доп}}/S$ и числа наблюдений в каждой пробе по таблице 2.

Таблица 2 — Число отбираемых проб N

Интервал значений для β	Число наблюдений в каждой пробе J						
	2	3	4	5	6	7	8
До 1,5	90	40	25	18	15	12	11
Св. 1,5 до 2,1 включ.	52	27	19	15	13	—	—
Св. 2,1 до 3,0 включ.	31	18	13	12	—	—	—
Св. 3,0 до 4,2 включ.	19	12	11	—	—	—	—
Св. 4,2	12	—	—	—	—	—	—

4.2.2 Результаты наблюдений X_{nj} записывают по форме, представленной в таблице 3.

В первой колонке таблицы — номер пробы, в последующих J колонках в каждой n строке — результаты наблюдения (результаты j -го наблюдения для n -й пробы), средний результат X_n , вычисленный по формуле

$$X_n = \frac{1}{J} \sum_{j=1}^J X_{nj}, \quad (8)$$

и размах R_n , вычисленный по формуле

$$R_n = X_{n, \max} - X_{n, \min}, \quad (9)$$

где $X_{n, \max}$ и $X_{n, \min}$ — наибольший и наименьший результаты для n -й пробы. Полученные значения X_n и R_n записывают в последние колонки таблицы 3.

Таблица 3 — Форма представления результатов наблюдений

Номер пробы n	Номер наблюдения j				Средний результат X_n	Размах R_n
	1	2	...	J		
1	X_{11}	X_{12}	...	X_{1J}	X_1	R_1
2	X_{21}	X_{22}	...	X_{2J}	X_2	R_2
...
n	X_{n1}	X_{n2}	...	X_{nJ}	X_n	R_n
...
N	X_{N1}	X_{N2}	...	X_{NJ}	X_N	R_N

4.2.3 Вычисляют среднеарифметическое \bar{X} всех результатов наблюдений

$$\bar{X} = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N X_n, \quad (10)$$

средний размах \bar{R}

$$\bar{R} = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N R_n \quad (11)$$

и квадрат стандартного отклонения \overline{SS}_h средних результатов по пробам

$$\overline{SS}_h = \frac{1}{N-1} \sum_{n=1}^N (X_n - \bar{X})^2. \quad (12)$$

Стандартное отклонение результатов наблюдений S_e оценивают по среднему размаху по формуле

$$S_e = a(J)\bar{R}, \quad (13)$$

где коэффициент $a(J)$ в зависимости от значения J находят по таблице 4.

Таблица 4 — Коэффициент $a(J)$ для оценки стандартного отклонения по размаху

J	$a(J)$	J	$a(J)$	J	$a(J)$	J	$a(J)$	J	$a(J)$	J	$a(J)$
2	0,89	4	0,48	6	0,39	8	0,35	10	0,32	12	0,31
3	0,59	5	0,43	7	0,37	9	0,34	11	0,32		

4.2.4 Сравнивают для вычисления характеристики неоднородности величины \overline{SS}_h и S_e^2/J .

Если $\overline{SS}_h > S_e^2/J$, то характеристику неоднородности σ_n вычисляют по формуле

$$\sigma_n = \sqrt{\overline{SS}_h - S_e^2/J}. \quad (14)$$

В противном случае ($\overline{SS}_h < S_e^2/J$) σ_n вычисляют по формуле

$$\sigma_n = \frac{1}{3} S_e. \quad (15)$$

4.2.5 Стандартное отклонение случайной составляющей погрешности аттестованного значения СО S_{λ} оценивают по формуле

$$S_{\lambda} = \sqrt{\sigma_n^2 + \frac{S_e^2}{N(J-1)}}, \quad (16)$$

где σ_n и S_e оценивают в соответствии с 4.2.4 и 4.2.3.

5 Оценка метрологических характеристик СО

5.1 Аттестованное значение СО \hat{A} оценивают как среднеарифметическое всех результатов, вычисленное по формуле (3) или (10) в зависимости от способа обработки результатов.

Примечание — В случае, когда аттестованное значение определяют по результату однократного наблюдения X , в дальнейших расчетах принимают $\hat{A} = X$, $\Theta = \Delta$, и $S_{\hat{A}} = \sigma_n$.

5.2 Границу случайной составляющей погрешности аттестованного значения СО ε для доверительной вероятности $P = 0,95$ оценивают по формуле

$$\varepsilon = 2S_{\hat{A}}. \quad (17)$$

5.3 Проводят анализ соотношения характеристик неисключенной систематической и случайной составляющих погрешности, вычисляя для этого отношение

$$\gamma = \frac{\Theta}{S_{\hat{A}}}. \quad (18)$$

В зависимости от значения γ получают следующие оценки погрешности метода установления аттестованного значения СО — $\Delta_{\hat{A}}$.

Если $\gamma < 0,8$, то систематической составляющей погрешности эталона пренебрегают и принимают за $\Delta_{\hat{A}}$ границу случайной составляющей погрешности аттестованного значения СО ε , вычисленную по формуле (17)

$$\Delta_{\hat{A}} = \varepsilon. \quad (19)$$

Если $\gamma > 8$, то случайной погрешностью пренебрегают и принимают за $\Delta_{\hat{A}}$ неисключенную систематическую составляющую погрешности эталона

$$\Delta_{\hat{A}} = \Theta. \quad (20)$$

Если $0,8 \leq \gamma \leq 8$, то $\Delta_{\hat{A}}$ вычисляют по формуле

$$\Delta_{\hat{A}} = b(\gamma)(\Theta + \varepsilon), \quad (21)$$

где коэффициент $b(\gamma)$ для доверительной вероятности 0,95 находят в зависимости от значения γ по таблице 5.

Таблица 5 — Значения коэффициента $b(\gamma)$

γ	$b(\gamma)$	γ	$b(\gamma)$	γ	$b(\gamma)$
0,8	0,76	3	0,73	6	0,79
1	0,74	4	0,76	7	0,80
2	0,71	5	0,78	8	0,81

Ключевые слова: стандартные образцы, аттестованное значение СО, погрешность аттестованного значения СО, эталоны, аттестация СО

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО МЕЖГОСУДАРСТВЕННОЙ СТАНДАРТИЗАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений ХАРАКТЕРИСТИКИ ГРАДУИРОВОЧНЫЕ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ СОСТАВА И СВОЙСТВ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Методика выполнения измерений с использованием стандартных образцов

**State system for ensuring the uniformity of measurements.
Calibration characteristics of means of measurement of composition and
properties
of substances and materials. Measurement procedure with the use
of reference materials**

МКС 17.020

Дата введения 2004-07-01

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0-92 "Межгосударственная система стандартизации. Основные положения" и ГОСТ 1.2-97 "Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены"

Сведения о рекомендациях

1 РАЗРАБОТАНЫ Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ) Госстандарта России

2 ВНЕСЕНЫ Госстандартом России

3 ПРИНЯТЫ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол N 22 от 6 ноября 2002 г.)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 044-97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации	
Беларусь	BY	Госстандарт Беларусь	Республики
Казахстан	KZ	Госстандарт Казахстан	Республики
Киргизия	KG	Кыргызстандарт	
Молдова	MD	Молдова-Стандарт	
Российская Федерация	RU	Госстандарт России	
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт	
Туркменистан	TM	Главгосслужба "Туркменстандартлары"	
Узбекистан	UZ	Узстандарт	
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины	

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 26 января 2004 г. N 32-ст РМГ 54-2002 введены в действие непосредственно в качестве рекомендаций по метрологии Российской Федерации с 1 июля 2004 г.

5 ВВЕДЕНЫ ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящим рекомендациям публикуется в указателе (каталоге) "Национальные стандарты", а текст этих изменений - в информационных указателях "Национальные стандарты". В случае пересмотра или отмены настоящих рекомендаций соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе "Национальные стандарты"

1 Область применения

Настоящие рекомендации содержат методику выполнения измерений (далее - МВИ) градуировочных характеристик (далее - ГХ) средств измерений состава и свойств веществ и материалов (далее - СИ).

ГХ СИ определяют по экспериментальным данным, полученным с использованием стандартных образцов (далее - СО).

МВИ, представленные в настоящих рекомендациях, применимы в случае, когда аттестованное значение СО и значение соответствующего сигнала СИ связаны линейной зависимостью либо когда зависимость между этими величинами может быть приведена к линейной.

Алгоритмы оценки ГХ СИ могут быть применимы при использовании для градуировки аттестованных смесей или градуировочных растворов.

2 Нормативные ссылки

В настоящих рекомендациях использована ссылка на следующий межгосударственный стандарт:

ГОСТ 8.315-97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

Примечание - При пользовании настоящими рекомендациями целесообразно проверить действие ссылочного стандарта по указателю "Национальные стандарты", составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящими рекомендациями следует руководствоваться измененным (замененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие положения

3.1 Градуировку СИ с помощью СО выполняют с целью установить зависимость между выходным сигналом СИ I и воспроизводимой СО аттестованной характеристикой A .

3.2 Для градуировки СИ используют комплекты СО, допущенные к применению в порядке, установленном ГОСТ 8.315.

Предпочтительно для градуировки использовать комплекты СО, число СО в которых N не менее пяти.

3.3 Аттестованные значения A_n экземпляров СО, входящих в комплект СО, должны быть распределены приблизительно равномерно в диапазоне измерения градуируемого СИ.

3.4 Диапазон аттестованных значений СО в комплекте должен совпадать с диапазоном измерения градуируемого СИ.

3.5 Состав и структура материала СО должны быть как можно более близкими к составу и структуре проб материала, контролируемого с использованием градуируемых СИ.

4 Подготовка к измерениям, условия их проведения и процедура

4.1 Подготовку проб СО и СИ к проведению измерений осуществляют в соответствии с описанием процедуры измерений с учетом требований инструкции по применению СО и эксплуатационных документов на градуируемое СИ.

4.2 Условия проведения измерений должны соответствовать нормальным условиям применения, установленным в эксплуатационных документах на СИ.

4.3 Стандартное отклонение значений выходного сигнала градуируемого СИ должно быть известно из эксплуатационных документов на СИ до проведения градуировки СИ либо значение входного сигнала должно быть оценено в процессе градуировки СИ.

4.4 Число единичных измерений (наблюдений) выходного сигнала I для каждого СО должно быть не менее пяти.

Если в процессе градуировки оценивают среднее стандартное отклонение значений выходного сигнала, то число измерений увеличивают до 10-15. Число измерений для всех экземпляров СО должно быть одинаково.

4.5 По результатам измерения значений выходного сигнала I_{nj} для каждого n -го СО вычисляют среднеарифметическое значение выходного сигнала \bar{I}_n :

$$\bar{I}_n = \frac{1}{J} \sum_{j=1}^J I_{nj}, \quad (1)$$

где J - число измерений каждого n -го СО.

4.6 Полученные среднеарифметические значения выходных сигналов I и аттестованные значения СО A наносят на график и по методике в соответствии с приложением А выбирают вид преобразования исходных данных $y = f(I)$ и $x = g(A)$ для получения линейной ГХ.

5 Обработка результатов измерений

5.1 После выбора вида преобразования в соответствии с 4.6 вычисляют значения новых переменных:

$$x_n = g(A_n), \quad (2)$$

где $g(A_n)$ - функция преобразования исходных данных аттестованного значения n -го СО;

$$y_{nj} = f(I_{nj}), \quad (3)$$

где $f(I_{nj})$ - функция преобразования исходных данных выходного сигнала n -го СО.

5.2 Вычисляют стандартные отклонения S_{x_n} величин x_n по формуле

$$S_{x_n} = \frac{|g'(A)|\Delta_{A_n}}{\sqrt{3}}, \quad (4)$$

где значения производной $g'(A)$ берут при $A = A_n$;

Δ_{A_n} - погрешность аттестованного значения n -го СО.

5.3 Вычисляют среднеарифметические значения \bar{y}_n величин y_{nj} по формуле

$$\bar{y}_n = \frac{1}{J} \sum_{j=1}^J y_{nj} \quad (5)$$

для $n = 1, \dots, N$.

5.4 Если стандартное отклонение выходного сигнала СИ S_{I_n} известно, то стандартное отклонение S_{y_n} величины y в n -й точке оценивают по формуле

$$S_{y_n} = |f'(I)|S_{I_n}, \quad (6)$$

где значение производной $f'(I)$ берут при $I = \bar{I}_n$;

S_{I_n} - стандартное отклонение выходного сигнала в n -й точке.

В случае, когда неизвестно стандартное отклонение величины I в n -й точке, S_{y_n} оценивают по формуле

$$S_{y_n} = \sqrt{\frac{1}{J-1} \sum_{j=1}^J (y_{nj} - \bar{y}_n)^2}. \quad (7)$$

5.5 Записывают полученные результаты преобразования исходных данных и характеристики их погрешностей в таблицу по форме таблицы 1.

Таблица 1 - Исходные данные для построения ГХ

x_n	S_{x_n}	y_{nj}	\bar{y}_n	S_{y_n}	γ_n
x_1	S_{x1}	$y_{11}, y_{12}, +, y_{1I}$	\bar{y}_1	S_{y1}	γ_1
+	+	+	+	+	+
+	+	+	+	+	+
+	+	+	+	+	+
x_N	S_{xN}	$y_{N1}, y_{N2}, +, y_{Ni}$	\bar{y}_N	S_{yN}	γ_N

5.6 Для сравнения погрешностей исходных данных вычисляют отношения относительных стандартных отклонений γ_n по формуле

$$\gamma_n = \frac{S_{x_n} |\bar{y}_n|}{S_{y_n} |x_n|}. \quad (8)$$

Результаты вычислений записывают в последнюю колонку таблицы 1.

5.7 Вычисляют среднеарифметическое значение относительных стандартных отклонений $\bar{\gamma}$ по формуле

$$\bar{\gamma} = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N \gamma_n. \quad (9)$$

5.8 Выбирают в зависимости от соотношения погрешностей величин x_n и y_n , т.е. в зависимости от значения $\bar{\gamma}$, алгоритмы построения ГХ исходя из следующего:

- если $\bar{\gamma} \leq 0,4$, то ГХ определяют в соответствии с 6.2;
- в случае, когда имеются значимые погрешности измерения величин x_n и y_n , т.е. если $\bar{\gamma} > 0,4$, то ГХ определяют в соответствии с 6.3.

6 Построение линейной ГХ

6.1 Построение линейной ГХ сводят к оценке коэффициентов a и b в уравнении вида

$$y = a + bx. \quad (10)$$

Алгоритм оценки коэффициентов ГХ и вид ГХ выбирают в зависимости от соотношений погрешностей величин x_n и y_n по 5.8.

6.2 Построение ГХ методом наименьших квадратов

В случае, когда погрешности аттестованных значений СО (или переменной x) незначимы по сравнению с погрешностями измерения выходных сигналов ($\gamma \leq 0,4$), ГХ строят в виде, задаваемом уравнением (10). Коэффициенты a и b и их погрешности вычисляют следующим образом.

По исходным данным из таблицы 1 вычисляют сумму S_ω обратных величин дисперсии преобразованного выходного сигнала

$$S_\omega = \sum_{n=1}^N \frac{1}{S_{y_n}^2} \quad (11)$$

и для каждого среднеарифметического значения \bar{y}_n его вес ω_n

$$\omega_n = \frac{\left(\frac{1}{S_{y_n}^2} \right)}{S_\omega}. \quad (12)$$

Вычисляют среднеарифметические значения \bar{x} и \bar{y} по формулам:

$$\bar{x} = \sum_{n=1}^N \omega_n x_n, \quad (13)$$

$$\bar{y} = \sum_{n=1}^N \omega_n \bar{y}_n. \quad (14)$$

ГХ определяют в виде уравнения (10).

Коэффициенты b и a вычисляют по формулам:

$$b = \frac{\sum_{n=1}^N \omega_n \bar{y}_n (x_n - \bar{x})}{\sum_{n=1}^N \omega_n (x_n - \bar{x})^2}, \quad (15)$$

$$a = \bar{y} - b\bar{x}. \quad (16)$$

Стандартные отклонения S_b и S_a коэффициентов b и a вычисляют по формулам:

$$S_b = \frac{1}{\sqrt{S_\omega \sum_{n=1}^N \omega_n (x_n - \bar{x})^2}}, \quad (17)$$

$$S_a = \sqrt{\frac{1}{S_{\omega}} + S_b^2 \bar{x}^2}. \quad (18)$$

6.3 Построение ГХ методом усреднения оценок

В случае, когда имеются значимые погрешности измерения величин x_n и y_n ($\bar{\gamma} > 0,4$), коэффициенты a и b в уравнении (10) оценивают следующим образом.

Образуют из N точек таблицы 1 $(x_1, \bar{y}_1) \dots (x_N, \bar{y}_N)$ все возможные пары различных точек $(x_i, \bar{y}_i), [x_j, \bar{y}_j]$ (для $i, j = 1, \dots, N$ и $i \neq j$). Число таких пар точек

$$L = \frac{N(N-1)}{2}.$$

Проводят через каждую пару точек прямую линию

$$y = a_{ij} + b_{ij}x. \quad (19)$$

Коэффициенты b_{ij} и a_{ij} определяют по формулам:

$$b_{ij} = \frac{y_i - y_j}{x_i - x_j}, \quad (20)$$

$$a_{ij} = y_i - b_{ij}x. \quad (21)$$

Полученные по формулам (20) и (21) коэффициенты упорядочивают по возрастанию:

$$b_{(1)} \leq b_{(2)} \dots \leq b_{(L)}, \quad (22)$$

$$a_{(1)} \leq a_{(2)} \dots \leq a_{(L)}. \quad (23)$$

В качестве оценки коэффициента b в уравнении (10) принимают медиану ряда (22), вычисленную по формуле

$$b = \begin{cases} b_{\left(\frac{L+1}{2}\right)} & \text{для нечетных } L, \\ \frac{b_{\left(\frac{L}{2}\right)} + b_{\left(\frac{L}{2}+1\right)}}{2} & \text{для четных } L. \end{cases} \quad (24)$$

Аналогично коэффициент a оценивают как медиану ряда (23)

$$a = \begin{cases} a_{\left(\frac{L+1}{2}\right)} & \text{для нечетных } L, \\ \frac{a_{\left(\frac{L}{2}\right)} + a_{\left(\frac{L}{2}+1\right)}}{2} & \text{для четных } L. \end{cases} \quad (25)$$

Погрешности Δ_a и Δ_b коэффициентов a и b вычисляют по формулам:

$$\Delta_b = \frac{b_{(S)} - b_{(R)}}{2}, \quad (26)$$

$$\Delta_a = \frac{a_{(S)} - a_{(R)}}{2}, \quad (27)$$

где порядковые номера R и S членов рядов (23) и (22) определяют по формулам:

$$R = \left[\frac{L}{2} - \sqrt{L} - 0,5 \right] + 1, \quad (28)$$

$$S = L - R + 1. \quad (29)$$

7 Вычисление результатов измерений и оценка их погрешностей

7.1 При использовании ГХ для получения значения входной величины A по значению выходного сигнала I поступают следующим образом. Вычисляют по измеренному значению выходного сигнала I значение величины

$$y = f(I) \quad (30)$$

и по ГХ вычисляют значение величины x по формуле

$$x = \frac{y - a}{b}. \quad (31)$$

По значению величины x определяют значение величины A , используя обратное преобразование величины x .

$$A = g^{-1}(x), \quad (32)$$

где $g^{-1}(x)$ функция, обратная функции $x = g(A)$, использованная при преобразовании величины A в соответствии с 4.6.

7.2 Оценивают стандартное отклонение S_x величины x по формуле

$$S_x = \frac{1}{|b|} \sqrt{S_y^2 + S_a^2 + S_b^2 x^2}, \quad (33)$$

где S_y - стандартное отклонение величины y , оценивают в соответствии с 5.4, а значения стандартного отклонения величины $a - S_a$ и стандартного отклонения величины $b - S_b$, оценивают в зависимости от метода построения ГХ.

Если коэффициенты a и b были определены при построении ГХ методом наименьших квадратов в соответствии с 6.2, то S_a и S_b оценивают по формулам (18) и (17).

В случае, когда коэффициенты a и b были определены при построении ГХ методом усреднения оценок в соответствии с 6.3, то S_a и S_b оценивают по формулам:

$$S_a = \frac{\Delta_a}{\sqrt{3}}, \quad (34)$$

$$S_b = \frac{\Delta_b}{\sqrt{3}}. \quad (35)$$

7.3 Стандартное отклонение S_A измеряемой в соответствии с 7.1 величины A оценивают по формуле

$$S_A = \frac{1}{|g'(A)|} S_x, \quad (36)$$

где значение производной g' взято при A , определенной по формуле (32), и значение S_x вычислено по формуле (33).

7.4 Погрешность Δ_A измеряемой по ГХ величины A оценивают для заданной вероятности P по формуле

$$\Delta_A = z_P S_A, \quad (37)$$

где z_P - квантиль стандартного нормального распределения, соответствующий заданной вероятности P .

8 Проверка линейности ГХ

8.1 Линейность ГХ предварительно проверяют на основе анализа расположения экспериментальных точек плоскости (x, y) относительно построенной ГХ $y = a + bx$.

Если отклонения от ГХ экспериментальных точек носят случайный характер, то выбор линеаризующих преобразований проведен правильно и полученная линейная ГХ адекватно отражает зависимость между величинами x и y .

Проверку случайности отклонений экспериментальных точек от ГХ (проверку линейности) проводят в случае, когда ГХ оценивают методом наименьших квадратов (6.2) в соответствии с критерием 8.2.

В случае оценки ГХ методом усредненных оценок (6.3) линейность ГХ проверяют в соответствии с критерием 8.3.

8.2 Проверку линейности ГХ, построенной методом наименьших квадратов по формулам (15) и (16), проводят следующим образом.

Вычисляют взвешенную сумму Q_{y_1} квадратов отклонения расчетных значений \hat{y}_n , вычисленных по формуле

$$\hat{y}_n = a + bx_n, \quad (38)$$

от средних значений \bar{y}_n , вычисленных по формуле (5),

$$Q_{y_1} = I \sum_{n=1}^N \omega_n (y_n - \hat{y}_n)^2, \quad (39)$$

где коэффициенты ω_n вычислены по формуле (12).

Вычисляют взвешенную сумму Q_{y_0} квадратов отклонений y_{nj} от среднеарифметических значений \bar{y}_n .

$$Q_{y_0} = \sum_{n=1}^N \sum_{j=1}^J \omega_n (y_{nj} - \bar{y}_n)^2. \quad (40)$$

Вычисляют отношение средних квадратов отклонений V_y :

$$V_y = \frac{N(I-1)Q_{y_1}}{(N-2)Q_{y_0}}, \quad (41)$$

где N - число точек при построении ГХ.

Сравнивают полученное значение V_y со значением квантиля F -распределения из таблицы Б.1 приложения Б со степенями свободы $V_1 = N-2$ и $V_2 = N(I-1)$.

Если $V_y \leq F(V_1, V_2)$, то принимают гипотезу о линейности ГХ. В противном случае следует найти другое линеаризующее преобразование переменных.

8.3 Проверку линейности ГХ, построенной методом усреднения оценок по формулам (24) и (25), проводят следующим образом.

Если отклонения экспериментальных точек (x_n, \bar{y}_n) от ГХ изменяются закономерным образом, то это дает основание считать выбор вида линейного преобразования не совсем удачным. Вычисляют сумму Q_{x_1} квадратов относительных отклонений расчетных значений \hat{x}_n , определенных по формуле

$$\hat{x}_n = \frac{\bar{y}_n - a}{b}, \quad (42)$$

от значений x_n

$$Q_{x_1} = \sum_{n=1}^N \frac{(x_n - \hat{x}_n)^2}{x_n^2}. \quad (43)$$

Вычисляют сумму относительных стандартных отклонений Q_{x_0} :

$$Q_{x_0} = \sum_{n=1}^N \frac{S_{x_n}^2}{x_n^2}, \quad (44)$$

где S_{x_n} определяют по формуле (4), а x_n - по формуле (2).

Вычисляют отношение V_x квадратов стандартных отклонений:

$$V_x = \frac{NQ_{x_1}}{(n-2)Q_{x_0}}. \quad (45)$$

Сравнивают полученное значение V_x со значением квантиля F -распределения из таблицы Б.1 приложения Б со степенями свободы $V_1 = N - 2$ и $V_2 = N$.

Если $V_x \leq F(V_1, V_2)$, то принимают гипотезу о линейности ГХ. В противном случае следует найти другое линеаризующее преобразование переменных.

Приложение А
(рекомендуемое)

Виды преобразований для получения линейной зависимости

Из практики построения ГХ для СИ известны несколько наиболее распространенных преобразований переменных I и A , позволяющих сводить исходные монотонные нелинейные функции $I = F(A)$ к нелинейной зависимости вида

$$y = a + bx, \quad (\text{A.1})$$

где

$$y = f(I), \quad (\text{A.2})$$

$$x = g(A). \quad (\text{A.3})$$

Функции $f(I)$ и $g(A)$ выбирают из некоторого множества монотонных зависимостей таким образом, чтобы получить линейную зависимость

$$f(I) = a + bg(A), \quad (\text{A.4})$$

хорошо согласующуюся с экспериментальными результатами.

Преобразования $f(I)$ и $g(A)$ называются линеаризующими.

В таблице А.1 указаны некоторые рекомендуемые виды таких линеаризующих преобразований.

Таблица А.1 - Виды исходных зависимостей $I = F(A)$ и рекомендуемых линеаризующих преобразований

Исходная зависимость $I = F(A)$	Линеаризующее преобразование	
	$x = g(A)$	$y = f(I)$
<p>1 Дробно-линейные</p> $I = a + b/A$ $I = 1/(a + bA)$ $I = A/(a + bA)$	$x = 1/A$ $x = A$ $x = 1/A$	$y = I$ $y = 1/I$ $y = 1/I$
<p>2 Показательные</p> $I = ae^{bA}$ $I = ae^{b/A}$	$x = A$ $x = 1/A$	$y = \ln I$ $y = \ln I$
<p>3 Степенная</p> $I = aA^b, b < > 1$	$x = \ln A$	$y = \ln I$
<p>4 Логарифмическая</p> $I = a + b \ln A$	$x = \ln A$	$y = I$

В некоторых случаях можно применить следующую процедуру выбора линеаризующих преобразований. Откладывают в системе координат A и I точки с экспериментальными значениями $\{A_n, \bar{I}_n\}$, и через них приближенно проводят от руки или с помощью лекала гладкую кривую $I = \hat{F}(A)$. Выбирают две достаточно отдаленные опорные точки A' и A'' . Это могут быть крайние значения A_n либо средние значения, либо медианы крайних точек. Находят по значениям A' и A'' соответствующие значения I' и I'' . Например, если опорные точки A' и A'' выбирают как крайние (т.е. A' равно наименьшему, а A'' - наибольшему значениям величин $\{A_n\}$), то I' и I'' выбирают как соответствующие им крайние значения из величин $\{\bar{I}_n\}$.

Вычисляют по опорным точкам три вида средних:

- арифметическое $A_a = \frac{A' + A''}{2}, I_a = \frac{I' + I''}{2},$

- геометрическое $A_g = \sqrt{A' \cdot A''}, I_g = \sqrt{I' \cdot I''},$

- гармоническое $A_h = \frac{2 \cdot A' \cdot A''}{A' + A''}$, $I_h = \frac{2 \cdot I' \cdot I''}{I' + I''}$.

Находят по построенной кривой $I = \hat{F}(A)$ в точках A_a , A_g , A_h значения $\hat{I}_a = \hat{F}(A_a)$, $\hat{I}_g = \hat{F}(A_g)$ и $\hat{I}_h = \hat{F}(A_h)$. Вычисляют по формулам первой колонки таблицы А.2 значения разностей ε_i которые приводят во второй колонке.

Таблица А.2 - Выбор вида ГХ и преобразования исходных данных

Формула для вычисления ε_i	Значение ε_i^*	Вид ГХ	Преобразование исходных данных	
			$x = g(A)$	$y = f(I)$
$ \hat{I}_a - I_a $	ε_1	$a + bx$	$x = A$	$y = I$
$ \hat{I}_a - I_g $	ε_2	$I = ae^{bA}$	$x = A$	$y = \ln I$
$ \hat{I}_a - I_h $	ε_3	$1/(a + bA)$	$x = A$	$y = 1/I$
$ \hat{I}_g - I_a $	ε_4	$a + b \ln A$	$x = \ln A$	$y = I$
$ \hat{I}_g - I_g $	ε_5	aA^b	$x = \ln A$	$y = \ln I$
$ \hat{I}_h - I_a $	ε_6	$a + b/A$	$x = 1/A$	$y = I$
$ \hat{I}_h - I_h $	ε_7	$A/(a + bA)$	$x = 1/A$	$y = 1/I$

* Индекс i означает номер преобразования исходных данных.

Из таблицы А.2 выбирают вид ГХ и преобразование исходных данных по номеру преобразования исходных данных i , для которого значение ε_i , оказалось наименьшим. Например, если наименьшим оказалось значение ε_5 , то выбирают вид ГХ aA^b и преобразование переменных $x = \ln A$ и $x = \ln I$. Если имеется несколько значений ε_i близких минимальному, то испытывают несколько видов ГХ, соответствующих этим значениям ε_i .

Приложение Б
(рекомендуемое)

Таблица Б.1 - Верхние доверительные границы F -распределения для $P=0,95$
(V_2 - число степеней свободы числителя; V_1 - число степеней свободы знаменателя)

V_2	V_1									
	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20
5	5,51	5,19	5,05	4,95	4,88	4,82	4,77	4,74	4,62	4,56
6	4,76	4,53	4,39	4,28	4,21	4,15	4,10	4,06	3,94	3,87
7	4,35	4,12	3,97	3,87	3,79	3,73	3,68	3,64	3,51	3,44
8	4,07	3,84	3,69	3,58	3,50	3,44	3,39	3,35	3,22	3,15
9	3,86	3,63	3,48	3,37	3,29	3,23	3,18	3,14	3,01	2,94
10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,14	3,07	3,02	2,98	2,85	2,77
11	3,59	3,36	3,20	3,09	3,01	2,95	2,90	2,85	2,72	2,65
12	3,49	3,26	3,11	3,00	2,91	2,85	2,80	2,75	2,62	2,54
13	3,41	3,18	3,08	2,92	2,83	2,77	2,71	2,67	2,53	2,46
14	3,34	3,11	2,96	2,85	2,76	2,70	2,65	2,60	2,46	2,39
15	3,29	3,06	2,90	2,79	2,71	2,64	2,59	2,54	2,40	2,33
16	3,24	3,01	2,85	2,74	2,66	2,59	2,54	2,49	2,35	2,28
17	3,20	2,96	2,81	2,70	2,61	2,55	2,49	2,45	2,31	2,23
18	3,16	2,93	2,77	2,66	2,58	2,51	2,46	2,41	2,27	2,19
19	3,13	2,90	2,74	2,63	2,54	2,48	2,42	2,38	2,23	2,16
20	3,10	2,87	2,71	2,60	2,51	2,45	2,39	2,35	2,20	2,12
21	3,07	2,84	2,68	2,57	2,49	2,42	2,37	2,32	2,18	2,10
22	3,05	2,82	2,66	2,55	2,46	2,40	2,34	2,30	2,15	2,07
23	3,03	2,80	2,64	2,53	2,44	2,37	2,32	2,27	2,13	2,05

24	3,01	2,78	2,62	2,51	2,42	2,35	2,30	2,25	2,11	2,03
27	2,96	2,73	2,57	2,46	2,37	2,31	2,25	2,20	2,06	1,97
30	2,92	2,69	2,53	2,42	2,33	2,27	2,21	2,16	2,01	1,93
40	2,84	2,61	2,45	2,34	2,25	2,18	2,12	2,08	1,92	1,84
60	2,76	2,53	2,37	2,25	2,17	2,10	2,04	1,99	1,84	1,75
120	2,68	2,45	2,29	2,17	2,09	2,02	1,96	1,91	1,75	1,66
∞	2,60	2,37	2,21	2,10	2,01	1,94	1,88	1,83	1,67	1,57

Текст документа сверен по:
официальное издание
М.: ИПК Издательство стандартов, 2004

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

Статистические методы

РУКОВОДСТВО ПО ИСПОЛЬЗОВАНИЮ ОЦЕНОК ПОВТОРЯЕМОСТИ, ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ И ПРАВИЛЬНОСТИ ПРИ ОЦЕНКЕ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Statistical methods. Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation

ОКС 03.120.30

Дата введения 2007-06-01

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. N 184-ФЗ "О техническом регулировании", а правила применения национальных стандартов Российской Федерации - ГОСТ Р 1.0-2004 "Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения"

Сведения о рекомендациях по стандартизации

1 ПОДГОТОВЛЕНЫ Открытым акционерным обществом "Научно-исследовательский центр контроля и диагностики технических систем" (ОАО НИЦ КД) и Техническим комитетом по стандартизации ТК 125 "Статистические методы в управлении качеством продукции" на основе собственного аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕНЫ Управлением развития, информационного обеспечения и аккредитации Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 декабря 2006 г. N 319-ст

4 Настоящие рекомендации являются идентичными по отношению к международному стандарту ИСО/ТУ 21748:2004 "Руководство по использованию оценок повторяемости, воспроизводимости и правильности при оценке неопределенности измерений" (ISO/TS 21748:2004 "Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation").

Наименование настоящих рекомендаций изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5-2004 (подраздел 3.5).

При применении настоящих рекомендаций рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении А

5 ВВЕДЕНА ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящих рекомендаций, изменениях и поправках к ним, а также тексты изменений и поправок публикуются в информационном указателе "Национальные стандарты"

Введение

Знание неопределенности, связанной с результатами измерений, является важным для интерпретации результатов. Без количественных оценок неопределенности невозможно решить, превышают ли наблюдаемые отклонения результатов экспериментальную изменчивость, соответствуют ли объекты испытаний установленным требованиям. Без информации о неопределенности существует риск неверного толкования результатов, а неправильные решения могут привести к ненужным расходам при производстве, неправильным судебным выводам, неблагоприятным последствиям для здоровья или неблагоприятным социальным последствиям.

Лаборатории, аккредитованные в соответствии с ИСО/МЭК 17025:2005 "Общие требования к компетентности испытательных и поверочных лабораторий", обязаны оценивать неопределенность результатов измерений и испытаний и составлять соответствующий отчет. Руководство GUM (Guide to the expression of uncertainty in measurement), изданное ИСО, основано на принятом стандартном подходе. Однако оно относится к ситуации, когда известна модель процесса измерений. Очень широкий диапазон стандартных методов испытаний может быть подвергнут совместному исследованию в соответствии с ИСО 5725-2:1994. Настоящие рекомендации устанавливают соответствующие методы оценки неопределенности результатов измерений и испытаний, основанные на принципах GUM при анализе общих данных.

Общий подход, используемый в настоящих рекомендациях, требует, чтобы:

- оценки повторяемости, воспроизводимости и правильности метода, полученные при совместном исследовании в соответствии с ИСО 5725-2:1994, могли быть получены по опубликованной информации об использовании метода испытаний. Эти оценки позволяют получать внутрилабораторные и межлабораторные составляющие неопределенности, а также оценку неопределенности результатов, связанную с правильностью метода;

- лаборатория подтвердила на основе проверок присущих ей смещения и прецизионности, что выполнение ею метода испытаний совместимо с установленными требованиями к методу испытаний. Это подтверждает, что

опубликованные данные согласуются с результатами измерений и испытаний, полученными лабораторией;

- любые влияния на результаты измерений, которые не охвачены совместными исследованиями, были идентифицированы, а отклонения, вызванные этими воздействиями, определены количественно.

Оценку неопределенности определяют объединением оценок дисперсии, полученных в соответствии с GUM.

Для контроля полного понимания метода разброс результатов, полученных в совместном исследовании, часто полезно сравнивать с оценками неопределенности измерений, полученными с использованием процедур GUM. Такие сравнения будут более эффективны при использовании последовательных оценок одного и того же параметра, полученных на основе данных совместных исследований.

1 Область применения

Настоящие рекомендации дают руководство для:

- оценки неопределенности измерений на основе данных, полученных в результате исследований, проводимых в соответствии с ИСО 5725-2;

- сравнения результатов совместного исследования с неопределенностью измерений, полученной с использованием формальных принципов переноса неопределенности (см. раздел 14).

ИСО 5725-3 устанавливает дополнительные модели для анализа промежуточной прецизионности. Однако, хотя этот общий подход может быть применен к использованию расширенных моделей, оценка неопределенности с использованием этих моделей не включена в настоящие рекомендации.

Настоящие рекомендации применимы во всех областях измерений и испытаний, когда должна быть определена неопределенность результатов.

Настоящие рекомендации не описывают применение данных повторяемости в отсутствие данных воспроизводимости.

Настоящие рекомендации предполагают, что признанные значимыми систематические воздействия устранены или путем численной корректировки, включенной в метод измерений, или путем анализа и устранения причины воздействий.

Настоящие рекомендации содержат общее руководство. Представленный подход к оценке неопределенности применим для многих целей, однако возможно применение других подходящих методов.

В общем случае информация, приведенная в настоящих рекомендациях, относительно результатов, методов и процессов измерений относится также к результатам, методам и процессам испытаний.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ИСО Руководство 33:2000 Использование стандартных образцов

ИСО/МЭК Руководство 43-1:1997 Проверка компетентности путем межлабораторных сравнений. Часть 1. Разработка и применение программ проверок компетентности лабораторий

ИСО 3534-1:1993 Статистика. Словарь и условные обозначения. Часть 1. Вероятность и основные статистические термины

ИСО 5725-1:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ИСО 5725-2:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ИСО 5725-3:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ИСО 5725-4:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

ИСО 5725-5:1998 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений

ИСО 5725-6:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ИСО/ТО 7871:1997 Контрольные карты кумулятивных сумм. Руководство по управлению качеством и анализу данных с помощью метода кумулятивных сумм

ИСО 8258:1991 Контрольные карты Шухарта

ИСО 10576-1:2003 Руководство по оценке соответствия установленным требованиям. Часть 1. Общие принципы

ИСО 11648-1:2003 Статистические аспекты выборочного контроля нештучной продукции. Часть 1. Общие принципы

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ИСО 5725-3, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 смещение (bias): Разность между математическим ожиданием результатов наблюдений* и принятым опорным значением.

* Применительно к настоящим рекомендациям под наблюдениями следует понимать испытания и измерения.

Примечание - Смещение - общая систематическая ошибка* в противоположность случайной ошибке. Может быть один или более компонентов, образующих систематическую ошибку. Большее систематическое смещение от принятого значения соответствует большему значению смещения.

* Применительно к измерениям под ошибкой следует понимать "погрешность".

[ИСО 3534-1]

3.2 суммарная стандартная неопределенность (combined standard uncertainty) $u(y)$: Стандартная неопределенность результата измерений, полученного через значения нескольких других величин, равная положительному квадратному корню из суммы членов, представляющих собой дисперсии или ковариации этих других величин, взятых с весами, соответствующими степени влияния этих величин на результат измерений.

(GUM [1])

3.3 коэффициент охвата (coverage factor) k : Числовой коэффициент, используемый как множитель суммарной стандартной неопределенности при определении расширенной неопределенности.

Примечание - Коэффициент охвата k находится обычно в диапазоне от 2 до 3.

(GUM [1])

3.4 расширенная неопределенность (expanded uncertainty) U : Величина, определяемая интервалом вокруг математического ожидания результатов измерений, охватывающим большую долю распределения значений, которые обоснованно могут быть приписаны измеряемой величине.

Примечания

1 Эта доля может быть определена через доверительную вероятность или уровень доверия интервала.

2 Чтобы связать определенный уровень доверия с интервалом расширенной неопределенности, необходимы предположения (в явной или неявной форме) о характере распределения вероятностей результатов измерений и их

суммарной стандартной неопределенности. Уровень доверия, который соответствует этому интервалу, может соответствовать действительности только в той степени, в какой могут быть справедливы предположения.

3 Расширенную неопределенность называют полной неопределенностью в рекомендациях [2] INC-1 (1980).

[GUM [1]]

3.5 прецизионность (precision): Близость между независимыми результатами наблюдений, полученными при определенных принятых условиях.

Примечания

1 Прецизионность зависит от распределения случайных ошибок и не связана ни с истинным, ни с заданным значениями.

2 Меру прецизионности обычно выражают в терминах рассеяния и вычисляют как стандартное отклонение результатов наблюдений. Малой прецизионности соответствует большое стандартное отклонение.

3 Независимость результатов наблюдений означает, что результаты получены таким образом, что отсутствует влияние предыдущих результатов на том же самом или аналогичном объекте наблюдений. Количественные меры прецизионности решающим образом зависят от принятых условий. Условия повторяемости и условия воспроизводимости являются разными степенями принятых условий.

[ИСО 3534-1]

3.6 повторяемость (repeatability): Прецизионность в условиях повторяемости, то есть в условиях, когда независимые результаты наблюдений получены одним методом на идентичных объектах наблюдений в одной лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного оборудования и за короткий интервал времени.

[ИСО 3534-1]

3.7 стандартное отклонение повторяемости (repeatability standard deviation): Стандартное отклонение результатов наблюдений, полученных в условиях повторяемости.

Примечания

1 Это мера рассеяния результатов наблюдений в условиях повторяемости.

2 Аналогично "дисперсию повторяемости" и "коэффициент вариации повторяемости" надо определять как меры рассеяния результатов наблюдений в условиях повторяемости.

[ИСО 3534-1]

3.8 воспроизводимость (reproducibility): Прецизионность в условиях воспроизводимости, то есть в условиях, когда результаты наблюдений получены одним методом на идентичных объектах наблюдений в различных лабораториях с разными операторами с использованием различного оборудования.

Примечание - Для обоснованного заявления воспроизводимости необходимые требования на изменения условий. Воспроизводимость представляют количественно через дисперсию результатов.

[ИСО 3534-1]

3.9 стандартное отклонение воспроизводимости (reproducibility standard deviation): Стандартное отклонение результатов наблюдений, полученных в условиях воспроизводимости.

Примечания

1 Это мера рассеяния распределения результатов наблюдений в условиях воспроизводимости.

2 Аналогично "дисперсию воспроизводимости" и "коэффициент вариации воспроизводимости" надо определять как меры рассеяния результатов наблюдений в условиях воспроизводимости.

[ИСО 3534-1]

3.10 стандартная неопределенность (standard uncertainty) $u(x_i)$: Неопределенность результатов измерений, выраженная в виде стандартного отклонения.

[GUM [1]]

3.11 правильность (trueness): Близость среднего значения, полученного на основании серии результатов наблюдений, к принятому опорному значению.

Примечание - Мету правильности обычно выражают в терминах смещения. Ссылка на правильность как "точность среднего" не рекомендуется.

[ИСО 3534-1]

3.12 неопределенность (измерения) (uncertainty): Параметр, связанный с результатом измерений, характеризующий рассеяние значений, которые обоснованно могут быть приписаны измеряемой величине.

Примечания

1 Параметром может быть, например, стандартное отклонение (или величина, кратная ему) или полуширина интервала, имеющего установленный уровень доверия.

2 Неопределенность измерений включает в себя в общем случае несколько составляющих. Некоторые из этих составляющих могут быть оценены по статистическим распределениям результатов серии измерений и охарактеризованы экспериментальным стандартным отклонением. Другие составляющие, которые также могут быть охарактеризованы стандартными отклонениями, оцениваются на основе предположений о распределении вероятностей, основанных на экспериментальной или другой информации.

3 Понятно, что результат измерений является лучшей оценкой измеряемой величины, а все составляющие неопределенности, включая те, которые являются результатом систематических воздействий, таких как поправки корректировки и эталоны, вносят свой вклад в рассеяние результатов.

[GUM [1]]

3.13 **бюджет неопределенности** (uncertainty budget): Список источников неопределенности с соответствующими им стандартными неопределенностями, собранный для определения суммарной стандартной неопределенности результата измерений.

Примечание - Список часто включает в себя дополнительную информацию, такую как коэффициент чувствительности (интенсивность изменения результатов в зависимости от величины воздействия на результат), степени свободы для каждой стандартной неопределенности и идентификацию средних, соответствующих каждой стандартной неопределенности, в терминах оценок типа A или типа B.

4 Обозначения

- a - коэффициент, указывающий отрезок, отсекаемый прямой на оси абсцисс в эмпирической функции $\hat{s}_R = a + bm$;
- B - лабораторная составляющая смещения;
- b - коэффициент наклона прямой в эмпирической функции $\hat{s}_R = a + bm$;
- c - коэффициент в эмпирической функции $\hat{s}_R = cm^d$;
- c_i - коэффициент чувствительности $\partial y / \partial x_i$;
- d - коэффициент показателя степени в эмпирической функции $\hat{s}_R = cm^d$;
- e - случайная погрешность результата измерений (остаточная ошибка);
- e_r - случайная погрешность результата измерений (остаточная ошибка) в условиях повторяемости;
- k - числовой коэффициент, используемый как множитель суммарной

стандартной неопределенности u при определении расширенной неопределенности U ;

- l - количество лабораторий;
- m - среднее измеряемой величины;
- N - количество составляющих, используемых в вычислениях неопределенности;
- n' - количество объединяемых составляющих при вычислении суммарной неопределенности в дополнение к совместно исследуемым данным;
- n_l - количество повторений на одном уровне лабораторией l ;
- n_r - количество повторений измерения;
- p - количество лабораторий;
- Q - количество объектов испытаний из большей (по количеству) партии;
- q - количество назначенных величин в соответствии с соглашением в процесс совместных исследований;
- r_{ij} - коэффициент корреляции x_i и x_j (изменяется от -1 до +1);
- s_b - стандартное отклонение, представляющее межгрупповую составляющую дисперсии;
- s_b^2 - межгрупповая составляющая дисперсии;
- s_D - оценочное или экспериментальное стандартное отклонение результатов наблюдений, полученных повторными измерениями на образце сравнения, используемом при контроле смещения;
- s_i - стандартное отклонение повторяемости с ν_i степенями свободы;
- s_{inh} - неопределенность, соответствующая неоднородности образца;
- s_{inh}^2 - составляющая дисперсии, соответствующая неоднородности образца;
- s_L - экспериментальное или оценочное межлабораторное стандартное отклонение;
- s_L - скорректированная неопределенность, соответствующая B , когда вклад зависит от выходной переменной;
- s_L^2 - оцениваемая дисперсия B ;

- s_x - внутрилабораторное стандартное отклонение;
- s_x [^] - скорректированная оценка внутрилабораторного стандартного отклонения, когда вклад зависит от выходной переменной;
- s_x^2 - оцениваемая дисперсия s_x ;
- s_R - оцениваемое стандартное отклонение воспроизводимости;
- s_R' - скорректированная оценка стандартного отклонения воспроизводимости;
- s_R [^] - скорректированное стандартное отклонение воспроизводимости, вычисленное по эмпирической модели, когда вклады зависят от выходной переменной;
- s_w - внутрилабораторное стандартное отклонение, полученное из повторных измерений или других повторных исследований;
- s_w^2 - внутригрупповая составляющая дисперсии (часто внутрилабораторная составляющая дисперсии);
- $s(\Delta_y)$ - лабораторное стандартное отклонение разностей при сравнении обычного метода с точным методом;
- x_i - i -е исходное значение при определении результата;
- x_i' - отклонение i -го исходного значения от номинального значения x ;
- x_j - j -е исходное значение при определении результата;
- $u(\delta)$ [^] - неопределенность, соответствующая δ , вызванная неопределенностью оценки δ , по измерениям исходного эталона или сравнения образца с сертифицированным значением μ [^];
- $u(\mu)$ [^] - неопределенность, соответствующая сертифицированному значению μ [^];
- $u(y)$ - суммарная стандартная неопределенность, соответствующая $y(u(y) = \sqrt{\sum_{i=1,n} c_i^2 u^2(x_i)}$);
- $u(Y)$ - суммарная неопределенность для результата $Y = f(y_1, y_2, \dots)$ ($u(Y) = \sqrt{\sum_i [c_i u(y_i)]^2}$);
- $u^2(y)$ - суммарная стандартная неопределенность, соответствующая y , выраженная через дисперсию*;

* В соответствии с GUM [1] $u^2(y)$ - суммарная дисперсия, соответствующая оценке Y выходной величины.

u_{inh} - неопределенность, соответствующая неоднородности выборки;

U - расширенная неопределенность, равная стандартной неопределенности u , умноженной на k ;

$U(y)$ - расширенная неопределенность y , когда $U(y) = ku(y)$ (k - коэффициент охвата);

y_i - результат испытаний i -го объекта точного метода при сравнении методов;

\hat{y}_i - результат испытаний i -го объекта от обычного метода испытаний при сравнении методов;

y_0 - заданное значение для проверки квалификации;

Δ - лабораторное смещение;

Δ_l - оценка смещения l -й лаборатории, равная среднему лаборатории m , минус сертифицированное значение $\hat{\mu}$;

$\bar{\Delta}_y$ - среднее смещение лаборатории при сравнении обычного метода с фиксированным;

δ - смещение, соответствующее используемому методу измерений;

$\hat{\delta}$ - оцененное или измеренное смещение;

μ - неизвестное математическое ожидание результата*;

* В соответствии с ГОСТ Р ИСО 5225.1 μ -истинное или принятое опорное значение измеряемой величины.

$\hat{\mu}$ - сертифицированное значение образца сравнения;

σ_0 - стандартное отклонение при проверке квалификации;

σ_D - истинное значение стандартного отклонения результатов, полученных повторными измерениями на образце сравнения, используемом для контроля смещения;

σ_L - межлабораторное стандартное отклонение; стандартное отклонение B ;

- σ_L^2 - дисперсия B ; межлабораторная дисперсия;
- σ_r - внутрилабораторное стандартное отклонение; стандартное отклонение e_r ;
- σ_r^2 - дисперсия e_r ; внутрилабораторная дисперсия;
- σ_w - стандартное отклонение внутри группы;
- σ_{w0} - стандартное отклонение, требуемое для адекватной работы ИСО Руководство 33;
- ν_{eff} - эффективная степень свободы для стандартного отклонения или неопределенности, соответствующей входному значению x_i ;
- ν_i - число степеней свободы.

5 Принципы

5.1 Отдельные результаты и свойства процесса измерений

5.1.1 Неопределенность измерений относят к отдельным результатам измерений. Повторяемость, воспроизводимость и правильность, напротив, относят к выполнению процесса измерений или испытаний. Для анализа в соответствии со всеми частями ИСО 5725 процесс измерений или испытаний является единым методом измерений, используемым всеми лабораториями, принимающими участие в исследовании. Следует заметить, что в настоящих рекомендациях под методом измерений понимают единственную детальную процедуру (как определено в Международном словаре основных и общих терминов в метрологии (VIM) [2]). Неявно в настоящих рекомендациях предполагается, что графики, отражающие выполнение процесса, полученные при исследовании метода, соответствуют всем отдельным результатам измерений, полученным с помощью процесса. Это предположение требует подтверждающих доказательств в виде данных соответствующего контроля качества и уверенности в качестве процесса измерений (раздел 7).

5.1.2 Ниже будет показано, что дополнительно может потребоваться учитывать различия между отдельными объектами испытаний. Однако в этом случае не нужно предпринимать индивидуальные и детальные исследования неопределенности для каждого объекта испытаний при наличии хорошо охарактеризованного и устойчивого процесса измерений.

5.2 Применение данных воспроизводимости

Применение данного документа основано на двух принципах:

- стандартное отклонение воспроизводимости, полученное при совместных исследованиях, является правомерной основой для оценки неопределенности измерений (см. 2.1);

- воздействия, не наблюдаемые в процессе совместных исследований, должны быть незначительными или явно учитываться. Последний принцип является расширением основной модели, используемой для совместных исследований (см. А.2.3).

5.3. Основные уравнения статистической модели

5.3.1 Статистическая модель, на которой основано данное руководство, сформулирована в виде уравнения:

$$y = \mu + \delta + B + \sum c_i x_i' + e, \quad (1)$$

где y - наблюдаемый результат, рассчитываемый по уравнению:
 $y = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$;

μ - неизвестное математическое ожидание;

δ - смещение, присущее методу измерений;

B - лабораторная составляющая смещения;

x_i' - отклонение от номинального значения x_i ;

c_i - коэффициент чувствительности, равный $\partial y / \partial x_i$;

e - остаточная ошибка.

Предполагается, что B и e подчиняются нормальному распределению с нулевым средним и дисперсиями σ_B^2 и σ_e^2 соответственно. Эти предположения формируют модель, используемую в ИСО 5725-2 для анализа совместных данных.

Так как наблюдаемые стандартные отклонения смещения метода δ , лабораторные смещения B и остаточные ошибки e являются полными мерами разброса в условиях совместного исследования, сумма $\sum c_i x_i'$ учитывает воздействия, которые вызывают отклонения, не включенные в δ , B или e , и, таким образом, эта сумма позволяет учесть влияние действий, которые не выполнялись в ходе совместных исследований.

Примерами таких действий являются следующие:

a) подготовка объекта испытаний, выполняемая практически для каждого испытываемого объекта, но выполненная до совместных исследований;

b) влияние подвыборки в случае, когда объекты, подвергаемые совместному исследованию, были гармонизированы до исследования. Предполагается, что x_i' подчиняются нормальному распределению с нулевым математическим ожиданием и дисперсией $u^2(x_i)$.

Пояснения для этой модели приведены в приложении А.

Примечание - Ошибка обычно определяется как разность между установленным значением и результатом измерений. В GUM [1] "ошибку" четко отличают от "неопределенности" (разброса значений). При оценке неопределенности, однако, важно характеризовать разброс значений, вызванный случайными воздействиями, и включать его в модель. Для представленных целей это достигается включением члена, характеризующего "ошибку" с нулевым математическим ожиданием, как в уравнении (1).

5.3.2 Учитывая модель, описываемую уравнением (1), неопределенность $u(y)$, связанную с наблюдениями, можно оценить, применяя уравнение:

$$u^2(y) = u^2(\hat{\delta}) + s_L^2 + \sum c_i^2 u^2(x_i) + s_r^2, \quad (2)$$

где s_L^2 - оценка дисперсии B ;

s_r^2 - оценка дисперсии ε ;

$u(\hat{\delta})$ - неопределенность, вызванная неопределенностью оценки δ , полученной на основе измерений исходного эталона или образца сравнения с сертифицированным значением μ ;

$u(x_i)$ - неопределенность, связанная с x_i .

Учитывая, что стандартное отклонение воспроизводимости s_R , задаваемое равенством $s_R^2 = s_L^2 + s_r^2$, можно заменить на $s_L^2 + s_r^2$, уравнение (2) можно привести к уравнению

$$u^2(y) = u^2(\hat{\delta}) + s_R^2 + \sum c_i^2 u^2(x_i). \quad (3)$$

5.4 Данные повторяемости

Данные повторяемости используют в настоящих рекомендациях прежде всего для проверки прецизионности, которая в соединении с другими тестами подтверждает, что конкретная лаборатория может применять данные воспроизводимости математического ожидания и правильности при оценке неопределенности. Данные повторяемости используют также при вычислении составляющей воспроизводимости в неопределенности (см. 7.3 и 11).

6 Оценка неопределенности с использованием оценок повторяемости, воспроизводимости и правильности

6.1 Процедура оценки неопределенности измерений

Принципы, на которых основаны настоящие рекомендации (см. 5.1), приводят к следующей процедуре оценки неопределенности измерений:

a) получение оценок повторяемости, воспроизводимости и правильности метода на основе опубликованной информации о методе;

b) проверка, не превышает ли лабораторное смещение, рассчитанное по измерениям на основе данных, полученных в соответствии с перечислением a);

c) проверка, не превышает ли прецизионность, полученная по текущим измерениям прецизионности, полученной на основе оценок повторяемости и воспроизводимости в соответствии с перечислением a);

d) идентификация любых воздействий на измерение, которые не были учтены в процессе исследований в соответствии с перечислением a), и определение количественной оценки отклонения, которое может вызывать эти воздействия, учитывая коэффициент чувствительности и неопределенности каждого воздействия;

e) объединение оценки воспроизводимости (перечисление a)) с неопределенностью соответствующей правильности (перечисления a) и b)) и результатами дополнительных воздействий (перечисление d)) для формирования оценки суммарной неопределенности, когда смещение и прецизионность находятся под контролем в соответствии с перечислениями b) и c).

Этапы этой процедуры описаны более подробно в разделах 7-11.

Примечание - В рекомендациях предполагается, что в случае, когда смещение является неконтролируемым, выполняют корректирующие действия, чтобы привести процесс в управляющую зону.

6.2 Различия между фактической прецизионностью и ее математическим ожиданием

Если фактическая прецизионность отличается от математического ожидания прецизионности, полученного на основе исследований в соответствии с перечислением a), соответствующие вклады в неопределенность должны быть учтены. В 8.5 описаны регуляторы оценок воспроизводимости для общего случая, когда прецизионность приближенно пропорциональна уровню отклика.

7 Установление соответствия данных выполнения метода результатам измерений для конкретного процесса измерений

7.1 Общие положения

Результатами совместного исследования являются s_R , s_Y и, в некоторых случаях, оценка смещения метода, которые формируют требования для

выполнения метода. При принятии метода для применения ожидается, что лаборатория продемонстрирует, что она выполняет эти требования. В большинстве случаев это достигается исследованиями, направленными на подтверждение контроля повторяемости (см. 7.3) и лабораторной составляющей смещения (см. 7.2), и постоянными проверками выполнения метода (контроль и обеспечение качества (см. 7.4)).

7.2 Демонстрация контролируемости лабораторной составляющей смещения

7.2.1 Общие требования

7.2.1.1 Лаборатория должна продемонстрировать, что ее смещение при выполнении метода находится под контролем, то есть лабораторная составляющая смещения не выходит за пределы смещения, полученного из совместных исследований. В следующих описаниях предполагается, что контроль смещения выполнен на материалах значениями, близкими к объектам исследования при обычных испытаниях. В тех случаях, когда материалы, используемые для проверки смещения, не имеют значений, близких к материалам, исследуемым при обычных испытаниях, итоговые вклады в неопределенность должны быть исправлены в соответствии с условиями 8.4 и 8.5.

7.2.1.2 В общем случае проверка лабораторной составляющей смещения сводится к сравнению лабораторных результатов с некоторыми эталонными значениями и представляет собой оценку \bar{B} . Уравнение (2) показывает, что неопределенность, связанная с изменениями \bar{B} , характеризуется s_L , непосредственно входящей в s_R . Однако, поскольку проверка смещения имеет собственную неопределенность, неопределенность сравнения в принципе увеличивает неопределенность результатов, получаемых при будущих применениях метода. По этой причине важно гарантировать, что неопределенность, связанная с проверкой смещения, мала по сравнению с s_R (в идеале меньше, чем $0,2s_R$) и, следовательно, соответствующее увеличение неопределенности является незначительным. В этом случае, если свидетельства чрезмерной лабораторной составляющей смещения не обнаружены, уравнение (3) применяют без изменений. Если неопределенность, связанная с проверкой смещения, является большой, разумно увеличивать неопределенность, оцененную на основе уравнения (3) (см. 3.13). Если на основе совместных исследований правильности известно, что метод имеет незначительное смещение, известное смещение метода следует учитывать при оценке лабораторного смещения, например, путем исправления результатов на известное смещение метода.

7.2.2 Методы демонстрации контролируемости лабораторной составляющей смещения

7.2.2.1 Общие положения

Контролируемость смещения может быть продемонстрирована одним из следующих методов. Последовательно одни и те же общие критерии

используются для всех тестов на смещение, приведенных в настоящих рекомендациях. Допускается использовать более строгие тесты и проверки.

7.2.2.2 Исследование образца сравнения или эталона стандартного метода измерений

Лаборатория l должна исполнить n_l повторных измерений на исходном эталоне в условиях повторяемости, чтобы получить оценку смещения на этом веществе Δ_l (равную среднему лаборатории m минус стандартное значение $\hat{\mu}$). При этом n_l следует выбирать так, чтобы неопределенность удовлетворяла неравенству $\sqrt{s_w^2/n_l} < 0,2s_R$. Следует заметить, что исходный эталон в общем случае не является тем же эталоном, который использовали при оценке правильности метода. Кроме того, Δ_l вообще не равно B . Следуя Руководству ИСО/МЭК 33 (с соответствующим изменением обозначений), процесс измерений выполняется адекватно, если

$$|\Delta_l| < 2\sigma_D. \quad (4)$$

Заменив σ_D на его приближение s_D в уравнении (4), получаем уравнение:

$$s_D^2 = s_L^2 + \frac{s_w^2}{n_l}, \quad (5)$$

где n_l - количество повторений лаборатории l ;

s_w - внутрилабораторное стандартное отклонение, полученное на основе n_l повторений или других исследований повторяемости;

s_L - межлабораторное стандартное отклонение.

Соответствие критерию, описываемому уравнением (4), является подтверждением того, что лабораторная составляющая смещения B находится в интервале значений, установленном при совместных исследованиях. Следует обратить внимание на то, что образец сравнения или эталон используют здесь для независимой проверки или в качестве контрольного вещества, а не для калибровки.

Примечания

1 Лаборатория может применять более строгий критерий, чем уравнение (4), используя коэффициент охвата менее 2 или выполняя альтернативный и более чувствительный тест на смещение.

2 Эти процедуры предполагают, что неопределенность, связанная с эталонным значением, мала по сравнению с σ_D .

7.2.2.3 Сравнения с заданным методом испытаний, обладающим известной неопределенностью

Лаборатория l должна проверить соответствующее количество n_l объектов испытаний, применяя заданный метод испытаний и метод, использованный лабораторией, получив, таким образом, n_l пар (y_i, \hat{y}_i) (y_i - результат применения заданного метода к i -му объекту, а \hat{y}_i - значение, полученное применением обычного метода испытаний для i -го объекта). Затем лаборатория должна вычислять соответствующее среднее смещение $\bar{\Delta}_y$, используя уравнение (6) и стандартное отклонение $s(\Delta_y)$ разностей:

$$\bar{\Delta}_y = \frac{1}{n_l} \sum_{i=1, n_l} (\hat{y}_i - y_i). \quad (6)$$

На практике значение n_l должно быть выбрано так, чтобы неопределенность удовлетворяла неравенству $\sqrt{s^2(\Delta_y)/n_l} < 0,2s_R$. По аналогии с уравнениями (4) и (5) процесс измерений удовлетворяет требованиям, если $\bar{\Delta}_y < 2s_D (s_D^2 = s_L^2 + s^2(\Delta_y)/n_l)$. В этом случае уравнение (3) используют без изменений.

Примечания

1 Лаборатория может выбирать более строгий критерий, чем уравнение (4), используя коэффициент охвата менее 2 или выполняя альтернативный и более чувствительный тест на смещение.

2 Эти процедуры предполагают, что неопределенность, связанная с эталонным методом, мала по сравнению с σ_D .

7.2.2.4 Сравнение с другими лабораториями при использовании того же метода

Если лаборатория l участвует в дополнительных совместных исследованиях (например, при проверке квалификации в соответствии с ИСО/МЭК Руководство 43-1), для которых она может оценивать смещение, эти данные можно использовать для контроля смещения. Есть два возможных варианта:

а) при выполнении испытаний используют эталон или образец сравнения с независимо назначенными значениями неопределенности. Затем применяют процедуру 7.2.2.2 без изменений;

б) проводят проверку соответствия $q(\geq 1)$ заданных значений y_1, y_2, \dots, y_q .
Лаборатории, чьи результаты представлены значениями $\hat{y}_1, \hat{y}_2, \dots, \hat{y}_q$, следует

рассчитать свое среднее смещение $\bar{\Delta}_y$ в соответствии с уравнением (7) и стандартное отклонение $s(\Delta_y)$ заданных значений.

$$\bar{\Delta}_y = \frac{1}{q} \sum_{i=1, q}^{\wedge} (y_i - y_i). \quad (7)$$

Процесс измерений удовлетворяет требованиям, если $\bar{\Delta}_y < 2s_D (s_D^2 = s_L^2 + s^2(\Delta_y)/q)$. В этом случае уравнение (3) используют без изменений.

Примечания

1 Эта процедура предполагает, что заданные значения основаны на количестве результатов, превышающем q , и обладают незначительной неопределенностью.

2 В некоторых схемах проверки квалификации все значения y_i преобразуют в z -множество $z_i = (y_i - y_0)/\sigma_0$ вычитанием заданного значения y_0 и делением на стандартное отклонение σ_0 (см. ИСО/МЭК Руководство 43-1). Если стандартное отклонение метода менее или равно s_R , среднее z -множества лежит между $\pm 2/\sqrt{q}$ для назначенного значения q . Это является достаточным свидетельством контролируемости смещения.

7.2.3 Выявление существенной лабораторной составляющей смещения

Как отмечено в разделе 1, настоящие рекомендации применимы только в тех случаях, когда лабораторная составляющая смещения находится под контролем. Если обнаружено чрезмерное смещение, предполагается, что будут предприняты действия для приведения смещения в границы требуемого диапазона до продолжения измерений. Такие действия обычно требуют проведения исследований и устранения причины смещения.

7.3 Верификация повторяемости

7.3.1 Испытательная лаборатория должна продемонстрировать, что ее повторяемость совместима со стандартным отклонением повторяемости, полученным при совместных исследованиях. Демонстрация достигается проведением анализа одного или более подходящих испытываемых материалов для получения (объединяя результаты при необходимости) стандартного отклонения повторяемости s_i с ν_i степенями свободы. Значения s_i необходимо сравнивать, используя F-тест с 95%-ным уровнем доверия, со стандартным отклонением повторяемости s_T , полученным при совместных исследованиях. На практике для получения $\nu_i \geq 15$ следует выполнять достаточно повторений.

7.3.2 Если s_i значительно больше s_T , лаборатория должна или идентифицировать и устранять соответствующие причины, или использовать s_i вместо s_T во всех оценках неопределенности, рассчитанных с использованием настоящих рекомендаций. Следует обратить внимание, что это вызывает

увеличение оценки стандартного отклонения повторяемости s_r , так как $s_R = \sqrt{s_L^2 + s_r^2}$ будет заменено на $s'_R = \sqrt{s_L^2 + s_i^2}$ (s'_R является скорректированной оценкой стандартного отклонения воспроизводимости). Наоборот, если s_i значительно меньше s_r , лаборатория может также использовать s_i вместо s_r , получая меньшую оценку неопределенности.

Во всех исследованиях прецизионности важно подтверждать, что данные свободны от неизвестных смещений, и проверять постоянство стандартного отклонения s_w для различных объектов испытаний. Если стандартное отклонение s_w непостоянно, может быть полезно оценить прецизионность отдельно для каждого различного класса объектов или построить общую модель (см. 8.5) для этой зависимости.

Примечание - Если требуется сравнение с заданным значением прецизионности, Руководство ИСО 33 более детально описывает соответствующий тест, основанный на $\chi_c^2 = \frac{s_w}{\sigma_{w0}}$. Здесь σ_{w0} соответствует требуемому значению прецизионности.

7.4 Постоянная верификация

Кроме предварительной оценки смещения и прецизионности, лаборатория должна принимать должные меры для гарантии того, что процедура измерений остается в состоянии статистического контроля. В частности, это включает следующее:

- соответствующий контроль качества, включая регулярные проверки смещения и прецизионности. Для этих проверок допускается использовать любые уместные устойчивые гомогенные объекты испытаний или материалы. Настоятельно рекомендуется использование контрольных карт (см. ИСО/ТО 7871 и ИСО 8258);

- меры по проверке качества, включая использование соответственно обученного и квалифицированного персонала, работающего в соответствующей системе качества.

8 Учет особенностей объекта испытаний

8.1 Общие положения

В совместных исследованиях или оценке промежуточных показателей прецизионности в соответствии с ИСО 5725-2 и ИСО 5725-3 обычно проводят измерения на гомогенных материалах или объектах небольшого количества типов. Это является обычной практикой для разделения подготовленных материалов. Однако объекты испытаний могут изменяться в широком диапазоне, что может требовать дополнительной обработки до испытаний. Например, образцы для экологических испытаний часто поставляют высушенными и гомогенизированными. Обычные образцы, как правило, являются влажными, неоднородными и грубо разделенными. Соответственно необходимо исследовать и, если необходимо, учитывать эти различия.

8.2 Отбор выборки

8.2.1 Процесс отбора выборки

Совместные исследования редко включают в себя этап отбора выборки. Если метод, использованный внутри лаборатории, включает в себя подвыборки или процедура оценивает свойство большого объема материала по маленькому образцу, то влияние отбора выборки необходимо исследовать. Может быть полезно обращаться к документации по отбору выборки, например к ИСО 11648-1 или другим стандартам.

8.2.2 Неоднородность

Неоднородность обычно исследуют экспериментально с применением дисперсионного анализа (ANOVA)* к нескольким объектам испытаний, для которых составляющая дисперсии s_{inh}^2 , описывающая разброс между объектами, характеризует неоднородность. Если после всех установленных действий по гомогенизации испытываемые материалы признаны существенно неоднородными, эту оценку дисперсии следует преобразовать непосредственно в стандартную неопределенность (то есть $u_{inh} = s_{inh}$). В некоторых обстоятельствах, особенно когда стандартное отклонение неоднородности найдено для выборки из Q объектов, взятой из партии, а средний результат будет применим к другим объектам партии, вклад неопределенности оценивают на основе предикционного интервала (то есть $u_{inh} = s_{inh} \sqrt{(Q+1)Q}$). Можно также теоретически оценивать воздействие неоднородности, используя знание процесса отбора выборки и предположений о распределении, соответствующем выборке.

* Принятая в международной практике аббревиатура для обозначения дисперсионного анализа (Analysis of Variance).

8.3 Подготовка и предварительная обработка выборки

В большинстве исследований образцы являются однородными и могут быть дополнительно стабилизированы до распределения. Могут потребоваться исследования, позволяющие учитывать воздействия специфических процедур предварительной обработки внутри лаборатории. Как правило, такие исследования устанавливают воздействие этой процедуры на результаты измерений на исследуемых материалах с приблизительно или точно установленными свойствами. Воздействием может быть изменение разброса или систематических воздействий. Существенные изменения разброса следует устранять прибавлением соответствующей составляющей к бюджету неопределенности (предполагая, что воздействия увеличивают разброс). Если выявлены существенные систематические воздействия, наиболее удобно устанавливать соответствующий верхний предел. Следуя рекомендациям GUM [1], этот предел можно рассматривать как границу прямоугольного или другого ограниченного симметричного распределения, а оценку стандартной неопределенности можно задавать в виде полуширины области изменений функции распределения, деленной на соответствующий коэффициент.

8.4 Изменение типа объекта испытаний

При необходимости следует исследовать неопределенность, являющуюся результатом изменения типа или состава объектов испытаний по сравнению с используемыми в совместных исследованиях. Как правило, подобные воздействия должны быть предсказаны на основе установленных воздействий, объемных свойств материала (которые дают оценку неопределенности, полученную в соответствии с GUM [1]) или исследованы введением систематических или случайных изменений типа или состава объектов испытаний (см. приложение В).

8.5 Изменение неопределенности в зависимости от уровня отклика

8.5.1 Корректировка s_R

Обычно некоторые или большая часть составляющих неопределенности измерений зависят от измеренного значения. ИСО 5725-2 рассматривает три простых случая, когда стандартное отклонение воспроизводимости для положительной величины m приближенно описывается одной из моделей

$$\hat{s}_R = bm; \quad (8)$$

$$\hat{s}_R = a + bm; \quad (9)$$

$$\hat{s}_R = cm^d, \quad (10)$$

где \hat{s}_R - откорректированная оценка стандартного отклонения воспроизводимости, рассчитанная по приближенной модели;

a , b , c и d - эмпирические коэффициенты, полученные на основе пяти или большего количества различных объектов испытаний с различными средними откликами m (a , b и c являются положительными).

При использовании уравнений (8)-(10) неопределенность должна основываться на оценке воспроизводимости, рассчитанной с использованием соответствующей модели.

В условиях 7.3 \hat{s}_R должен учитывать член s_Y , отражающий вклад повторяемости. Для большинства целей имеет место простое пропорциональное изменение \hat{s}_R .

$$s'_R = (a + bm) \frac{\sqrt{s_L^2 + s_i^2}}{\sqrt{s_L^2 + s_w^2}}, \quad (11)$$

где s'_R имеет то же самое значение, как и в 7.3.

8.5.2 Изменение других вкладов в неопределенность

В общем случае, если любая составляющая неопределенности изменяется в соответствии с измеренным откликом предсказуемым способом, соответствующая стандартная неопределенность u должна быть откорректирована соответственно.

Примечание - Если вклады в неопределенность прямо пропорциональны y , часто бывает удобно выражать все существенные воздействия в терминах мультипликативных воздействий на y , а всю неопределенность - в форме относительных стандартных отклонений.

9 Дополнительные факторы

Раздел 8 рассматривает главные факторы, которые обычно различаются в совместных исследованиях и обычных испытаниях. Возможно, что в специфических случаях могут проявляться другие воздействия. Это может быть вызвано тем, что контролируемые переменные случайно или преднамеренно были постоянными в течение совместного исследования, или тем, что полный диапазон условий, достижимых в обычной практике, не был охвачен при совместных исследованиях.

Воздействия факторов, которые считаются постоянными или которые изменяются недостаточно при совместных исследованиях, следует оценивать отдельно либо в процессе экспериментального изменения, либо в соответствии с прогнозом на основе теории. В тех случаях, когда воздействия являются существенными, неопределенность, связанную с соответствующими факторами, необходимо оценивать, регистрировать и объединять с другими вкладами обычным способом (то есть суммировать в соответствии с уравнением (3)).

10 Общее выражение для суммарной стандартной неопределенности

Уравнение (3), при необходимости использовать скорректированную оценку \hat{s}_R^2 вместо s_R^2 , для учета факторов, рассматриваемых в разделе 8, приводит к общему выражению (12) для оценки суммарной стандартной неопределенности $u(y)$ соответствующему результату y .

$$u^2(y) = \hat{s}_R^2 + u^2(\hat{\delta}) \sum_{i=1, n'} c_i^2 u^2(x_i). \quad (12)$$

Значение $u(\hat{\delta})$ подсчитывают в соответствии с уравнением (13), см. также уравнение (A.8).

$$u(\hat{\delta}) = s_\delta = \sqrt{\frac{\hat{s}_R^2 - (1 - 1/n) s_T^2}{p}}, \quad (13)$$

где p - количество лабораторий;

n - количество повторений в каждой лаборатории.

Переменная $u(B)$ не использована в уравнении (12), потому что неопределенность s_L , соответствующая B , уже включена s_R^2 . Индекс i охватывает воздействия, идентифицированные в разделах 8 и 9 (индексы изменяются от 1 до n'). Очевидно, что если воздействия и их неопределенности малы по сравнению с s_R , то ими можно пренебречь для большинства практических целей. Например, неопределенность менее $0,2s_R$ ведет к изменению менее чем на $0,02s_R$ оценки полной неопределенности.

11 Бюджет неопределенности, основанный на данных совместных исследований

Настоящие рекомендации используют только одну приведенную в уравнении (3) модель для описания результатов измерений или испытаний. Информацию, подтверждающую справедливость модели, можно получать из различных источников, но если неопределенность, соответствующая испытаниям, остается незначительной, используют уравнение (3). Однако есть несколько различных ситуаций, при которых уравнение (3) немного изменяется. Например, если параметры воспроизводимости или повторяемости зависят от отклика. Бюджет неопределенности, если неопределенность совсем не зависит от отклика в исследуемом диапазоне, приведен в таблице 1, а для случая, когда неопределенность зависит от отклика, - в таблице 2.

Таблица 1 - Составляющие неопределенности, не зависящие от отклика

Источник воздействия	Стандартная неопределенность ^a , соответствующая y	Комментарий
δ	$u(\delta)$	Используют, если смещение, выявленное при совместных исследованиях, устранено, а неопределенность является существенной
B	s_L	См. таблицу 2
e_T	s_T	Если среднее, полученное по n_T полных повторений метода ^b , применяют к объекту испытаний, неопределенность, соответствующая e_T , принимает вид - $s_T / \sqrt{n_T}$
x_i	$c_i u(x_i)$	См. раздел 8 и приложение В
^a Стандартная неопределенность измеряется в тех же единицах, что и y . ^b Метод может включать n_T повторений всего метода и любые предусмотренные повторения.		

Таблица 2 - Составляющие неопределенности, зависящие от отклика

Источник воздействия	Стандартная неопределенность ^{a,b} , соответствующая y	Комментарий
δ	$\left \frac{dy}{d\delta} \right u(\delta)$	Используют, только если выявленное при совместном исследовании смещение устранено, а неопределенность является существенной. (Производную используют, чтобы охватить случаи, когда устранение смещения не сводится к простому сложению или вычитанию)
B	$s_L = a_L + b_L m$	a_L и b_L - коэффициенты предполагаемой линейной зависимости между s_L и средним откликом m , аналогичной уравнению (9). Эта форма применима, только если установлена зависимость s_L от m . В противном случае используют комбинированную оценку, соответствующую B и e_Y таблицы 1
e	$s_Y = a_Y + b_Y m$	a_Y и b_Y - коэффициенты предполагаемой линейной зависимости между s_Y и средним откликом m , аналогичной уравнению (9). Если среднее, полученное по n_Y полных повторений метода, применяют к объекту испытаний, неопределенность, соответствующая e_Y , принимает вид - $s_Y / \sqrt{n_Y}$. Эта форма применима, только если установлена зависимость s_Y от m . В противном случае используют объединенную оценку, соответствующую B и e_Y из таблицы 1
B, e	$s_R = bm$ $s_R = a + bm$ $s_R = cm^d$	a и b - коэффициенты линейных отношений между s_R и средним откликом m , как определено в уравнениях (9) и (10). Эту объединенную оценку следует использовать вместо отдельных оценок B и e_Y (см. таблицу 1), когда отдельные зависимости s_L и s_Y от m не установлены
x_i	$c_i u(x_i)$	См. раздел 8 и приложение В

^a Стандартную неопределенность измеряют в тех же единицах, что и y .

^b Предполагается простая линейная зависимость, соответствующая уравнению (9).

^c Метод может включать n_Y повторений всего метода и любые предусмотренные повторения.

12 Оценка неопределенности комбинированного результата

12.1 Комбинированный результат формируют из совокупности результатов различных испытаний, каждый из которых охарактеризован совместными исследованиями. Например, вычисления по определению состава мяса обычно объединяют определением содержания белка (рассчитанного путем определения содержания азота), жира и влаги. При этом содержание каждого вещества определяют соответствующим стандартным методом.

12.2 Неопределенность $u(y_i)$ для каждого результата y_i может быть получена на основе принципов, приведенных в настоящих рекомендациях, или непосредственно используя уравнения (1) или (2) соответственно. Если величины y_i независимы, суммарную неопределенность $u(Y)$ для результата $Y = f(y_1, y_2, \dots)$ вычисляют по формуле

$$u(Y) = \sqrt{\sum_i [c_i u(y_i)]^2}. \quad (14)$$

Если y_i не являются независимыми, должны быть сделаны предположения относительно корреляции в соответствии с GUM [1] (также используют уравнение (A.2)).

13 Представление информации о неопределенности

13.1 Общие положения

Неопределенность может быть представлена в виде суммарной стандартной неопределенности $u(y)$ или суммарной расширенной неопределенности $U(y) = ku(y)$ (k - коэффициент охвата) (см. 13.2 и GUM [1]). Может быть удобно представить неопределенность в относительных величинах как коэффициент вариации или расширенную неопределенность, выражаемые в процентах зарегистрированных результатов.

13.2 Выбор коэффициента охвата

13.2.1 Общие положения

При оценке суммарной расширенной неопределенности применяют следующие исследования для выбора коэффициента охвата k .

13.2.2 Уровень доверия

Для практических целей должно быть указано значение суммарной расширенной неопределенности, соответствующее уровню доверия 95%. Однако выбор уровня доверия зависит от диапазона факторов, таких как критичность и последствия применения неправильных результатов. Эти факторы вместе с любыми рекомендациями или юридическими требованиями, касающимися применения, должны быть рассмотрены при выборе k .

13.2.3 Степени свободы, соответствующие оценке

13.2.3.1 Для большинства практических целей, когда требуется 95%-ный уровень доверия и число степеней свободы в доминирующих составляющих неопределенности превышает 10 (>10), выбор $k = 2$ обеспечивает достаточно надежный охват вероятного диапазона значений. Однако есть обстоятельства, в которых это приводит к существенной недооценке, особенно когда один или более значимых членов уравнения (12) имеют число степеней свободы менее 7.

13.2.3.2 Если один такой член $u_i(y)$ с ν_i степенями свободы доминирует [признаком является выполнение неравенства $u_i(y) \geq 0,7u(y)$], обычно достаточно взять в качестве ν_i эффективные степени свободы ν_{eff} , соответствующие $u(y)$.

13.2.3.3 Если несколько существенных членов имеют приблизительно равную величину и степени свободы, удовлетворяющие условию $\nu_i \ll 10$, для получения эффективных значений числа степеней свободы ν_{eff} следует применять уравнение Велча-Саттервейта (уравнение (15))

$$\frac{u^4(y)}{\nu_{\text{eff}}} = \sum_{i=1, N} \frac{u_i^4(y)}{\nu_i}. \quad (15)$$

Значение k тогда выбирают из ν_{eff} , используя значение квантиля двустороннего распределения Стьюдента для требуемого уровня доверия и ν_{eff} степеней свободы. Это наиболее безопасно при округлении нецелых чисел ν_{eff} до ближайшего меньшего целого числа.

Примечание - Во многих областях измерений и испытаний для нормального распределения частота статистических выбросов является достаточно высокой, поэтому применение высоких уровней доверия ($>95\%$) без хорошего знания распределения не рекомендуется.

14 Сравнение данных выполнения метода и неопределенности

14.1 Основные предположения

Оценка неопределенности измерений в соответствии с настоящими рекомендациями обеспечивает стандартную неопределенность, которая, хотя и основывается прежде всего на оценках воспроизводимости или промежуточной прецизионности, отдает должное факторам, которые не изменяются в процессе исследований, в которых эти оценки прецизионности получены. В принципе итоговая стандартная неопределенность $u(y)$ должна быть идентична неопределенности, полученной на основе детальной математической модели процесса измерений. Сравнение этих двух оценок, если это возможно, обеспечивает полезную проверку качества оценки. Рекомендованная процедура описана в 14.2.

Процедура основана на двух важных предположениях:

- во-первых, оценку стандартной неопределенности $u(y)$ с ν_{eff} эффективными степенями свободы обычно определяют в предположении о нормальном распределении наблюдений (это означает, что $(n-1)(s^2 / \sigma^2)$) подчиняется χ^2 распределению с $(n-1)$ степенями свободы). Это предположение позволяет использовать F-критерий. Однако, поскольку суммарная неопределенность может включать неопределенность, связанную с величинами, описываемыми распределениями различной формы с различными дисперсиями, результаты испытаний необходимо рассматривать как индикатор, а уровень доверия следует выбирать с необходимой осторожностью;

- во-вторых, обычно предполагают, что две оценки неопределенности, которые будут сравниваться, полностью независимы. Это также маловероятно на практике, так как некоторые факторы могут быть общими для обеих оценок. Более тонкие воздействия являются предметом исследований для выявления влияния составляющей неопределенности, соответствующей выполнению работ в разных лабораториях. Предполагается, что приняты необходимые меры предосторожности, чтобы избежать этого воздействия. Если значимые факторы являются общими для обеих оценок неопределенности, очевидно, что оценки будут подобны значительно чаще. В этом случае, если последовательные испытания не в состоянии выявлять существенные различия, результаты не следует трактовать как свидетельство надежности модели измерений.

14.2 Процедура сравнения

Для сравнения двух оценок $u(y)_1$ и $u(y)_2$ ($u(y)_1$ является большей из них) с эффективными степенями свободы ν_1 и ν_2 соответственно, используя уровень доверия α (например, для 95%-ного уровня доверия $\alpha = 0,05$), необходимо выполнить следующие действия:

вычислить $F = [u(y)_1 / u(y)_2]^2$;

найти по таблицам или получить с помощью программного обеспечения одностороннее верхнее критическое значение $F_{\text{crit}} = F(\alpha/2, \nu_1, \nu_2)$. Если даны верхнее и нижнее значения, выбирают верхнее значение, которое всегда больше 1;

если $F > F_{\text{crit}}$, то $u(y)_1$ следует считать значительно больше, чем $u(y)_2$.

14.3 Причины различий

Существует много причин для существенного различия между суммарными оценками неопределенности. Они включают в себя следующее:

- подлинные различия в работе лабораторий;
- неудачную модель, не учитывающую влияние всех существенных воздействий на измерения;
- неверную оценку значимого вклада в неопределенность.

Приложение А
(справочное)

Подходы к оценке неопределенности

А.1 Подход GUM

Руководство по оценке неопределенности измерений (GUM [1]), изданное ИСО, устанавливает методологию оценки неопределенности измерений, связанную с результатом y в соответствии с моделью процесса измерений. Методология GUM базируется на рекомендациях Международной палаты мер и весов (BIPM) [3], которые признают, что составляющие неопределенности можно оценивать либо на основе статистического анализа серии наблюдений (оценка типа А), либо другими средствами (оценка типа В), например, используя данные публикаций о неопределенности образцов сравнения или эталонов или, при необходимости, мнения специалистов. Отдельные составляющие выражают в виде стандартных отклонений и, при необходимости, затем объединяют.

Выполнение рекомендаций BIPM [3] в GUM [1] начинается с модели измерений в виде функции $y = f(x_1, x_2, \dots, x_N)$, связывающей результат измерений y со входными величинами x_i . Тогда в случае независимых входных величин GUM дает неопределенность $u(y)$ в соответствии с уравнением (А.1):

$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1, N} c_i^2 u^2(x_i)}, \quad (\text{А.1})$$

где c_i - коэффициент чувствительности, оцениваемый в соответствии с уравнением $c_i = dy/dx_i$ (частная производная y по x_i);

$u(x_i)$ и $u(y)$ - стандартные неопределенности, то есть неопределенности измерений, выраженные в виде стандартных отклонений.

Если переменные не являются независимыми, выражение для неопределенности является более сложным и определяется уравнением:

$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1, N} c_i^2 u^2(x_i) + \sum_{i, j=1, N} c_i c_j u(x_i, x_j)}, \quad (\text{А.2})$$

где $u(x_i, x_j)$ - ковариация между x_i и x_j ;

c_i и c_j - коэффициенты чувствительности, соответствующие уравнению (А.1). На практике часто ковариацию выражают через коэффициент корреляции r_{ij} :

$$u(x_i, x_j) = u(x_i)u(x_j)r_{ij}, \quad (\text{А.3})$$

где $-1 \leq r_{ij} \leq 1$.

В случаях, учитывающих нелинейность модели измерений, уравнение (A.1) расширяют, включая члены более высокого порядка. Эта ситуация более подробно описана в GUM [1]. После вычисления комбинированной стандартной неопределенности с использованием уравнений (A.1)-(A.3) расширенную неопределенность определяют, умножая $u(y)$ на коэффициент охвата k , который выбирают на основе числа степеней свободы для $u(y)$. Более подробно это описано в разделе 13.

В подходе GUM существует неявное предположение, что входные данные измерены или назначены. Если возникают воздействия, которые могут быть не определены через измеримые величины (например, воздействие оператора), удобно сформировать суммарную стандартную неопределенность $u(x_i)$, которая учитывает такие воздействия, или ввести дополнительные переменные в $f(x_1, x_2, \dots, x_N)$.

Из-за ориентации на входные величины этот подход иногда называют восходящим походом оценки неопределенности.

Физическая интерпретация $u(y)$ не является однозначной, так как она может включать члены, полученные на основе экспертной оценки, и таким образом $u(y)$ лучше всего рассматривать как функцию, характеризующую степень доверия. Однако можно получить более прямую физическую интерпретацию, определив разброс результатов вычисления $u(y)$, который был бы получен, если бы все входные переменные изменялись случайным образом в соответствии с принятым для них распределением.

A.2 Принцип совместных исследований

A.2.1 Основная модель

Планирование эксперимента при совместных исследованиях, их организация и статистическая обработка подробно описаны в ИСО 5725-1 - ИСО 5725-6. Самая простая модель, лежащая в основе статистической обработки данных совместных исследований, задается уравнением:

$$y = m + B + e_Y, \quad (\text{A.4})$$

где m - математическое ожидание y ;

B - лабораторная составляющая смещения в условиях повторяемости и предположения о нормальном распределении со средним 0 и стандартным отклонением σ_L ;

e_Y - случайная ошибка в условиях повторяемости и предположения о нормальном распределении со средним 0 и стандартным отклонением σ_w .

Кроме того, предполагается, что B и e_Y , некоррелированы.

Применение уравнения (A.1) к этой простой модели с учетом того, что σ_w определяется через стандартное отклонение повторяемости s_r , полученное при межлабораторном исследовании, приводит к уравнению (A.5) для единственного результата y и уравнению (A.6) для суммарной стандартной неопределенности результата $u(y)$:

$$u(B) = s_L \text{ и } u(e_r) = s_r, \quad (\text{A.5})$$

$$u(y)^2 = u(B)^2 + u^2(e_r) = u_L^2 + s_r^2. \quad (\text{A.6})$$

По сравнению с ИСО 5725-2 уравнение (A.6) представляет собой лишь оценку стандартного отклонения воспроизводимости s_R .

Так как этот подход ориентируется на полное выполнение метода, его называют иногда нисходящим подходом.

Следует учитывать, что каждая лаборатория вычисляет свою оценку по уравнению $y = f(x_1, x_2, \dots)$, предполагая ее наилучшей оценкой измеряемой величины y для лаборатории. Тогда, если $y = f(x_1, x_2, \dots)$ - общая модель, используемая для описания поведения измерительной системы, то, следовательно, при вычислении m предполагается, что дисперсии, характеризующиеся оценками s_L и s_r , являются результатом изменения величин x_1, \dots, x_n . Если предполагается, что условия воспроизводимости обеспечиваются для случайной величины при всех существенных воздействиях и применяется физическая интерпретация $u(y)$, приведенная выше, то из этого следует, что $u(y)$ в уравнении (A.6) является оценкой $u(y)$, описанной уравнениями (A.1) или (A.2).

Первый принцип, на котором основаны настоящие рекомендации, состоит в том, что стандартное отклонение воспроизводимости, полученное в совместном исследовании, является основой для оценки неопределенности измерений.

A.2.2 Включение данных правильности

Правильность в общем случае измеряется смещением относительно принятого опорного значения. В некоторых совместных исследованиях правильность метода в конкретной системе измерений (обычно СИ) исследуют путем анализа образца сравнения (CRM) или эталона единицы физической величины с сертифицированным значением μ , выраженным в единицах этой системы (ИСО 5725-4). Итоговая статистическая модель определяется уравнением:

$$y = \mu + \delta + B + e, \quad (\text{A.7})$$

где μ - эталонное значение;

δ - смещение метода.

Совместное исследование может дать смещение $\hat{\delta}$ со стандартным отклонением $s_{\hat{\delta}}$, рассчитанным в соответствии с уравнением:

$$s_{\hat{\delta}} = \sqrt{\frac{s_R^2 - (1 - 1/n)s_Y^2}{p}}, \quad (\text{A.8})$$

где n - количество повторений в каждой лаборатории;

p - количество лабораторий.

Неопределенность $u(\hat{\delta})$, соответствующая этому смещению, задается уравнением:

$$u^2(\hat{\delta}) = s_{\hat{\delta}}^2 + u^2(\hat{\mu}), \quad (\text{A.9})$$

где $u(\hat{\mu})$ - неопределенность, соответствующая сертифицированному значению $\hat{\mu}$, используемому для оценки правильности при совместном исследовании.

Если смещение, оцененное в процессе испытаний, используют при вычислении результатов в лабораториях, соответствующая ему неопределенность, если она не является незначительной, должна включаться в бюджет неопределенности.

A.2.3 Другие воздействия. Объединенная модель

На практике, конечно, s_R и $u(\hat{\delta})$ не обязательно включают в себя все изменения, влияющие на результаты измерений. Отсутствие некоторых важных факторов вызвано характером совместных исследований; некоторые факторы могут отсутствовать или не оцениваться случайно или в соответствии с планом эксперимента. Второй принцип, на котором основаны настоящие рекомендации, состоит в том, что воздействия, не наблюдаемые в процессе совместного исследования, или являются незначительными, или должны быть учтены.

Проще всего учесть эти воздействия, рассматривая воздействие отклонений x_i' от номинальных значений x_i , необходимых для получения оценки y , и предполагая приближенную линейность этих воздействий. Объединенная модель описывается уравнением:

$$y = \mu + \delta + B + \sum c_i x_i' + e. \quad (\text{A.10})$$

Суммирование ведется по всем воздействиям, кроме представленных в B , δ , e .

Примеры включают в себя воздействие отбора выборки, подготовки испытаний объекта и изменения состава или типа отдельных объектов испытаний. В строгом

смысле это линеаризованная форма самой общей модели. При необходимости можно включать в нее члены более высокого порядка или члены, учитывающие корреляцию, как описано в [1].

Очевидно, что центрирование x_i' не оказывает влияния на $u(x_i)$, так что $u(x_i') = u(x_i)$, из чего следует, что для оценки неопределенности, соответствующей y , можно использовать уравнение (A.10) и следующее уравнение:

$$u^2(y) = s_L^2 + s_T^2 + u^2(\mu) + \sum c_i^2 u^2(x_i). \quad (\text{A.11})$$

Суммирование ведется по воздействиям, не учтенным в других членах уравнения.

Следует отметить, что при оценке выполнения метода условия промежуточной прецизионности также могут быть описаны уравнением (A.10), хотя число членов суммы соответственно будет больше, поскольку по сравнению с условиями воспроизводимости в промежуточных условиях меньшее количество переменных будет меняться случайным образом. В общем случае уравнение (A.10) можно применять к любым условиям прецизионности, учитывая, что воздействия суммируются. В предельном случае, когда s_T и s_L равны нулю, а неопределенность общего смещения не определена, уравнение (A.11) становится идентичным уравнению (A.1).

Из этого следует два вывода:

- во-первых, необходимо продемонстрировать, что количественные данные, доступные для совместного исследования, согласуются с рассматриваемыми результатами испытаний;

- во-вторых, даже при согласованности данных совместного исследования для определения реальной оценки неопределенности с учетом дополнительных воздействий (x_i в уравнении (A.10)) могут быть необходимы дополнительные исследования и предположения. При учете дополнительных воздействий предполагается применение уравнения (A.1).

И, наконец, настоящие рекомендации, утверждая, что надежную оценку неопределенности измерений можно получать на основе анализа данных воспроизводимости и правильности, полученных в соответствии с ИСО 5725-1 - ИСО 5725-6, используют те же самые предположения, что и изложенные в перечисленных стандартах:

а) если используются данные воспроизводимости, предполагается, что все лаборатории подобны по выполнению работ. В частности, их прецизионность повторяемости для данного объекта испытаний одинакова, а лабораторная составляющая смещения B в уравнении (A.10) соответствует тому же распределению, что и при совместных исследованиях;

б) испытываемые материалы, используемые в исследовании, являются однородными и стабильными.

Следующие разделы включают методологию проверки того, что дополнительные воздействия являются незначительными, а если это не так, их неопределенности учтены в оценке неопределенности результата.

А.3 Сопоставление подходов

Приведенные рассуждения описывают два очевидно различных подхода к оценке неопределенности. Подход GUM [1] описывает неопределенность в виде дисперсии, полученной на основе дисперсий соответствующих входных данных математической модели. Другой подход использует факт, что если одни и те же воздействия заметно изменяются в процессе исследования воспроизводимости, наблюдаемая дисперсия является оценкой той же самой неопределенности. На практике значения неопределенности, полученные на основе различных подходов, различны для разных целей, включая:

а) неполные математические модели (то есть при наличии неизвестных воздействий);

б) неполное или несущественное изменение всех воздействующих факторов в процессе оценки воспроизводимости.

Сравнение двух различных оценок, безусловно, полезно для оценки полноты модели измерений. Однако следует обратить внимание, что наблюдаемую повторяемость или другую оценку прецизионности очень часто рассматривают как отдельную составляющую неопределенности даже в подходе GUM [1]. Точно так же индивидуальные воздействия обычно проверяют на их значимость или оценивают количественно до оценки воспроизводимости. На практике для оценки неопределенности часто используют некоторые элементы обоих подходов.

Когда оценка неопределенности для интерпретации сопровождается результатами, важно, чтобы пробелы в каждом подходе были заполнены. Возможности неполных моделей на практике обычно дополняют консервативными оценками, позволяющими расширять ограничения для неопределенности модели. В настоящих рекомендациях для устранения неадекватных изменений входных воздействий рекомендуется определять оценки дополнительных воздействий. Это является гибридным подходом, объединяя элементы и нисходящего, и восходящего подходов.

Приложение В (справочное)

Экспериментальная оценка неопределенности

В.1 Процедура оценки коэффициента чувствительности

Если входные величины x_i могут изменяться непрерывно по всему диапазону значений, рекомендуется исследовать воздействие таких изменений. Простая процедура, предполагающая приблизительно линейную зависимость результатов от x_i , следующая:

а) выбирают подходящий диапазон изменения переменной x_i , который должен быть ориентирован на лучшую оценку (или на значение, характерное для указанного метода);

б) выполняют всю процедуру измерений (или ту часть, которая касается x_i) в каждом из пяти или более уровней x_i с повторением при необходимости;

с) рассчитывают и изображают линейную модель в соответствии с результатами, используя x_i в качестве абсциссы, а результат измерений в качестве ординаты;

д) коэффициентом чувствительности является наклон прямой, характеризуемый коэффициентом c_i в уравнениях (А.1) или (А.12).

Этот подход может дать различные коэффициенты чувствительности для различных объектов испытаний. Это может быть преимуществом во всесторонних исследованиях конкретного объекта или класса объектов. Однако если коэффициент чувствительности должен быть применен к большому диапазону различных ситуаций, важно проверять, чтобы различные объекты вели себя аналогично.

В.2 Простая процедура оценки неопределенности, вызванной случайным воздействием

Если входные величины x_j являются дискретными и/или неконтролируемыми, соответствующую неопределенность можно получать на основе анализа экспериментов, в которых переменная изменяется случайным образом. Например, тип почвы в экологических исследованиях может иметь непредсказуемое воздействие на результаты анализа. Если случайные ошибки не зависят от уровня исследуемой величины, можно исследовать дисперсию ошибки, являющейся результатом таких изменений, используя серию объектов, для которых заданное значение или доступно, или, если изменение известно, может быть выведено теоретически.

Общая процедура включает в себя:

а) выполнение полного измерения на представительном наборе объектов испытаний в условиях повторяемости, используя равное количество повторений для каждого объекта;

б) вычисление разности с заданным значением для каждого наблюдения;

с) проведение анализа результатов (ранжированных по величине) в соответствии с ANOVA с использованием суммы квадратов для формирования оценок внутригрупповой составляющей дисперсии s_w^2 и межгрупповой составляющей дисперсии s_b^2 . Стандартная неопределенность $u_y(x_j)$, являющаяся результатом изменения x_j , равна s_b .

Примечание - Если различные объекты или классы объектов по-разному реагируют на исследуемую величину (то есть существует взаимосвязь величины и класса исследуемых объектов), взаимодействие увеличивает значение s_b . Детальное исследование этой ситуации в настоящих рекомендациях не приводится.

Приложение С (справочное)

Примеры расчета неопределенности

С.1 Измерение содержания монооксида углерода (СО) в отработавших газах автомобиля

С.1.1 Введение

До выпуска на рынок легковые автомобили должны проходить испытания типа транспортного средства для проверки выполнения регулирующих требований относительно количества монооксида углерода в отработавших газах. Верхний предел составляет 2,2 г/км. Метод испытаний описан в Директиве ЕН 70/220 [4], где введены следующие требования:

- цикл двигателя задается как функция скорости (км/ч), времени (с) и оборотов двигателя. Исследуемый автомобиль помещают на специальные ролики для выполнения заданного количества циклов;

- измерительное оборудование - газоанализатор на СО;

- контроль окружающей среды проводят с использованием специальной камеры мониторинга загрязнений;

- персонал имеет специальную подготовку.

Такие испытания на соответствие можно выполнять в испытательной лаборатории предприятия по производству автомобилей или в независимой испытательной лаборатории.

С.1.2 Данные совместных исследований

Перед принятием и использованием такого метода испытаний необходимо оценивать факторы или источники, влияющие на результаты метода испытаний (и, следовательно, на неопределенность результатов испытаний). Такая оценка выполнялась по данным экспериментов, проводимых в различных лабораториях. Для контроля метода испытаний межлабораторный эксперимент проводился в соответствии с ИСО 5725-2. Цель межлабораторного эксперимента состоит в том, чтобы оценить прецизионность метода испытаний при применении его в данном наборе испытательных лабораторий. Оценка прецизионности получена на основе данных, собранных в межлабораторном эксперименте со статистическим анализом в соответствии с ИСО 5725-2. Исследование проводят так, чтобы каждый участник выполнял все необходимые процессы измерений и учитывая воздействующие факторы.

Было установлено, что повторяемость лабораторий значимо не различается, а оценка стандартного отклонения повторяемости метода испытаний равна 0,22 г/км. Оценка стандартного отклонения воспроизводимости метода испытаний равна 0,28 г/км.

С.1.3 Контроль смещения

Оценка правильности (контроль смещения по отношению к эталону) включает в себя методологические и технические вопросы. Не существует "эталонного автомобиля" как образца сравнения. Правильность следует контролировать при калибровке системы испытаний. Например, калибровку анализатора СО можно выполнять с помощью эталонного газа, а калибровку испытательного стенда можно выполнять для величин, таких как время, длина, скорость и ускорение. Знание норм выбросов для различных скоростей и наличие другой аналогичной информации подтверждают, что неопределенность, связанная с этими калибровками, не дает существенных вкладов в неопределенность, связанную с результатами измерений (то есть вся расчетная неопределенность много меньше, чем стандартное отклонение воспроизводимости). Смещение находится под контролем.

С.1.4 Прецизионность

Типовые дублированные испытательные пробеги в лаборатории показали, что повторяемость приблизительно составляет 0,20 г/км и находится в пределах диапазона повторяемости, найденного при межлабораторном исследовании. Таким образом, прецизионность находится под хорошим контролем.

С.1.5 Соответствие объектов испытаний

Метод признают подходящим для всех транспортных средств, относящихся к легковым автомобилям. Хотя большинство транспортных средств признают соответствующими относительно легко и неопределенность имеет тенденцию уменьшаться для более низких уровней выхлопов, неопределенность важна на уровнях, близких к регулирующей границе. Поэтому было решено использовать оценку неопределенности, близкую к регулирующей границе, как корректную и несколько консервативную оценку неопределенности для более низких уровней выделения СО. Необходимо заметить, если испытания транспортного средства

показывают выхлоп существенно больше установленной границы, может оказаться необходимым проведение дополнительных исследований неопределенности, если сравнения являются критичными. На практике, однако, такое транспортное средство в любом случае нельзя предлагать для продажи без его модернизации.

С.1.6 Оценка неопределенности

Поскольку предшествующие исследования установили должный контроль смещения и прецизионности в пределах испытательной лаборатории, а также отсутствие воздействующих факторов, не учтенных при совместных исследованиях, стандартное отклонение воспроизводимости, используемое для оценки стандартного отклонения неопределенности, дает расширенную неопределенность $U = 0,56$ г/км ($k = 2$).

Примечание - Интерпретация неопределенности результатов в области проверки соответствия рассмотрена в ИСО 10576-1.

С.2 Определение состава мяса

С.2.1 Введение

Для продукции из мяса необходимо гарантировать, что состав мяса точно заявлен. Состав мяса определяют как комбинацию содержания азота (преобразованного к общему белку) и жира. Представленный пример показывает принцип объединения различных составляющих неопределенности, каждая из которых непосредственно следует в основном из оценок воспроизводимости, как описано в разделе 12.

С.2.2 Основные уравнения

Полный состав мяса W_{meat} определяют в соответствии с уравнением:

$$W_{\text{meat}} = W_{\text{pro}} + W_{\text{fat}}, \quad (\text{C.1})$$

где W_{pro} - общий белок в мясе, выраженный в виде процента массы;

W_{fat} - общее содержание жира, выраженное в виде процента массы.

Белок в мясе W_{pro} вычисляют по формуле

$$W_{\text{pro}} = 100W_{\text{vN}} / f_{\text{N}}, \quad (\text{C.2})$$

где f_{N} является фактором азота, соответствующим материалу;

W_{vN} - полное содержание азота в мясе.

В этом случае W_{vN} идентично общему содержанию азота W_{tN} , определяемому в соответствии с анализом Кьельдаля.

С.2.3 Экспериментальные шаги при определении состава мяса

При определении состава мяса применяют следующие экспериментальные шаги:

a) определяют содержание жира W_{fat} ;

b) определяют содержание азота W_{mN} по Кьельдалю (среднее дублированных измерений);

c) вычисляют содержание обезжиренного мяса W_{pro} и f_N (см. уравнение (С.2));

d) вычисляют общий состав мяса W_{meat} (см. уравнение (С.1)).

С.2.4 Составляющие неопределенности

Составляющие неопределенности связаны с каждой из величин, перечисленных в С.2.3. Наиболее существенным является W_{pro} , составляющий приблизительно 90% массы W_{meat} . Наибольшая неопределенность, связанная с W_{pro} , является результатом:

a) неопределенности фактора f_N вследствие неполного знания материала;

b) отклонений метода в условиях воспроизводимости при повторении метода и при точном выполнении метода в течение длительного времени;

c) неопределенности, связанной со смещением метода;

d) неопределенности содержания жира W_{fat} .

Примечание - Неопределенности a), b) и c) связаны с образцом, лабораторией и методом соответственно. Часто бывает полезно грубо рассмотреть каждый из этих трех факторов при идентификации неопределенности, а также неопределенность отдельных шагов в процедуре.

С.2.5 Оценка составляющих неопределенности

С.2.5.1 Неопределенность, соответствующая f_N

Неопределенность, соответствующая f_N , может быть оценена по приведенному в публикациях диапазону значений. В [5] приведены результаты исследований содержания азота в говядине, которые показывают четкое отличие между различными источниками и кусками мяса. В [5] также даны рекомендации по вычислению наблюдаемого стандартного отклонения для $f_N = 0,052$ и относительного стандартного отклонения 0,014 для большого диапазона типов выборок.

Примечание - Непосредственно применены данные содержания азота, определенные в [5], полученные с использованием метода Кьельдаля.

С.2.5.2 Неопределенность, соответствующая W_{tN}

Информация о двух совместных испытаниях [6], [7] позволяет получать оценку неопределенности, вызванной плохой воспроизводимостью или ошибками выполнения метода. Тщательное расследование условий испытаний показывает, во-первых, что каждое исследование проводят по широкому диапазону типов выборки и с хорошим репрезентативным набором компетентных лабораторий, а во-вторых, что стандартное отклонение воспроизводимости s_R хорошо коррелирует с уровнем азота. Для обоих испытаний наиболее подходящая линейная функция задается уравнением $s_R = 0,021W_{\text{tN}}$. То же самое исследование показывает, что стандартное отклонение повторяемости пропорционально W_{tN} с $s_r = 0,018W_{\text{tN}}$ и межлабораторному члену $s_L = 0,011W_{\text{tN}}$.

Метод таков, что каждое измерение дублируют и определяют выборочное среднее. Член, соответствующий повторяемости, который представляет собой оценку повторяемости единственного результата, должен быть соответствующим образом приспособлен для учета воздействия среднего двух результатов в лаборатории (см. комментарий, относящийся к s_r в таблице 1). Неопределенность $u(W_{\text{tN}})$, соответствующая содержанию азота, имеет вид:

$$u(W_{\text{tN}}) = W_{\text{tN}} \sqrt{s_L^2 + \frac{s_r^2}{2}} = W_{\text{tN}} \sqrt{0,011^2 + \frac{0,018^2}{2}} = 0,017W_{\text{tN}}. \quad (\text{C.3})$$

Уравнение (C.3) дает лучшую оценку неопределенности с W_{tN} , соответствующей разумным изменениям при выполнении метода.

Воспроизводимость также используют в качестве критерия оценки прецизионности отдельной лаборатории. Метод устанавливает, что результаты должны быть отброшены, если данные попадают вне 95%-ного доверительного интервала (приблизительно равно $1,96s_r\sqrt{2}$). Эта проверка гарантирует, что внутрилабораторная прецизионность соответствует прецизионности совместного исследования.

Примечание - Если эта проверка терпит неудачу чаще, чем в 5% случаев, вероятно, что прецизионность не находится под достаточным контролем и необходимы действия по исправлению процедуры.

Необходимо также рассматривать неопределенность, соответствующую W_{tN} и являющуюся результатом воздействия неизвестного смещения метода. В отсутствие надежных образцов сравнения сравнение с альтернативными методами, использующими другие принципы, является установленным средством оценки смещения. Сравнение метода Кьельдаля с методом анализа сжиганием для определения полного азота и различных типов выборки установило различие $0,01W_{\text{tN}}$. Это удовлетворяет критерию $2\sigma_D$ (см. ИСО Руководство 33, уравнение (4)), подтверждающему, что неопределенность, связанная со смещением, адекватна значениям воспроизводимости.

С.2.5.3 Неопределенность, соответствующая W_{fat}

Дополнительные данные совместных испытаний для анализа жира [8] дают оценку стандартного отклонения воспроизводимости $0,02W_{fat}$. Анализ снова выполняют дважды, а результаты принимают только в случае, если разность находится в соответствующих пределах повторяемости, гарантируя, что лабораторная прецизионность находится под контролем. Предшествующая верификация работы на подходящем образце сравнения для определения жира устанавливает, что неопределенность, связанная со смещением, адекватна значениям воспроизводимости.

С.2.6 Суммарная неопределенность

В таблице С.1 показаны индивидуальные значения и неопределенность, подсчитанная с использованием этих значений.

Таблица С.1 - Бюджет неопределенности для состава мяса

Количественный показатель	Значение x_i		
	%	$u(x_i)$	$u(x_i) / x_i$
Содержание жира W_{fat}	5,50	0,110	0,020
Содержание азота W_{mN}	3,29	0,056	0,017
Фактор азота f_N	3,65	0,052	0,014
Белок W_{pro}	90,1	$90,1 \times 0,022 = 1,98$	$\sqrt{0,017^2 + 0,014^2} = 0,022$
Общий состав мяса W_{meat}	95,6	$\sqrt{1,98^2 + 0,110^2} = 1,98$	0,021

Уровень доверия в 95% достигается умножением суммарной стандартной неопределенности на коэффициент охвата k , равный 2, давая (при округлении до двух знаков после запятой) расширенную неопределенность на состав мяса $U = 4,0\%$; то есть $W_{meat} = (95,6 \pm 4,0) \%$.

Примечание - Состав мяса может законно превышать 100%-ный предел в некоторых видах продукции.

Приложение D
(справочное)

**Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов
национальным стандартам Российской Федерации**

Таблица D.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО Руководство 33:2000	*
ИСО/МЭК Руководство 43-1:1997	*
ИСО 3534-1:1993	ГОСТ Р 50779.10-2000 (ИСО 3534-1:1993) Статистические методы. Вероятность и основы статистики. Термины и определения
ИСО 5725-1:1994	ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения
ИСО 5725-2:1994	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
ИСО 5725-3:1994	ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений
ИСО 5725-4:1994	ГОСТ Р ИСО 5725-4-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений
ИСО 5725-5:1998	ГОСТ Р ИСО 5725-5-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений
ИСО 5725-6:1994	ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ИСО/ТО 7871:1997	ГОСТ Р 50779.45-2002 Статистические методы. Контрольные карты кумулятивных сумм. Основные положения
ИСО 8258:1991	ГОСТ Р 50779.42-1999 Статистические методы. Контрольные карты Шухарта
ИСО 10576-1:2003	ГОСТ Р ИСО 10576-1-2006 Статистические методы. Руководство по оценке соответствия установленным требованиям. Часть 1. Общие принципы
ИСО 11648-1	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.	

Библиография

- [1] Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM) 1995
- [2] ISO/IEC VIM: 1993 (International vocabulary of basic and general terms in metrology (VIM))
- [3] Recommendation INC-1 (1980), BIPM
- [4] European Directive 70/220/EEC: 1970 Measures to be taken against air pollution by emissions from motor vehicles
- [5] Analytical Methods Committee. Analyst, 118(1993), p.1217
- [6] Shure B., Corrao P.A., Glover A., Malinowski A.J.J. AOAC Int., 65 (1982), p.1339
- [7] King-Brink M., Sebranek J.G.J. AOAC Int., 76 (1993), p.787
- [8] Breese Jones D. Американский Проспект Министерства земледелия, N 183 (август 1931)

Понятие неопределенности и его использование в лабораторной практике

Дворкин В.И., Болдырев И.В.

Введение

Понятие «неопределенность» (англ. «Uncertainty»), появилось более 30 лет назад. Неопределенность и связанные с ней величины (стандартная неопределенность, расширенная неопределенность и т.д.), в последнее время широко используются при представлении результатов измерений, особенно в европейских странах. То же происходит и в России - эти термины (и соответствующие величины) применяются все чаще. Так, понятие неопределенности фигурирует в ряде нормативных документов (например, в [1-3]).

В настоящем пособии рассматривается понятие «неопределенность» в применении к описанию результатов измерений в химии, его место в системе понятий и величин (характеристик), применяемых при описании результатов измерений и их погрешностей. Даются примеры расчета неопределенности.

Что такое неопределенность?

Как известно, фундаментальным понятием классической теории измерений является *погрешность* $\delta_i = X_i - \mu$ - отклонение результата измерения X_i от истинного значения измеряемой величины μ (ниже результаты N параллельных измерений обозначаются как $X_1, X_2, \dots, X_i, \dots, X_N$ и называются «выборкой»¹). Погрешность возникает из-за несовершенства процесса измерений. Хотя погрешность не может быть точно известна (из-за неизвестности истинного значения), это понятие удобно использовать для статистического описания процесса измерений. Распределение погрешности δ совпадает с распределением результатов измерений X с точностью до начала координат (см. рис. 1).

¹ Термин «выборка» взят из математической статистики и означает, что результаты измерений как бы взяты из генеральной совокупности – воображаемого бесконечного множества результатов, которые могли бы быть получены при неизменных условиях.

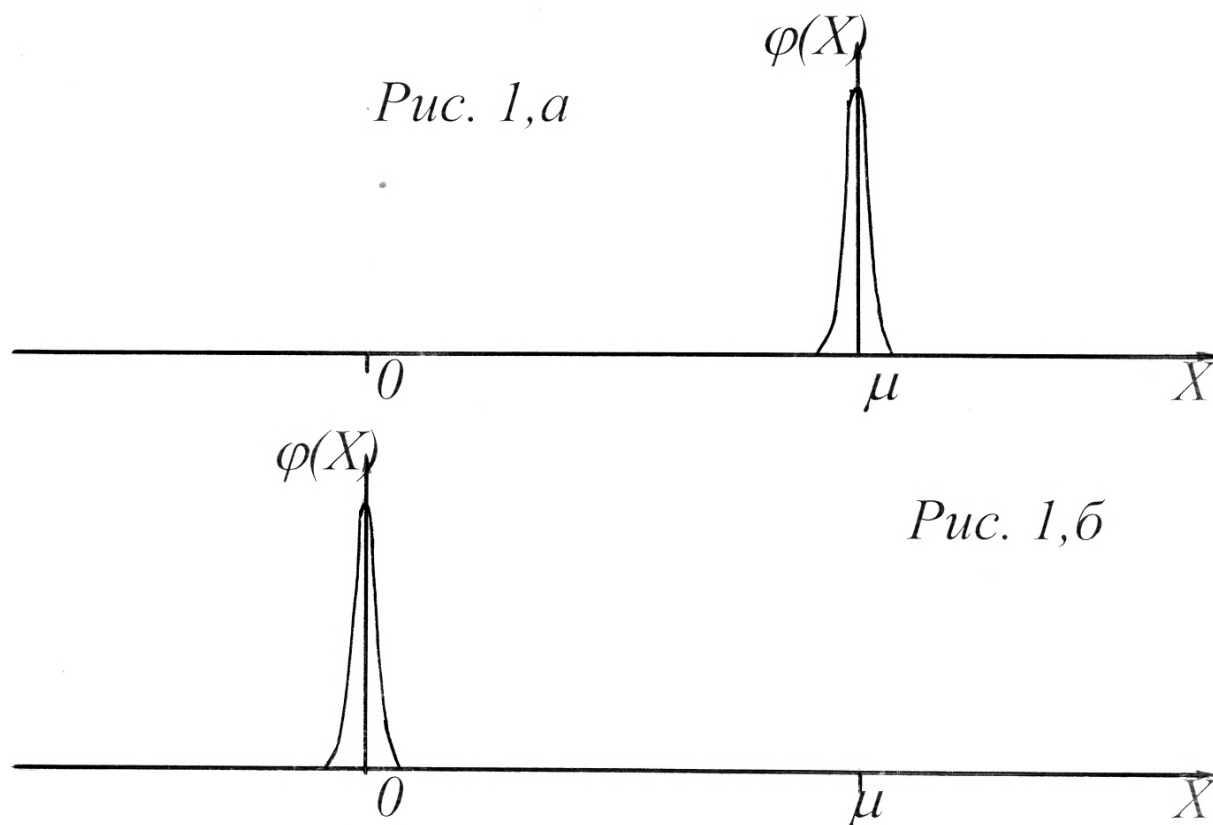


Рис. 1. Распределение измеряемой величины X (1,а) и погрешности измерений $\delta = (X - \mu)$ (1,б). $\varphi(X)$ - плотность распределения.

Рассмотрим теперь, как определяется неопределенность. Согласно [4, 5], это «*Параметр, связанный с результатом измерения и характеризующий разброс значений, которые с достаточным основанием могут быть приписаны измеряемой величине. ... Этим параметром может быть, например, стандартное отклонение (или кратное ему число) или ширина доверительного интервала*».

Очевидно, данное определение не является исчерпывающим (что за параметр? как именно связанный?), и ему соответствуют и другие величины, кроме указанных – например, размах выборки $R = (X_{max} - X_{min})$ при фиксированном числе параллельных измерений. Очевидно, для практического использования приведенное определение недостаточно и нуждается в уточнениях.

В прекрасной статье [6] проведен подробный сравнительный анализ понятий «погрешность» и «неопределенность». Автор определяет неопределенность как «*параметр центрированной случайной величины, представляющей собой разность между истинным значением измеряемой величины и результатом измерений, то есть величины, совпадающей по модулю с погрешностью измерений, но противоположной ей по знаку*». Другими словами, это параметр распределения величины $(\mu - X_i)$. Такое распределение зеркально по отношению к распределению погрешности измерений (рис. 2а) и, следовательно, они

совпадают друг с другом при симметричной функции распределения (рис. 2б). Правда, и здесь не сказано однозначно, что именно это за параметр.

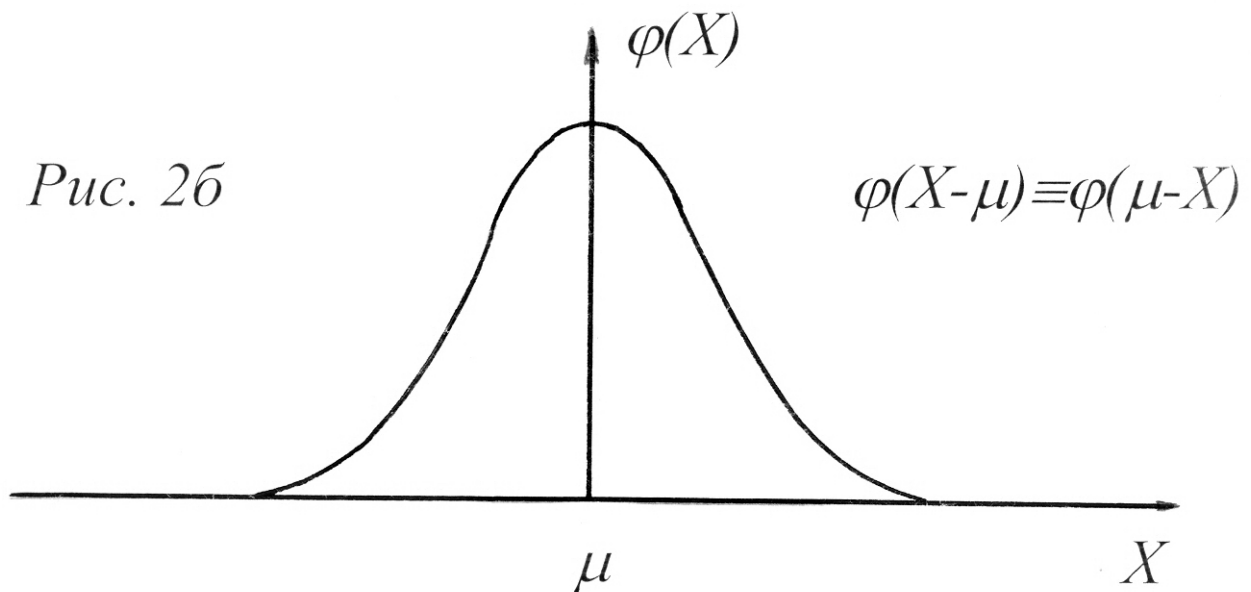
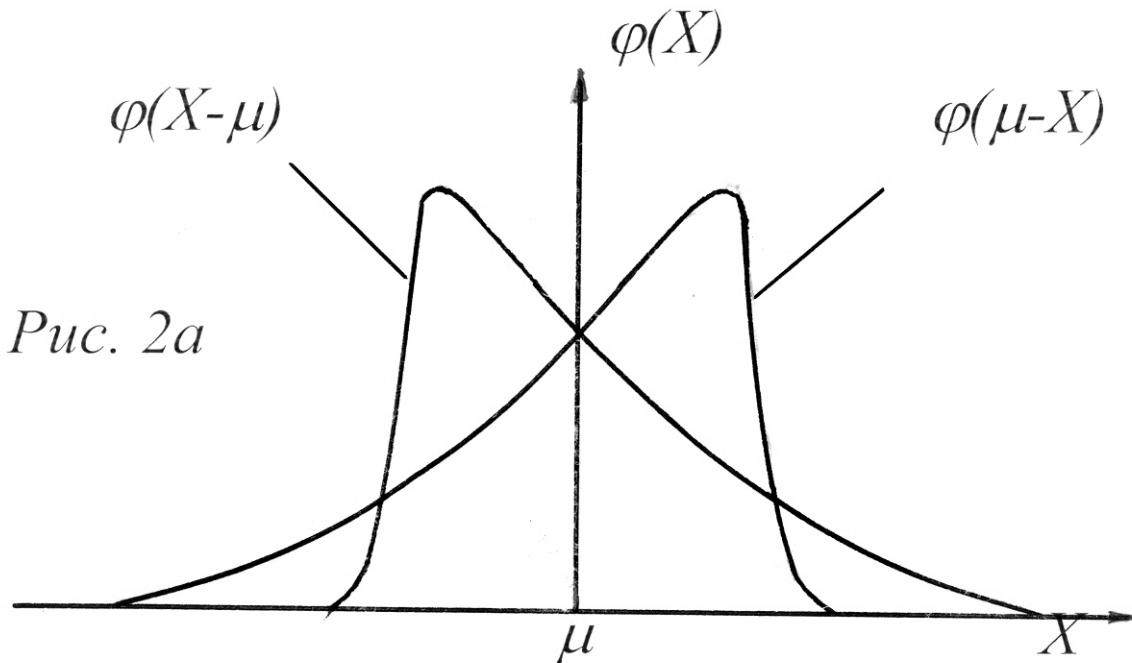


Рис. 2. Распределения погрешности результата измерений $\delta = (X - \mu)$ и величины $(\mu - X)$. 2а – несимметричное распределение измеряемой величина, 2б – симметричное.

Таким образом, фактически исчерпывающего определения неопределенности нет и нам придется работать с величинами, определяемыми в значительной степени посредством примеров - так как приведенных выше определений недостаточно.

Рассматривая подробнее имеющиеся литературные данные можно сказать, что **во всех случаях** в связи с неопределенностью рассматриваются **симметричные распределения результатов измерений** (результаты измерений рассматриваются как выборка из нормально распределенной генеральной совокупности), а в

качестве параметра, упомянутого в определении неопределенности, *всегда* рассматриваются *стандартные отклонения*, характеризующие случайные и скрытые (невыявленные) ошибки измерений, оцененные разными способами (стандартная неопределенность, суммарная стандартная неопределенность), либо кратные им величины (расширенная неопределенность). Фактически предполагается нормальное распределение результатов измерений.

Отсюда очевидно, что между описанием результатов измерений с использованием погрешности и с использованием неопределенности имеется точное соответствие (см. Таблицу).

Как видно, соответствующие друг другу величины, используемые при описании результатов измерений с использованием погрешности и неопределенности, практически совпадают – формулы для их расчета фактически одни и те же (см. таблицу и примечания к ней).

Таблица

Характеристика	Описание результатов измерений с использованием:	
	погрешности	Неопределенности
Результат измерения (точечная оценка)	Среднее значение $\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^N X_i}{N}$	Среднее значение $\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^N X_i}{N}$
Разброс результатов измерений	Стандартное отклонение результатов измерений* $s_r = +\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2}{N-1}}$	Стандартная неопределенность $u(X) = +\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2}{N-1}}$
Разброс, характеризующий все виды ошибок вместе	Стандартное отклонение полной (суммарной) погрешности $s_{сумм} = +\sqrt{s_r^2 + \frac{\Delta^2}{3}}$	Суммарная стандартная неопределенность** $u_c(X) = +\sqrt{u^2(X) + u^2(\hat{\delta}) + \sum_{j=1}^J c_j^2 u^2(z_j)}$
Интервал, в котором лежит измеряемая величина, при единичном измерении	Доверительный интервал $\{\bar{X} \pm k s_{сумм}\}$	Среднее значение \pm расширенная неопределенность*** $\{\bar{X} \pm U\} = \{\bar{X} \pm k u_c(X)\}$

*Стандартное отклонение погрешности $s_{(X-\mu)}$ совпадает со стандартным отклонением результатов измерений s_X .

**Величина $u^2(\hat{\delta})$, учитывающая неточность аттестации стандартных образцов, равна $\frac{\Delta}{3}$, где Δ - полуширина интервала, в котором лежит принятое опорное

значение. Член $\sum_{j=1}^J c_j^2 u^2(z_j)$, описывающий вклад неопределенности, обусловленной матричными эффектами, в отечественной литературе обычно не рассматривается (полагают, что эти эффекты малы).

*** Коэффициент $k = u(\bar{P})$, где \bar{P} - доверительная вероятность, для расширенной неопределенности выбирают равным 2 или 3 («коэффициент охвата»), что соответствует $\bar{P} \cong 0.954$ и $\bar{P} \cong 0.997$. При расчете доверительных интервалов иногда, хотя и редко, используют и другие значения k .

Для чего введено понятие неопределенности и связанные с ним величины?

Основные причины, по которым вводится понятие «неопределенность», следующие.

1. Отсчет доверительного интервала в отсутствие систематических погрешностей ведется от \bar{X} - среднего значения результатов измерений X_i . Вообще говоря, при использовании понятия «погрешность» отсчет должен был бы вестись от математического ожидания μ^2 , а величину \bar{X} используют не от хорошей жизни – истинное значение неизвестно, а \bar{X} есть наилучшая оценка для μ [7]. Использование понятия «неопределенность» с этой точки зрения более логично - в определениях всех рассчитываемых параметров фигурируют только наблюдаемые величины.
2. Способы оценки интервала, в котором лежит истинная величина, более разнообразны и детально прописаны в [5] и других документах, использующих понятие «неопределенность»³. В частности, учитываются реально имеющие место, но зачастую игнорируемые в отечественных нормативных документах скрытые, или невыявленные, систематические ошибки.
3. Использование «неопределённости» позволяет наглядно решать вопрос о соответствии (несоответствии) измеренной характеристики качества установленным нормам. Если значение нормы не перекрывается расширенной неопределённостью результата измерения, то, основываясь на этом результате можно делать надёжное заключение о соответствии (несоответствии) объекта испытания этой норме. Правда, то же относится к корректно рассчитанному доверительному интервалу.
4. Понятие «погрешность» исходно не являлось на Западе настолько же привычным, как в России. Поставленные перед необходимостью оценивать интервал, в котором лежит истинное значение, зарубежные специалисты в качестве основы взяли «неопределенность» - у них был выбор.

Нужно ли нам в России использовать понятие неопределенности?

Очевидно, да.

Этот вопрос уже не возникает у лабораторий, работающих в экспортных областях - представление сведений о неопределённости результата является требованием зарубежных партнёров. Но и для многих других отечественных лабораторий использование понятия «неопределенность» постепенно становится фактически обязательным. Это справедливо, прежде всего, для аккредитованных

² В отсутствие систематических ошибок истинное значение совпадает с математическим ожиданием генеральной совокупности.

³ Конечно, такие же формулы справедливы и при использовании понятия «погрешность».

лабораторий. В настоящее время практически все Российские системы аккредитации основываются на требованиях ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 [1], в котором установлено, что «испытательные лаборатории должны иметь и применять процедуры оценки неопределенности измерений». О том же говорят документы ряда международных организаций - International Laboratory Accreditation Cooperation (ILAC), EURACHEM, Co-Operation on International Traceability in Analytical Chemistry (CITAC) и т.д. Из понятия, которым ранее оперировал узкий круг метрологов, «неопределенность» превратилась в понятие, неотъемлемое от результата любого измерения.

Другими словами, фактически речь идет о том, чтобы говорить на одном языке с остальным миром.

В каких случаях должна оцениваться неопределенность?

Неопределенность должна оцениваться во всех случаях, за исключением качественного анализа (да и то только до выхода соответствующего Руководства ILAC) [8]. В то же время стандарты [1, 8] указывают, что в некоторых случаях представление в протоколах испытаний сведений об оцененной неопределенности не является обязательным для лаборатории.

Лаборатория не обязана приводить в протоколах испытаний сведения о неопределенности, если заказчик измерений, например, отказался от получения этой информации. Также не требуется в обязательном порядке представлять сведения о неопределенности в случаях, когда лаборатория получает результаты по широко известной стандартной методике, которая содержит значения оцененной неопределенности для этих результатов, и при этом применение методики конкретной лабораторией не изменяет эту оцененную неопределенность. *Следует отметить, однако, что приведение в протоколах результатов измерений сведений о расширенной неопределенности есть признак хорошего тона.*

Однако в ряде случаев требование о представлении оцененной неопределенности является обязательным для лаборатории. К таким случаям могут быть отнесены:

- требования заказчика;
- возможность неправильной интерпретации результата из-за отсутствия сведений о неопределенности;
- увеличение неопределенности по сравнению с рассчитанной по данным, приведенным в методике. Это происходит в случаях, когда лаборатория выявляет для своих объектов влияющие факторы (например, матричные эффекты), не отмеченные в методике.

Как именно оценивать неопределенность?

Ответ на этот вопрос вроде бы дан в [9] – испытательные лаборатории должны применять Руководство [5], в котором весьма подробно и с множеством примеров разъяснены способы оценки неопределенности. Однако с момента выхода в свет

это Руководство вызывало множество вопросов по поводу его применения в практических лабораториях, выполняющих рутинные исследования. Дело в том, что согласно ему неопределенность рассчитывается как сумма неопределенностей всех этапов выполнения измерения. Другими словами, необходимо теоретически или экспериментально оценить все составляющие неопределенности и просуммировать их по определенным правилам. Такой подход, будучи едва ли не единственным возможным при оценке неопределенности эталонов высших разрядов, малопригоден для рутинных измерений, для которых обычно метрологические характеристики оцениваются в ходе аттестации методики [10, 11]. Это и было признано в [14]: «... его (т.е. Руководства [5]) применение затруднено отсутствием полной модели процесса измерений». Другими словами, поскольку мы очень часто не знаем всех основных источников неопределенности, рассчитать указанным в [5] способом общую неопределенность для сколь либо сложных измерений не удастся.

В качестве альтернативы в [12] предлагается алгоритм, представленный на рис. 3.

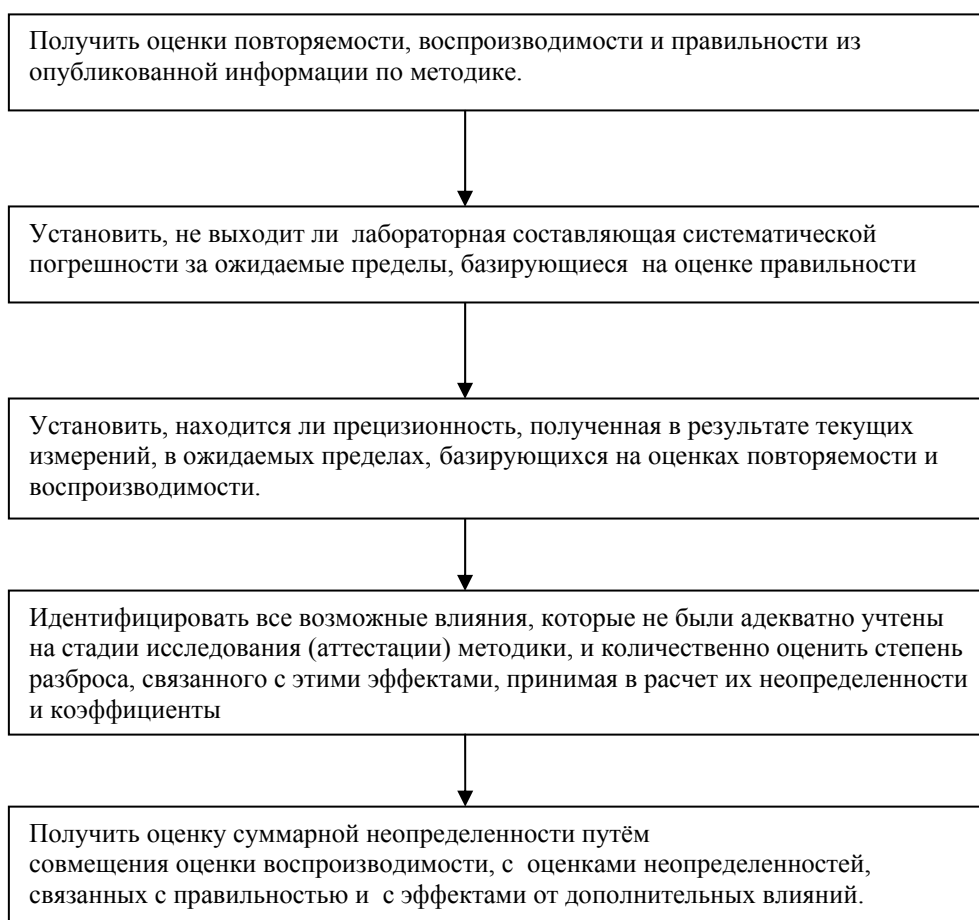


Рис. 3. Алгоритм оценки неопределенности.

Ниже даны примеры расчета неопределенности и корректного представления результатов измерений, соответствующие рекомендациям [8, 12] и приближенные к реальной практике.

ПРИМЕР 1

Лаборатория проводит определение pH молока по ГОСТ 26781-85 [13]. В тексте стандарта указано, что «предел возможных значений погрешности измерений = $\pm 0,04$ pH для принятой вероятности $P=0,95$ ». Как следует из вышесказанного, эта величина и есть неопределённость. Никаких дополнительных исследований и оценок проводить не требуется.

Предположим, измеренное значение $pH=6.94$. Тогда результат может быть записан либо как 6.94 , либо как 6.94 ± 0.04 .

ПРИМЕР 2

Лаборатория проводит определение кинематической вязкости мазута по ГОСТ 33-2000 [14]. В тексте стандарта указано, что «воспроизводимость» для мазутов составляет 7,4%. Нет оснований считать, что в процессе межлабораторного эксперимента не были учтены какие-либо дополнительные источники неопределенности, поэтому для расчёта неопределённости результатов достаточно использовать только сведения о воспроизводимости.

При ознакомлении с п. 14.3, стандарта становится ясно, что в нем приведены сведения о пределе воспроизводимости (R). Для перехода от предела воспроизводимости к соответствующему стандартному отклонению можно воспользоваться известным соотношением [12]:

$$R = 2.77 \sigma_R \approx 2.8 \sigma_R \quad (1)$$

Получаем:

Относительное стандартное отклонение воспроизводимости (оно же – относительная стандартная неопределённость)

$$\sigma_R = \frac{7.4\%}{2.8} \approx 2.64\% \quad (2)$$

Соответственно расширенная неопределённость при коэффициенте охвата равном 2

$$U = 2.64 \times 2 = 5.28\% \quad (3)$$

или

$$U = 0.0528X \quad (4)$$

При представлении результата допускается использование как стандартной неопределённости, так и расширенной неопределённости. В первом случае результат определения кинематической вязкости при найденном значении $263 \text{ мм}^2/\text{с}$ может быть выражен следующим образом:

Кинематическая вязкость: $263 \text{ мм}^2/\text{с}$
при стандартной неопределённости $7 \text{ мм}^2/\text{с}$ (одно стандартное отклонение)

Во втором случае:

Кинематическая вязкость $263 \pm 14 \text{ мм}^2/\text{с}$ (при коэффициенте охвата 2)

Предпочтительным – более наглядным – является второй вариант.

ПРИМЕР 3

Лаборатория проводит определение объемной доли бензола в бензине для широкого круга заказчиков по методике ГОСТ Р 51930 [15]. В тексте методики отсутствуют сведения о неопределённости результатов, но имеются некоторые исходные данные, по которым можно провести её оценку:

- окончательно приводимый результат есть результат единичного измерения;
- диапазон определения объёмной доли бензола от 0.1 до 5.0%;
- предел повторяемости (максимально допустимое расхождение между двумя параллельными определениями, полученными в условиях повторяемости) $r=0.08\%$;
- предел воспроизводимости (максимально допустимое расхождение между результатами, полученными в двух лабораториях) $R=0.18\%$;
- «тяжёлые ароматические соединения» оказывают мешающие воздействия на результат определения бензола;
- требуются специальные меры, чтобы обеспечить стабильность образца в процессе хранения и анализа;
- правильность результатов в межлабораторном эксперименте не оценивалась.

Сведения о пределах повторяемости и воспроизводимости приведены в абсолютных величинах. Для вычисления неопределённости необходимо перейти от пределов повторяемости и воспроизводимости к соответствующим стандартным отклонениям. Это легко сделать, пользуясь известными соотношениями [10]:

$$R=2.77\sigma_R \approx 2.8\sigma_R; \quad r=2.77\sigma_r \approx 2.8\sigma_r \quad (5)$$

Получаем:

$$\text{стандартное отклонение повторяемости } \sigma_r = \frac{0.08\%}{2.8} \approx 0.029\%;$$

$$\text{стандартное отклонение воспроизводимости } \sigma_R = \frac{0.18\%}{2.8} \approx 0.064\%.$$

Казалось бы, поставленная задача решена (как это было сделано в предыдущем примере). Если бы воспроизводимость охватывала бы все возможные источники неопределённости, то её значение являлось бы собственно неопределённостью и можно было бы сразу переходить к вычислению расширенной неопределённости U .

Тогда мы бы получили следующие значения неопределённости в крайних точках диапазона определяемой величины:

Содержание бензола	$u = \sigma_R$	$U = 2u$	Запись результата
0.1%	0.064	0.128	0.1 ± 0.1
5.0%	0.064	0.128	5.0 ± 0.1

Заметим здесь, что если бы при этом лаборатория рассчитывала результат как среднее из двух параллельных определений ($n=2$), то неопределенность была бы немного ниже:

Содержание бензола	$u = \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 (1 - 1/n)}$	$U = 2u$	Запись результата
0.1%	0.061	0.122	0.1 ± 0.1
5.0%	0.061	0.122	5.0 ± 0.1

Однако это снижение пренебрежимо мало и не оказывает влияния на конечный результат. Это иллюстрация того, что в данном случае (как и в большинстве других) увеличение числа параллельных определений не приводит к сколько-нибудь заметному снижению неопределённости, а параллельные определения проводятся для уменьшения вероятности грубых промахов.

Но! Как быть с данными о наличии мешающих влияний? Согласно методике их можно частично скомпенсировать внесением поправки, если иметь в своём распоряжении смесь углеводородов идентичную анализируемой пробе, но без бензола. Однако это невозможно, если лаборатория исследует пробы различного (и, как правило, неизвестного) состава.

Заметим, что в данном случае при межлабораторном эксперименте, проводимом в ходе аттестации методики, влияние вариации матрицы пробы на результаты измерений не учитывалось. Это связано с тем, что в таком эксперименте разные лаборатории исследуют специально подготовленные однородные пробы одного состава. Ясно, что влияние матрицы пробы на неопределённость результатов должно быть оценено лабораторией самостоятельно. В основе такой оценки должны лежать знания специалиста об объекте исследования (такие, как возможная вариация состава исследуемых в лаборатории проб, литературные данные о влиянии матрицы и т.д.).

Поскольку наш пример не привязан к конкретной ситуации, точной оценки влияния матрицы мы дать не можем. Предположим, тем не менее, что проведённая оценка дала значение 0,1 от найденной концентрации.

Второе «но» касается нестабильности пробы, которая также не вносила свой вклад в оценку воспроизводимости⁴. В реальной работе лаборатории отбор и хранение пробы из объекта до поступления её в лабораторию будет вносить дополнительную неопределённость. Оценим ее как 0,02 от найденной концентрации.

Для введения найденных оценок дополнительной неопределённости в расчёт пользуются следующим приемом. В уравнение измерения вводят дополнительные коэффициенты (множители или слагаемые) значение которых не изменяет результата измерения (для множителя «1», для слагаемого «0»). Но

⁴ Межлабораторный эксперимент для оценки воспроизводимости согласно [12] проводится на специальном образом подготовленных пробах, стабильность которых обеспечивается организаторами эксперимента.

каждый дополнительный коэффициент имеет собственную неопределённость, которая было оценена ранее. Тем самым появляется возможность рассчитать суммарную неопределённость.

Основываясь на принятых допущениях можно получить следующие значения неопределенности результатов анализа.

Содержание бензола	u_R	$u_{\text{матр.}}$	$u_{\text{проб.}}$	$u_{\text{сумм.}}$	$U = 2u_{\text{сумм}}$	Запись результата
0.1%	0.064	0.01	0.002	0.065	0.130	0.1 ± 0.1
5.0%	0.064	0.5	0.1	0.514	1.028	5.0 ± 1.0

Для промежуточных значений концентрации неопределённость можно рассчитать по формуле $U=0.018X+0,128$.

Из примера видно, что при низких концентрациях бензола дополнительные (неучтённые в процессе аттестации методики) факторы практически не оказывают влияния на неопределённость результата. При высоких концентрациях бензола их вклад в неопределённость результата резко возрастает. Таким образом, игнорирование дополнительных факторов может привести к переоценке качества результатов, и, как следствие, к ошибочному заключению о качестве бензина.

Как видно из текста и приведенных примеров, использовать понятие неопределенности в практической деятельности лабораторий технически не сложно. Правда, как это всегда бывает при введении новых понятий, переход к использованию неопределенности и связанным с ней величинам требует привыкания.

Литература

1. ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2000 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий». ИПК Издательство стандартов, 2001. 24 с.
2. Рекомендации по метрологии Р 50.2.028-2003. Алгоритмы построения градуировочных характеристик средств измерений состава веществ и материалов и оценивание их погрешностей (неопределенностей). ИПК Издательство стандартов, 2003.
3. Рекомендации по метрологии Р 50.2.038-2004. Измерения однократные прямые. Оценивание погрешностей и неопределенности результата измерений. ИПК Издательство стандартов, 2004.
4. International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology. ISO, Geneva, 1993. ISBN 0-948926-08-2.
5. EUROCHEM/CITAC Guide “Quantifying Uncertainty in Analytical Measurements”, Second Ed., 2000. Имеется русский перевод: Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК “Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях», второе издание. Пер. с англ. Р.Л.Кадиса, Г.Р.Нежиховского, В.Б.Симины под ред. Л.А.Конопелько. Санкт-Петербург, 2002 г. 141 с.
6. Кузнецов В.П. Измерительная техника. 2003. № 8. С. 21-27.
7. Cochren W.G. Sampling Techniques (2nd Ed.) J. Wiley & Sons, New York, 1963. 413 p.
8. ILAC G 17: 2002 “Introducing the Concept of Uncertainty of Measurement in Testing in Association with the Application of the Standard ISO/IFS 17025”. www.ilac.org
9. ILAC G 15: 2001 “Guidance for Accreditation to ISO/IFS 17025”. www.ilac.org
10. ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений» в 6 частях. ИПК Издательство стандартов, 2002.
11. МИ 2336-2002. «Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки».
12. ISO/TS 21748:2004 “Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation”.
13. ГОСТ 26781-85 «Молоко. Метод измерения рН.» М., Издательство стандартов, 1994
14. ГОСТ 33-2000 «Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчёт динамической вязкости», М., ИПК Издательство стандартов, 2001
15. ГОСТ Р 51930-2002 «Бензины автомобильные и авиационные. Определение бензола методом инфракрасной спектроскопии», М., ИПК Издательство стандартов, 2002.

Государственное предприятие
“Всероссийский научно–исследовательский
институт метрологии им. Д.И. Менделеева”



РУКОВОДСТВО

*по выражению
неопределенности
измерения*

Санкт–Петербург
1999

РУКОВОДСТВО ПО ВЫРАЖЕНИЮ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ

Руководство устанавливает общие правила оценки и выражения неопределенности измерения, которые, как намечено, должны быть применимы к широкому спектру измерений. Основой для Руководства является Рекомендация 1 (С1-1981) Международного комитета мер и весов (МКМВ, С1РМ) и Рекомендация INC-1 (1980) Рабочей группы по определению неопределенностей. Рабочая группа была организована Международным бюро мер и весов (МБМВ) по поручению МКМВ. Рекомендация МКМВ является единственной, касающейся выражения неопределенности измерения и одобренной межправительственной организацией.

Руководство подготовлено объединенной рабочей группой, состоящей из экспертов, назначенных МБМВ, МЭК, ИСО и МОЗМ.

Следующие семь организаций поддержали подготовку этого *Руководства*, которое публикуется по их поручению:

Международное бюро мер и весов (МБМВ, В1РМ)
Международная электротехническая комиссия (МЭК, IEC)
Международная федерация клинической химии (МФКХ, IFCC)
Международная организация по стандартизации (ИСО, ISO)
Международный союз по чистой и прикладной химии (ИЮПАК, IUPAC)
Международный союз по чистой и прикладной физике (ИЮПАП, IUPAP)
Международная организация законодательной метрологии (МОЗМ, OIML)

Пользователей *Руководства* приглашают присылать свои комментарии и вопросы для разъяснения в любую из семи поддерживающих организаций, почтовые адреса которых приведены ниже.

- BIPM Bureau international des poids et mesures
Pavilion de Breteuil
F.92312 Sèvres Cedex
France
- IEC International Electrotechnical Commission
3, rue de Varembe
Case postale 131
CH-1211 Genève20
Switzerland
- IFCC International Federation of Clinical Chemistry
Technical Secretariat
Centre du Médicament
Université de Nancy I
30, rue Lionnais
F-54000 Nancy
France
- ISO International Organization for Standardization
1, rue de Varembe
Case postale 56
CH-1211 Genève 20
Switzerland
- IUPAC International Union of Pure and Applied Chemistry
Bank Court Chambers
2-3 Pound Way
Templars Square, Cowley
Oxford OX4 3YF
United Kingdom
- IUPAP International Union of Pure and Applied Physics
Secretariat
Vittens gata 11
S-42165 V. Frölunda
Sweden
- OIML International Organization of Legal Metrology
11, rue Turgot
F-75009 Paris
France

Перевод с английского.

Аннотация. Руководство устанавливает общепринятые правила оценивания и выражения неопределенности в измерении.

Дескрипторы: измерение, результат измерения, стандартное отклонение, неопределенность, стандартная неопределенность, суммарная неопределенность, расширенная неопределенность, погрешность случайная и систематическая

Перевод аутентичен оригиналу. Количество: стр. 134, рис. 4, табл. 10. Переводчики: ОНТИ ГП

"ВНИИМ им. Д.И.Менделеева". Научный редактор проф. Слаев В.А.

III

ОГЛАВЛЕНИЕ

	Стр.		Стр.
Предисловие	V	Приложения	
0 Введение	VI	A Рекомендации Рабочей группы и МКМВ.....	31
1 Рассматриваемый вопрос	1	A.1 Рекомендация INC-1 (1980)	31
2 Определения	2	A.2 Рекомендация 1 (CI-1981)	31
2.1 Общие метрологические термины	2	A.3 Рекомендация 1 (CI-1986)	32
2.2 Термин "неопределенность"	2	B Основные метрологические термины	33
2.3 Термины, специфичные для этого		B.1 Источник определений	33
<i>Руководства</i>	3	B.2 Определения	33
3 Основные понятия.....	4	C Основные статистические термины и понятия	39
3.1 Измерение	4	C.1 Источник определений	39
3.2 Погрешности, эффекты и поправки	4	C.2 Определения	39
3.3 Неопределенность	5	C.3 Расшифровка терминов и понятий.....	43
3.4 Практические соображения	7	D "Истинное" значение, погрешность и	
4 Вычисление стандартной неопределенности	9	неопределенность	46
4.1 Моделирование измерения.....	9	D.1 Измеряемая величина \pm	46
4.2 Оценивание стандартной неопределенности		D.2 Реализованная величина	46
по типу А.....	10	D.3 "Истинное" значение и исправленное	
4.3 Оценивание стандартной неопределенности		значение	46
по типу В	12	D.4 Погрешность	48
4.4 Графическая иллюстрация оценивания		D.5 Неопределенность	48
стандартной неопределенности	16	D.6 Графическое представление	49
5 Определение суммарной стандартной		E Мотивация и основание для Рекомендации	
неопределенности	20	INC-1 (1980)	52
5.1 Некоррелированные входные величины ...	20	E.1 "Безопасная", "случайная" и	
5.2 Коррелированные входные величины	22	"систематическая"	52
6 Определение расширенной неопределенности.		E.2 Обоснование реалистическому оцениванию	
25		неопределенности	52
6.1 Введение	25	E.3 Оправдание для одинакового обращения	
6.2 Расширенная неопределенность	25	со всеми составляющими неопределенности	53
6.3 Выбор коэффициента охвата	26	E.4 Стандартные отклонения как меры	
7 Составление отчета о неопределенности.....	27	неопределенности.....	56
7.1 Общие рекомендации	27	E.5 Сравнение двух взглядов на	
7.2. Конкретные рекомендации	27	неопределенность	58
8 Краткое описание процедуры оценивания и		F Практические рекомендации по оцениванию	
выражения неопределенности	30	составляющих неопределенности.....	60
		F.1 Составляющие, оцениваемые на основе	
		повторных наблюдений: оценивание	
		стандартной неопределенности по типу А.	60
		F.2. Составляющие, оцениваемые с помощью	
		иных средств: оценивание стандартной	
		неопределенности по типу В	63
		G Степени свободы и уровни доверия	71
		G.1 Введение	71

IV

G.2	Центральная Предельная Теорема	72
G.3	t -распределение и степени свободы	73
G.4	Число эффективных степеней свободы	74
G.5	Другие соображения.....	76
G.6	Резюме и выводы	78
H	Примеры	82
H.1	Калибровка концевой меры длины	82
H.2	Одновременное измерение активного и реактивного сопротивлений	89
H.3	Калибровка термометра	94
H.4	Измерение активности	98
H.5	Анализ дисперсии	103
H.6	Измерения по эталонной шкале: твердость	109
J	Словарь основных символов	114
K	Библиография	118
	Алфавитный указатель	120

Предисловие

В 1978 г., признавая отсутствие международного единства по вопросу выражения неопределенности измерения, наивысший мировой авторитет в метрологии - Международный комитет мер и весов (МКМВ) обратился к Международному бюро мер и весов (МБМВ) с просьбой рассмотреть эту проблему совместно с национальными метрологическими лабораториями и разработать рекомендацию.

МБМВ подготовило подробную анкету, включающую все интересующие вопросы, и разослало ее 32 национальным метрологическим лабораториям, которые, как известно, интересуются данным вопросом (и, с информативной целью, пяти международным организациям). К началу 1979 г. были получены ответы из 21 лаборатории [1]. Почти все полагали, что важно прийти к принятой в международном масштабе методике для выражения неопределенности измерения и для суммирования частных составляющих неопределенности в одну общую неопределенность. Однако не было принято единого решения о методе, которым следует пользоваться. Тогда МБМВ организовало встречу с целью принятия единой и общепризнанной методики для определения неопределенности; ее посетили эксперты из 11 национальных метрологических лабораторий. Рабочая группа по составлению отчета о неопределенностях разработала Рекомендацию INC-1 (1980) "Выражение экспериментальных неопределенностей" [2]. Рекомендация была принята МКМВ в 1981 г. [3] и вновь утверждена в 1986 г. [4].

Задачу разработки подробного Руководства, основанного на Рекомендации Рабочей группы (которая является скорее кратким описанием, а не подробным предписанием) МКМВ передала Международной организации по стандартизации (ИСО), которая могла лучше выразить потребности, возникающие из широких интересов промышленности и торговли.

Ответственность была возложена на Техническую консультативную группу по метрологии ИСО (TAG 4), поскольку одной из ее задач является координация развития основных направлений в области измерений, которые представляют взаимный интерес для ИСО и шести организаций, принимающих участие вместе с ИСО в работе TAG 4: Международной электротехнической комиссии (МЭК), партнера ИСО по всемирной стандартизации; МКМВ и Международной организации законодательной метрологии (МОЗМ) - двух мировых метрологических организаций; Международного союза по чистой и прикладной химии (ИЮПАК) и Международного союза по чистой и прикладной физике (ИЮПАП), двух международных союзов, представляющих химию и физику, и Международной федерации клинической химии (МФКХ).

TAG 4, в свою очередь, учредила Рабочую группу 3 (ISO/TAG 4/WG 3), состоящую из экспертов, предложенных МБМВ, МЭК, ИСО и МОЗМ и назначенных председателем TAG 4. Перед ней была поставлена следующая задача:

разработать руководящий документ, базирующийся на Рекомендации Рабочей группы МБМВ по составлению отчета о неопределенностях, который давал бы правила выражения неопределенности измерения и использовался бы службами стандартизации, калибровки, аккредитации лабораторий и метрологии.

Цель данного руководства:

- обеспечить полную информацию о том, как составлять отчеты о неопределенностях;
- предоставить основу для международного сличения результатов измерения.

VI О ВВЕДЕНИЕ

0.1 При составлении отчета о результате измерения физической величины необходимо дать какое-либо количественное указание о качестве результата так, чтобы те, кто используют этот результат, могли бы оценить его надежность. Без такого указания результаты измерения нельзя сличить как друг с другом, так и со справочными значениями, данными в спецификации или стандарте. Поэтому необходимо наличие простой в применении, понятной и общепризнанной методики для характеристики качества результата измерения, т.е. для оценки и выражения его *неопределенности*.

0.2 Понятие "*неопределенности*", как определяемого в количественном отношении атрибута, является относительно новым в истории измерения, хотя термины "*погрешность*" и "*анализ погрешностей*" давно уже используются в практике науки об измерениях или метрологии. Сейчас общепризнано, что, когда все известные или предполагаемые компоненты погрешности оценены и внесены соответствующие поправки, все еще остается неопределенность относительно истинности указанного результата, т.е. сомнение в том, насколько точно результат измерения представляет значение измеряемой величины.

0.3 Также, как Международная система единиц (СИ), будучи системой практически универсального использования, привнесла согласованность во все научные и технологические измерения, всемирное единство в оценке и выражении неопределенности измерения обеспечило бы должное понимание и правильное использование широкого спектра результатов измерений в науке, технике, торговле, промышленности и регулирующих актах. В эру глобального рынка настоятельно необходимо, чтобы метод для оценки и выражения неопределенности был единым во всем мире так, чтобы измерения, проводимые в разных странах, можно было легко сличать.

0.4 Идеальный метод для оценки и выражения неопределенности результата измерения должен быть:

- *универсальным*: метод должен быть применим ко всем видам измерений и всем типам входящих данных, используемых в измерениях;

Величина, непосредственно используемая для выражения неопределенности, должна быть:

- *внутренне согласующейся*: она должна непосредственно выводиться из компонентов, составляющих ее, а также быть независимой от того, как эти компоненты группируются, и от деления компонентов на подкомпоненты;
- *допускающей передачу*: должна существовать возможность непосредственного использования неопределенности, оцененной для одного результата, как составляющей при оценке неопределенности другого измерения, в котором используется первый результат.

Далее, при многих промышленных и коммерческих применениях, а также в области здравоохранения и безопасности часто необходимо давать результат измерения с указанием интервала, в пределах которого, можно предполагать, находится большая часть распределения значений, которые обоснованно могут быть приписаны величине, подлежащей измерению. Таким образом, идеальный метод для оценки и выражения неопределенности измерения должен представлять возможность указать такой интервал, в частности, интервал с вероятностью охвата или уровнем доверия, который реально соответствует требуемому.

0.5 Этот руководящий документ базируется на методе, приведенном в Рекомендации INC-1 (1980) [2] Рабочей группы по составлению отчета о неопределенностях, которая была созвана МБМВ по просьбе МКМВ (см. Предисловие). Эта рекомендация, обоснование которой обсуждается в Приложении E, соответствует всем требованиям, указанным выше. Это не всегда так в большинстве других методов, используемых сегодня. Рекомендация INC-1 (1980) была одобрена и вновь подтверждена МКМВ в его собственных рекомендациях 1 (CI-1981) [3] и 1 (CI-1986) [4]. Перевод этих Рекомендаций МКМВ приведен в Приложении A (см. A.2 и A.3, соответственно). Поскольку этот документ опирается на Рекомендацию INC-1 (1980), ее перевод приведен в 07 и французский текст, который является авторским, - в A.1.

0.6 Краткая описание методики оценки и выражения неопределенности, приведенной в этом руководящем документе, дано в разделе 8 и ряд примеров подробно представлен в Приложении Н. Другие приложения касаются общих терминов в метрологии (Приложение В), основных статистических терминов и понятий (Приложение С), "истинного" значения, погрешности и неопределенности (Приложение D), практического руководства по оценке составляющих неопределенности (Приложение F), степеней свободы и уровней доверия (Приложение G), основных математических символов, используемых в этом документе (Приложение J) и библиографических ссылок (Приложение К). В конце документа дан алфавитный указатель.

0.7. РЕКОМЕНДАЦИЯ INC-1 (1980)

Выражение экспериментальных неопределенностей

1 Неопределенность в результате измерения обычно состоит из нескольких составляющих, которые можно сгруппировать в две категории в соответствии со способом оценки их численного значения:

- A. составляющие, которые оцениваются путем применения статистических методов,
- B. составляющие, которые оцениваются другими способами.

Не всегда можно провести простую параллель между классификацией по категориям А и В и ранее используемой классификацией по "случайным" и "систематическим" неопределенностям. Термин "систематическая неопределенность" может вносить неясность и поэтому его следует избегать.

Любой подробный отчет о неопределенности должен содержать полный список составляющих с указанием для каждой из них метода, используемого для получения ее численного значения.

2 Составляющие в категории А характеризуются оцененными дисперсиями s_i^2 (или оцененными стандартными отклонениями s_i) и числом степеней свободы ν_i . В случае необходимости следует указать ковариации.

3. Составляющие в категории В должны характеризоваться величинами u_j^2 , которые можно рассматривать как аппроксимации к соответствующим дисперсиям, существование

которых предполагается. Величины u_j^2 можно рассматривать как дисперсии, а величины u_j - как стандартные отклонения. При необходимости ковариации должны рассматриваться аналогично.

4. Суммарная неопределенность должна характеризоваться численным значением, полученным путем использования обычного метода для сложения дисперсий. Суммарная неопределенность и ее составляющие должны выражаться в виде "стандартных отклонений".

5 Если в особых случаях необходимо умножить суммарную неопределенность на какой-то множитель, чтобы получить общую неопределенность, то всегда должен быть указан используемый множитель.

РУКОВОДСТВО ПО ПРЕДСТАВЛЕНИЮ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ

1 РАССМАТРИВАЕМЫЙ ВОПРОС

1.1 Это *Руководство* устанавливает общие правила оценивания и выражения неопределенности измерения, которые следует соблюдать при различных уровнях точности и во многих областях, начиная от магазина до фундаментальных исследований. Поэтому принципы этого *Руководства* предназначены для использования в широком спектре измерений, включая те, которые требуются для:

- поддержания контроля качества и обеспечения качества в процессе производства;
- согласованности и усиления законов и регулирующих актов;
- проведения фундаментальных и прикладных исследований и разработок в науке и технике;
- калибровочных эталонов и приборов и проведения испытаний по всей национальной системе измерений для обеспечения единства измерений по национальным эталонам;
- разработки, поддержания и сличения международных и национальных эталонов единиц физических величин, включая стандартные образцы свойств веществ и материалов.

1.2 Это *Руководство*, главным образом, рассматривает выражение неопределенности измерения хорошо определенной физической величины - измеряемой величины, характеризуемой единственным значением. Если явление, представляющее интерес, можно представить только как распределение значений или оно зависит от одного или более параметров, таких как время, тогда измеряемые величины, требуемые для его описания, представляют собой ряд величин, описывающих это распределение или эту зависимость.

1.3 Это *Руководство* также применяется для оценивания и выражения неопределенности, связанной с концептуальным расчетом и теоретическим анализом экспериментов,

методов измерения и комплексных компонентов и систем. Так как результат измерения и его неопределенность могут быть умозрительными и полностью основанными на гипотетических данных, то термин "результат измерения", используемый в этом *Руководстве*, следует толковать в этом более широком контексте.

1.4 Это *Руководство* дает общие правила оценивания и выражения неопределенности измерения, а не подробные специальные технологические инструкции. Далее, в нем не обсуждается вопрос о том, как неопределенность конкретного результата измерения, оцененная однажды, может быть использована для различных целей, например, чтобы сделать выводы о совместимости этого результата с другими аналогичными результатами, для установления пределов на допуск в производственном процессе или для решения вопроса, можно ли безопасно предпринять определенный ход операции. Поэтому, может быть, необходимо создать конкретные стандарты, основанные на этом *Руководстве*, в которых бы рассматривались проблемы, характерные для специфичных областей измерения, или различные применения количественных выражений неопределенности. Эти стандарты могут быть упрощенными версиями данного *Руководства*, но должны содержать в себе подробности, которые соответствуют данному уровню точности и сложности измерений и характерны для конкретных случаев применения.

ПРИМЕЧАНИЕ - Могут встречаться ситуации, в которых концепция неопределенности измерения не полностью применима, например, когда точность метода испытаний определена (см., например, [5]).

2 ОПРЕДЕЛЕНИЯ

2.1 Общие метрологические термины

Определение ряда общих метрологических терминов, используемых в этом *Руководстве*, таких, как "измеримая величина", "измеряемая величина" и "погрешность измерения", даны в Приложении В. Эти определения взяты из *Международного словаря основных и общих терминов в метрологии* (сокращенно VIM) [6]. Кроме того, в Приложении С даются определения ряда основных статистических терминов, взятых большей частью из Международного стандарта ИСО 3534-1 [7]. Когда один из этих метрологических или статистических терминов (или близко с ним связанный термин) впервые используется в тексте, начиная с раздела 3, он печатается жирным шрифтом, а номер подраздела, в котором он определен, ставится в скобках.

Поскольку определение общего метрологического термина "неопределенность измерения" представляет особую важность для этого *Руководства*, то оно дается как в Приложении В, так и в 2.2.3. Определения наиболее важных терминов, характерных для этого *Руководства*, даны в 2.3.1-2.3.6. Во всех этих подразделах и в Приложениях В и С использование скобок вокруг определенных слов некоторых терминов означает, что их можно опустить, если маловероятно, что это вызовет путаницу.

2.2 Термин "неопределенность"

Понятие неопределенности далее обсуждается в разделе 3 и Приложении D.

2.2.1 Слово "неопределенность" означает сомнение и, таким образом, в своем самом широком смысле "неопределенность измерения" означает сомнение относительно достоверности результата измерения. Из-за отсутствия различных слов для этого *общего понятия* неопределенности и специальных величин, которые дают *количественные меры* этого понятия, как, например; стандартное отклонение, необходимо использовать слово "неопределенность" в этих двух различных смыслах.

2.2.2 В этом *Руководстве* слово "неопределенность", используемое без

прилагательных, относится как к общему понятию, так и к любым или всем количественным мерам этого понятия. Когда предполагается специфичное измерение, то используются соответствующие прилагательные.

2.2.3 Формальное определение термина "неопределенность измерения", разработанное для использования в этом *Руководстве* и принятое VIM [6] (VIM, пункт 3.9), следующее:

неопределенность (измерения)

есть параметр, связанный с результатом измерения, который характеризует дисперсию значений, которые могли быть обоснованно приписаны измеряемой величине.

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 Параметром может быть, например, стандартное отклонение (или данное кратное ему) или полуширина интервала, имеющего установленный уровень доверия.

2 Неопределенность измерения обычно включает много составляющих. Некоторые из этих составляющих могут быть оценены из статистического распределения результатов рядов измерений и могут характеризоваться экспериментальными стандартными отклонениями. Другие составляющие, которые также могут характеризоваться стандартными отклонениями, оценивают из предполагаемых распределений вероятностей, основанных на опыте или другой информации.

3 Очевидно, что результат измерения является наилучшей оценкой значения измеряемой величины и что все составляющие неопределенности, включая те, которые возникают от систематических эффектов, таких как составляющие, связанные с поправками и эталонами сравнения, вносят вклад в дисперсию.

2.2.4 Определение неопределенности измерения, данное в 2.2.3, является рабочим, которое сфокусировано на результат измерения и его оцененную неопределенность. Однако оно не расходится с другими понятиями неопределенности измерения, такими как:

- мера возможной погрешности оцененного значения измеряемой величины, полученной как результат измерения;

- оценка, характеризующая диапазон значений, в пределах которого находится истинное значение измеряемой величины (VIM, первое издание, 1984, п. 3.09).

Хотя эти два традиционных понятия справедливы как идеальные, они сосредоточивают внимание на *неизвестные* величины: "погрешность" результата измерения и "истинное значение" измеряемой величины (в противоположность его оцененному значению), соответственно. Тем не менее, независимо от того, какое понятие неопределенности принято, составляющая неопределенности всегда оценивается с использованием тех же самых данных и имеющейся информации (см. также Е.5).

2.3 Термины, специфичные для этого Руководства

В основном, термины, которые специально введены для этого *Руководства*, определяются в тексте, когда они впервые вводятся. Однако определения наиболее важных из этих терминов даны здесь для удобства.

ПРИМЕЧАНИЕ - Дальнейшее обсуждение терминов, связанных с приведенными, можно найти следующим образом: для 2.3.2 см. 3.3.3 и 4.2; для 2.3.3 см. 3.3.3 и 4.3; для 2.3.4 см. раздел 5 и уравнения (10) и (13); и для 2.3.5 и 2.3.6 см. раздел 6.

2.3.1 Стандартная неопределенность - неопределенность результата измерения, выраженная как стандартное отклонение.

2.3.2 Оценка (неопределенности) по типу А - метод оценивания неопределенности путем статистического анализа рядов наблюдений.

2.3.3 Оценка (неопределенности) по типу В - метод оценивания неопределенности иным способом, чем статистический анализ рядов наблюдений.

2.3.4 Суммарная стандартная неопределенность - стандартная неопределенность результата измерения, когда результат получают из значений ряда других величин, равная положительному квадратному корню суммы

членов, причем члены являются дисперсиями или ковариациями этих других величин, взвешенными в соответствии с тем, как результат измерения изменяется в зависимости от изменения этих величин.

2.3.5 Расширенная неопределенность - величина, определяющая интервал вокруг результата измерения, в пределах которого, можно ожидать, находится большая часть распределения значений, которые с достаточным основанием могли быть приписаны измеряемой величине.

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 Эта часть распределения может рассматриваться как вероятность охвата или уровень доверия для интервала.

2 Установление связи между конкретным уровнем доверия и интервалом, определенным расширенной неопределенностью, требует явных и неявных предположений относительно распределения вероятностей, характеризуемого результатом измерения и его суммарной стандартной неопределенностью. Уровень доверия, который может быть приписан этому интервалу, может быть известен только до той степени, в которой такие предположения могут быть оправданы.

3 Расширенная неопределенность называется общей неопределенностью в параграфе 5 Рекомендаций INC-1 (1980).

2.3.6 Коэффициент охвата - числовой коэффициент, используемый как множитель суммарной стандартной неопределенности для получения расширенной неопределенности.

ПРИМЕЧАНИЕ - Коэффициент покрытия k обычно находится в диапазоне от 2 до 3.

3 Основные понятия

Дополнительное обсуждение основных понятий можно найти в Приложении D, в котором основное внимание уделено идеям "истинного" значения, погрешности и неопределенности и дается графическое представление этих понятий; и в Приложении E, где исследуется обоснование и статистическая база Рекомендации INC-1 (1980), на которых основано это *Руководство*. В Приложении J дается словарь основных математических символов, используемых в этом *Руководстве*.

3.1 Измерение

3.1.1 Целью измерения (B.2.5) является определение значения (B.2.2) измеряемой величины (B.2.9), т.е. значения определенной величины (B.2.1, Примечание 1), которую надо измерить. Поэтому измерение начинается с соответствующей спецификации измеряемой величины, метода измерения (B.2.7) и измерительной процедуры (B.2.8).

ПРИМЕЧАНИЕ - Термин "истинное значение" (см. Приложение D) не используется в этом *Руководстве* по причинам, указанным в D.3.5; термины "значение измеряемой величины" (или величины) и "истинное значение измеряемой величины" (или величины) рассматриваются как эквивалентные.

3.1.2 Обычно результат измерения (B.2.11) является только аппроксимацией или оценкой (C.2.26) значения измеряемой величины и, таким образом, будет полным, только когда сопровождается установлением неопределенности (B.2.18) этой оценки.

3.1.3 На практике спецификация или определение измеряемой величины зависит от требуемой точности измерения (B.2.14). Измеряемую величину следует определять с достаточной полнотой по отношению к требуемой точности, чтобы для всех практических целей, связанных с измерением, ее значение было единственным. Именно в этом смысле данное выражение "значение измеряемой величины" используется в этом *Руководстве*.

ПРИМЕР - Если длину стального стержня с номинальной длиной 1 м нужно определить с точностью до микрометра, то его спецификация должна включать температуру и давление, при

которых эта длина определяется. Таким образом, измеряемую величину следует специфицировать, как, например, длина стержня при 25,00 °C и 101325 Па (плюс любые другие определяющие параметры, которые считают необходимыми, такие как способ, с помощью которого этот стержень поддерживается). Однако если длина должна быть определена только с точностью до миллиметра, то ее спецификация не требует определения температуры или давления или значения любого другого определяющего параметра.

ПРИМЕЧАНИЕ - Неполное определение измеряемой величины может вызвать достаточно большую составляющую неопределенности, которая должна быть включена в оценку неопределенности результата измерения (см. D.1.1, D.3.4 и D.6.2).

3.1.4 Во многих случаях результат измерения определяется на основе рядов наблюдений, полученных при условиях повторяемости (B.2.15, Примечание 1).

3.1.5 Предполагается, что изменения в повторных наблюдениях возникают из-за влияющих величин (B.2.10), которые могут оказывать влияние на результат измерения и которые невозможно поддерживать полностью постоянными.

3.1.6. Математическая модель измерения, которая преобразует ряд повторных наблюдений в результат измерения, является крайне важной, т.к., кроме наблюдений, она обычно включает различные влияющие величины, которые точно неизвестны. Это отсутствие знания вносит вклад в неопределенность результата измерения наряду с изменениями повторных наблюдений и любой неопределенностью, связанной с самой математической моделью.

3.1.7 Это *Руководство* трактует измеряемую величину как скаляр (единичную величину). Распространение на ряд связанных измеряемых величин, определенных одновременно в том же самом измерении, требует замены скалярной измеряемой величины и ее дисперсии (C.2.11, C.2.20, C.3.2) на векторную измеряемую величину и ковариационную матрицу (C.3.5). Такая замена рассматривается в этом *Руководстве* только в примерах (см. H.2, H.3 и H.4).

3.2 Погрешности, эффекты и поправки

3.2.1 Обычно измерение обладает рядом несовершенств, которые вызывают **погрешность** (В.2.19) результата измерения. Традиционно погрешность рассматривают как состоящую из двух составляющих, а именно - **случайной** (В.2.20) и **систематической** (В.2.21) составляющей.

ПРИМЕЧАНИЕ - Погрешность - идеализированное понятие, и погрешности не могут быть известны точно.

3.2.2 Случайная погрешность предположительно возникает из непредсказуемых или стохастических временных и пространственных изменений влияющих величин. Эффекты таких изменений, ниже называемые *случайные эффекты*, вызывают изменения измеряемой величины при повторных наблюдениях. Хотя случайная погрешность результата измерения не может быть компенсирована поправкой, ее обычно можно уменьшить, увеличив число наблюдений; ее **математическое ожидание** или **ожидаемое значение** (С.2.9, С.3.1) равняется нулю.

ПРИМЕЧАНИЯ.

1. Экспериментальное стандартное отклонение среднего арифметического или усредненного значения рядов наблюдений (см. 4.2.3) *не* является случайной погрешностью среднего значения, хотя оно так называется в некоторых публикациях. Это, на самом деле, мера *неопределенности* среднего значения, обусловленной случайными эффектами. Точное значение погрешности среднего значения, возникающей из-за этих эффектов, не может быть известно.

2. В этом *Руководстве* большое внимание уделяется различию терминов "погрешность" и "неопределенность". Они не синонимы и представляют собой совершенно различные понятия; их не следует путать друг с другом или неправильно использовать.

3.2.3 Систематическую погрешность, подобно случайной погрешности, нельзя устранить, но ее также часто можно уменьшить. Если систематическая погрешность возникает в результате известного эффекта влияющей величины на результат измерения, ниже называемого *систематическим эффектом*, то можно определить значение этого эффекта и, если оно значительно по размеру по сравнению с требуемой точностью измерения, то можно внести **поправку** (В.2.23) или **поправочный коэффициент** (В.2.24) для компенсации этого эффекта. Предполагается, что после внесения поправки математическое ожидание или

ожидаемое значение погрешности, возникающей от систематического эффекта, равно нулю.

ПРИМЕЧАНИЕ - Неопределенность поправки, вносимой в результат измерения для компенсации систематического эффекта, не является систематической погрешностью, часто называемой смещением, результата измерения, вызванного этим эффектом, как она иногда называется. Это, на самом деле, мера *неопределенности* результата из-за неполного знания требуемого значения поправки. Погрешность, возникающая от неполной компенсации систематического эффекта, не может быть известна точно. Термины "погрешность" и "неопределенность" следует использовать правильно и следить за тем, чтобы не путать их.

3.2.4 Предполагают, что в результат измерения внесены поправки на все известные значимые систематические эффекты и что предприняты все усилия, чтобы узнать такие эффекты.

ПРИМЕР. Поправку, обусловленную конечным значением импеданса вольтметра, используемого для определения разности потенциалов (измеряемая величина) в резисторе с высоким импедансом, вносят для уменьшения систематического эффекта на результат измерения, возникающего в результате эффекта нагружения вольтметра. Однако значения импедансов вольтметра и резистора, которые используются для оценивания значения поправки и получены в результате других измерений, сами неопределенны. Эти неопределенности используют для оценивания составляющей неопределенности определения разности потенциалов, возникающей из-за поправки и, таким образом, из систематического эффекта, обусловленного конечным импедансом вольтметра.

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 Часто измерительные приборы и системы настраиваются или калибруются с использованием эталонов и стандартных образцов, чтобы исключить систематические эффекты; однако неопределенности, связанные с этими эталонами и стандартными образцами, все же должны учитываться.

2 Случай, в котором не вносится поправка на известный значимый систематический эффект, обсуждается в Примечании к 6.3.1 и F.2.4.5.

3.3 Неопределенность.

3.3.1 Неопределенность результата измерения отражает отсутствие точного знания значения измеряемой величины (см. 2.2). Результат измерения после внесения поправки на известные систематические эффекты все еще является только

оценкой значения измеряемой величины вследствие неопределенности, возникающей из-за случайных эффектов и неточной поправки результата на систематические эффекты.

ПРИМЕЧАНИЕ - Результат измерения (после внесения поправки) может быть, не зная того, очень близким к значению измеряемой величины (и поэтому иметь пренебрежимо малую погрешность), даже если он может иметь большую неопределенность. Таким образом, неопределенность результата измерения не следует путать с неизвестным остатком погрешности.

3.3.2 На практике существует много возможных источников неопределенности при измерении, включая:

- a) неполное определение измеряемой величины;
- b) несовершенную реализацию определения измеряемой величины;
- c) нерепрезентативную выборку - измеренный образец может не представлять определяемую измеряемую величину;
- d) неадекватное знание эффектов от условий окружающей среды, влияющих на измерение, или несовершенное измерение условий окружающей среды;
- e) субъективная систематическая погрешность оператора при снятии показаний аналоговых приборов;
- f) конечное разрешающая способность прибора или порог чувствительности;
- g) неточные значения, приписанные эталонам, используемым для измерения, и стандартным образцам веществ и материалов;
- h) неточные значения констант и других параметров, полученных из внешних источников и используемых в алгоритме обработки данных;
- i) аппроксимации и предположения, используемые в методе измерения и измерительной процедуре;
- j) изменения в повторных наблюдениях измеряемой величины при явно одинаковых условиях.

Эти источники необязательно являются независимыми, и некоторые из источников от a) до i) могут вносить вклад в источник j). Конечно, неизвестный систематический эффект не может быть учтен в оценке неопределенности результата измерения, но он вносит вклад в его погрешность.

3.3.3 Рекомендация INC-1 (1980) Рабочей группы по определению неопределенностей группирует составляющие неопределенностей в две категории

в соответствии с методами их оценки: "А" и "В" (см. 0.7, 2.3.2 и 2.3.3). Эти категории относятся к *неопределенности* и не являются заменителями слов "случайная" и "систематическая". Неопределенность от внесения поправки на известный систематический эффект может быть получена в некоторых случаях как оценка по типу А, в то время как в других случаях - как оценка по типу В, также как и неопределенность, характеризующая случайный эффект.

ПРИМЕЧАНИЕ - В некоторых публикациях составляющие неопределенности разделяют на категории "случайной" и "систематической" и связывают с погрешностями, возникающими соответственно из случайных и известных систематических эффектов. Такое разделение составляющих неопределенности может быть двусмысленным при общем применении. Например, "случайная" составляющая неопределенности в одном измерении может стать "систематической" составляющей неопределенности в другом измерении, в котором результат первого измерения используется в качестве входных данных. При разделении на категории методов оценки составляющих неопределенности, а не самих составляющих, такая двусмысленность устраняется. В то же время это не мешает собирать отдельные составляющие, которые были оценены этими двумя различными методами, в указанные группы, чтобы использовать для конкретной цели (см. 3.4.3).

3.3.4 Целью классификации на тип А и тип В является показ двух различных способов оценки составляющих неопределенности, и она используется только для удобства обсуждения; она не предназначена для показа того факта, что существует какое-либо различие в природе этих составляющих, являющихся результатом этих двух типов вычисления. Оба типа оценивания основаны на **распределениях вероятностей** (С.2.3), и составляющие неопределенности, являющиеся результатом использования каждого типа, определяются количественно дисперсией или стандартным отклонением.

3.3.5 Оцененную дисперсию u^2 , характеризующую составляющую неопределенности, полученную в результате оценивания по типу А, вычисляют из рядов повторных наблюдений, и она является знакомой статистической оценкой дисперсии s^2 (см. 4.2). Оцененное **стандартное отклонение** (С.2.12, С.2.21, С.3.3) u , положительный квадратный корень из u^2 , является, таким образом, $u=s$ и для удобства его иногда называют **стандартной неопределенностью типа А**. Для составляющей неопределенности, полученной из оценивания по типу В, оцениваемую дисперсию u^2

вычисляют, используя имеющиеся данные (см. 4.3), и оцененное стандартное отклонение u иногда называют *стандартной неопределенностью типа В*.

Таким образом, стандартную неопределенность типа А получают из **функции плотности вероятностей** (С.2.5), полученной из наблюдаемого **распределения по частоте** (С.2.18); в то время как стандартную неопределенность типа В получают из предполагаемой функции плотности вероятностей, основанной на степени уверенности в том, что событие произойдет (эта вероятность часто называется **субъективной вероятностью** [С.2.1]). Оба эти подхода являются признанными интерпретациями вероятности.

ПРИМЕЧАНИЕ - Оценка составляющей неопределенности по типу В обычно основывается на фонде сравнительно надежной информации (см. 4.3.1).

3.3.6 Стандартная неопределенность результата измерения, когда результат получают из значений ряда других величин, называется *суммарной стандартной неопределенностью* и обозначается как u_c . Она является оцененным стандартным отклонением, связанным с результатом, и равна положительному квадратному корню из суммарной дисперсии, полученной из всех составляющих дисперсии и **ковариаций** (С.3.4), однако вычисленная путем использования так называемого в *Руководстве* закона распространения неопределенности (см. раздел 5).

3.3.7 Для удовлетворения требований в некоторых областях промышленности и торговли, а также требований в области здравоохранения и безопасности *расширенную неопределенность U* получают умножением суммарной стандартной неопределенности u_c на *коэффициент охвата k*. Намеченной целью U является показ интервала около результата измерения, в пределах которого, можно ожидать, находится большая часть распределения значений, которые могли быть с достаточным основанием приписаны измеряемой величине.

ПРИМЕЧАНИЕ - Коэффициент охвата k всегда должен быть указан, чтобы можно было снова получить стандартную неопределенность измеряемой величины для использования ее при вычислении суммарной стандартной неопределенности других результатов измерений, которые могут зависеть от этой величины.

3.4 Практические соображения

3.4.1 Если все величины, от которых зависит результат измерения, изменяются, 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. Таким образом, в данном *Руководстве* подразумевается, что измерение можно моделировать математически до степени, определяемой требуемой точностью измерения.

3.4.2 Поскольку математическая модель может быть неполной, все упомянутые величины следует изменять до самой полной практической степени, чтобы оценивание неопределенности, насколько это возможно, могло быть основано на наблюдаемых данных. Всякий раз, когда это доступно, использование эмпирических моделей измерения, основанных на долговременных количественных данных, и использование эталонов сравнения и контрольных карт, которые могут показать, находится ли измерение под статистическим контролем, должны составлять часть усилий, которые необходимо затратить для получения надежных оценок неопределенности. Математическая модель должна всегда пересматриваться, когда наблюдаемые данные, включая результаты независимых определений той же самой измеряемой величины, показывают, что модель неполна. Хорошо спланированный эксперимент может значительно способствовать повышению надежности оценок неопределенности и является частью искусства проведения измерения.

3.4.3 Для того чтобы решить, нормально ли функционирует измерительная система, экспериментально наблюдаемая изменчивость ее выходных величин, оцененная их наблюдаемыми стандартными отклонениями, часто сравнивают с предсказанным стандартным отклонением, полученным суммированием различных составляющих неопределенности, которые характеризуют измерение. В таких случаях следует рассматривать только те составляющие (независимо от того, получены ли они из оценивания по типу А или типу В), которые могут внести вклад в экспериментально наблюдаемую изменчивость этих выходных величин.

ПРИМЕЧАНИЕ - Такой анализ может быть облегчен собиранием тех составляющих, которые вносят вклад в изменчивость, и тех, которые не вносят вклад, в две отдельные соответствующим образом помеченные группы.

3.4.4 В некоторых случаях нет необходимости включать неопределенность поправки на систематический эффект в оценивание неопределенности результата измерения. Хотя неопределенность уже оценена, ею можно пренебречь, если ее вклад в суммарную стандартную неопределенность результата измерения незначителен. Если значение самой поправки незначительно по сравнению с суммарной стандартной неопределенностью, то ею самой тоже можно пренебречь.

3.4.5 Как часто случается на практике, особенно в области законодательной метрологии, измерительный прибор поверяется сравнением с эталоном и неопределенности, связанные с эталоном и процедурой сравнения, пренебрежимо малы по сравнению с требуемой точностью поверки. Примером может служить использование набора хорошо откалиброванных эталонов массы для поверки шкалы коммерческого прибора. В таких случаях, поскольку составляющие неопределенности достаточно малы, чтобы ими можно было пренебречь, измерение может рассматриваться как определение погрешности поверяемого устройства (см. также F.2.4.2).

3.4.6 Оценка значения измеряемой величины, полученная в результате измерения, иногда выражается в единицах, принятых для эталона, а не в единицах, соответствующих Международной системе единиц физических величин (СИ). В таких случаях значение неопределенности, приписываемое результату измерения, может быть значительно меньше, чем когда результат выражается в соответствующих единицах СИ (в действительности, измеряемая величина была переопределена как отношение значения измеряемой величины к принятой величине эталона).

ПРИМЕР - Зенеровский эталон напряжения высокого качества откалиброван сравнением с эталоном напряжения на эффекте Джозефсона, основанном на принятом значении постоянной Джозефсона, рекомендованном для международного использования МКМВ. Относительная суммарная стандартная неопределенность $u_c(V_x)/V_x$ (см. 5.1.6) калиброванной разности потенциалов V_x зенеровского эталона равна $2 \cdot 10^{-8}$, когда V_x выражается в терминах принятых величин, но $u_c(V_x)/V_x$ равняется $4 \cdot 10^{-7}$, когда V_x выражается в

единицах СИ для разности потенциалов V из-за дополнительной неопределенности, связанной со значением постоянной Джозефсона в единицах СИ.

3.4.7 Грубые ошибки при регистрации или анализе данных могут вносить значительную неизвестную погрешность в результат измерения. Большие грубые ошибки обычно можно распознать путем должной проверки данных; небольшие - могут быть замаскированы или даже проявиться в виде случайных изменений. Меры неопределенности не предназначены дать объяснение таким ошибкам.

3.4.8 Хотя это *Руководство* дает схему определения неопределенности, оно не может заменить критическое размышление, интеллектуальную честность и профессиональное мастерство. Оценка неопределенности не является ни рутинной работой, ни чисто математической; она зависит от детального знания природы измеряемой величины и измерения. Поэтому качество и ценность упомянутой неопределенности результата измерения, в конечном счете, зависит от понимания, критического анализа и честности тех, кто участвует в приписывании ее значения.

4 Вычисление стандартной неопределенности

Дополнительное руководство по оцениванию составляющих неопределенности, главным образом практического характера, можно найти в Приложении F.

4.1 Моделирование измерения.

4.1.1 В большинстве случаев измеряемая величина Y не является прямо измеряемой, а зависит от N других измеряемых величин X_1, X_2, \dots, X_N через функциональную зависимость f :

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N) \quad (1)$$

ПРИМЕЧАНИЯ.

1. Для экономии обозначений в этом *Руководстве* один и тот же символ используется для обозначения физической величины (измеряемой величины) и случайной переменной (см. 4.2.1), которая представляет возможный результат наблюдения за этой величиной. Когда указывается, что величина на входе X_i имеет определенное распределение вероятностей, то символ используется в последнем смысле; предполагается, что физическая величина сама характеризуется существенно единственным значением (см. 1.2 и 3.1.3).
2. В рядах наблюдений k -тое наблюдаемое значение X_i обозначается как $X_{i,k}$; поэтому, если R обозначает сопротивление резистора, то k -тое наблюдаемое значение сопротивления обозначается как R_k .
3. Оценка X_i (строго говоря, его ожидания) обозначается x_i .

ПРИМЕР - Энергия P (измеряемая величина), рассеиваемая при температуре t терморезистором, имеющим значение R_0 при определенной температуре t_0 и при линейном температурном коэффициенте сопротивления α с разностью потенциалов V , подаваемых на клеммы, зависит от V, R_0, α и t согласно

$$P = f(V, R_0, \alpha, t) = V^2 / R_0 [(1 + \alpha(t - t_0))]$$

ПРИМЕЧАНИЕ - Другие методы измерения P следует моделировать с помощью других математических выражений.

4.1.2 Сами входные величины X_1, X_2, \dots, X_N , от которых зависит выходная величина Y , можно рассматривать как измеряемые величины, и они сами могут зависеть от других величин, включая поправки и поправочные коэффициенты на систематические эффекты, что ведет к сложной функциональной зависимости f , которая никогда не может быть записана точно. Кроме того, f можно определить экспериментально (см. 5.1.4) или может существовать только как алгоритм, который должен быть реализован численно. Функцию f , в том виде как она представлена в этом *Руководстве*, следует интерпретировать в этом более широком смысле, а именно - как функцию, которая содержит каждую величину, включая все поправки и поправочные коэффициенты, которые могут внести значительную составляющую в результат измерения.

Таким образом, если данные показывают, что f не моделирует измерение до степени, налагаемой требуемой точностью результата измерения, то дополнительные входные величины должны быть включены в f для устранения неадекватности (см. 3.4.2). Это может потребовать введения входной величины, чтобы отразить неполное знание явления, которое влияет на измеряемую величину. В примере 4.1.1 дополнительные входные величины могут быть необходимы, чтобы объяснить известное неравномерное распределение температуры по резистору, возможный нелинейный температурный коэффициент сопротивления или возможную зависимость сопротивления от атмосферного давления.

ПРИМЕЧАНИЕ - Тем не менее, уравнение (1) может быть настолько элементарным, как $Y = X_1 - X_2$. Оно отражает модели, например, сравнения двух определений одной и той же величины X .

4.1.3 Набор входных величин X_1, X_2, \dots, X_N можно разделить на следующие категории:

- величины, чьи значения и неопределенности определяются непосредственно в текущем измерении. Эти значения и неопределенности можно получить, например, в результате одного

наблюдения, повторных наблюдений или заключения, основанного на опыте, и могут требовать определения поправок в показания прибора и поправок на влияющие величины такие, как окружающая температура, атмосферное давление и влажность;

- величины, чьи значения u неопределенности вносятся в измерение из внешних источников, такие как величины, связанные с аттестованными эталонами, стандартными образцами веществ и материалов или стандартными справочными данными.

4.1.4 Оценку измеряемой величины Y , обозначенную y , получают из уравнения (1), используя входные оценки x_1, x_2, \dots, x_N для значений N величин X_1, X_2, \dots, X_N . Таким образом, выходная оценка y , которая является результатом измерения, выражается следующим образом:

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N). \quad (2)$$

ПРИМЕЧАНИЕ - В некоторых случаях оценку y можно получить из:

$$y = \bar{Y} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n Y_k = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n f(X_{1,k}, X_{2,k}, \dots, X_{N,k})$$

Таким образом, y берется как среднее арифметическое или как среднее значение (см. 4.2.1) n независимых определений Y_k величины Y ; при этом каждое определение имеет одну и ту же неопределенность и каждое основано на полном наборе наблюдаемых значений N входных величин X_i , полученных в то же самое время. Этому способу усреднения вместо: $y = f(\bar{X}_1, \bar{X}_2, \dots, \bar{X}_N)$, где $\bar{X}_i = (\sum_{k=1}^n X_{i,k}) / n$ является средним арифметическим отдельных наблюдений $X_{i,k}$, можно отдать предпочтение, когда f является нелинейной функцией входных величин X_1, X_2, \dots, X_N , но два подхода являются идентичными, если f является линейной функцией от X_i (см. Н.2 и Н.4).

4.1.5 Оцененное стандартное отклонение, связанное с выходной оценкой или с результатом измерения y , называемое суммарной стандартной неопределенностью и обозначаемое $u_c(y)$, получают из оцененного

стандартного отклонения, связанного с каждой входной оценкой x_i , называемого стандартной неопределенностью и обозначаемой $u(x_i)$ (см. 3.3.5 и 3.3.6).

4.1.6 Каждую входную оценку x_i и связанную с ней стандартную неопределенность $u(x_i)$ получают из распределения возможных значений входной величины X_i . Это распределение вероятностей может быть основано на частоте, т.е. на рядах наблюдений $X_{i,k}$ величин X_i , или оно может быть априорным распределением. Оценивания составляющих стандартной неопределенности по типу А основаны на распределениях частоты, в то время как оценивания по типу В базируются на априорных распределениях. Необходимо признать, что в обоих случаях распределения являются моделями, которые используются, чтобы представить состояние нашего знания.

4.2 Оценивание стандартной неопределенности по типу А.

4.2.1 В большинстве случаев наилучшая доступная оценка математического ожидания или ожидаемого значения μ_q величины q , изменяющейся случайным образом [случайная переменная (С.2.2)], для которой были получены n независимых наблюдений q_k при одинаковых условиях измерения (см. В.2.1.5), является среднее арифметическое или среднее значение \bar{q} (С.2.19) из n наблюдений:

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n q_k \quad (3)$$

Таким образом, для входной величины X_i , оцененной из n независимых повторных наблюдений $X_{i,k}$, среднее арифметическое \bar{X}_i , полученное из уравнения (3), используется как входная оценка x_i в уравнении (2) для определения результата измерения y ; т.е. $x_i = \bar{X}_i$. Те входные оценки, которые не определены из повторных наблюдений, должны быть получены другими методами, такими как те, которые указаны во второй категории п. 4.1.3.

4.2.2 Отдельные наблюдения q_k отличаются по значению из-за случайных изменений

влияющих величин или случайных эффектов (см. 3.2.2). Экспериментальную дисперсию наблюдений, которая оценивает дисперсию σ^2 распределения вероятностей q , получают, как:

$$s^2(q_k) = \frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (q_k - \bar{q})^2 \quad (4)$$

Эта оценка дисперсии выборки и ее положительный квадратный корень $s(q_k)$, называемый **экспериментальным стандартным отклонением** (В.2.17), характеризует изменчивость наблюдаемых значений q_k или, точнее, их дисперсию относительно среднего значения \bar{q} .

4.2.3 Наилучшая оценка $\sigma^2(\bar{q}) = \sigma^2/n$ дисперсии среднего значения выражается, как:

$$s^2(\bar{q}) = \frac{s^2(q_k)}{n} \quad (5)$$

Экспериментальная дисперсия среднего $s^2(\bar{q})$ и **экспериментальное стандартное отклонение среднего значения** $s(\bar{q})$ (В.2.17, Примечание 2), равное положительному квадратному корню из $s^2(\bar{q})$, количественно определяют, насколько хорошо \bar{q} оценивает ожидание μ_k величины q , и также могут быть использованы в качестве меры неопределенности \bar{q} .

Таким образом, для входной величины X_i , определенной из n независимых повторных наблюдений $X_{i,k}$, стандартная неопределенность $u(x_i)$ ее оценки $x_i = \bar{X}_i$ есть $u(x_i) = s(\bar{X}_i)$ с $s^2(\bar{X}_i)$, вычисленным согласно уравнению (5). Для удобства $u^2(x_i) = s^2(\bar{X}_i)$ и $u(x_i) = s(\bar{X}_i)$ иногда соответственно называют **дисперсией типа А** и **стандартной неопределенностью типа А**.

ПРИМЕЧАНИЯ.

1. Число наблюдений n должно быть достаточно большим, чтобы \bar{q} давало надежную оценку ожидания μ_q случайной переменной q и чтобы $s^2(\bar{q})$ обеспечивало надежную оценку дисперсии $\sigma^2(\bar{q}) = \sigma^2/n$ (см. Примечание к 4.3.2.). При построении доверительных интервалов (см. 6.2.2) следует принимать во

внимание различие между $s^2(\bar{q})$ и $\sigma^2(\bar{q})$. В этом случае, если распределение вероятностей q является нормальным распределением (см. 4.3.4), то разница учитывается посредством t -распределения (см. G.3.2).

2. Хотя дисперсия $s^2(\bar{q})$ является более фундаментальной величиной, на практике стандартное отклонение $s(\bar{q})$ является более удобным, т.к. оно имеет ту же самую размерность, что и q , и более легко понимаемое значение, чем значение дисперсии.

4.2.4 Для хорошо определенного измерения, находящегося под статистическим контролем, для метода может иметься суммарная или комбинированная оценка дисперсии s_p^2 (или суммарное экспериментальное стандартное отклонение s_p), которые характеризуют измерение. В таких случаях, когда значение измеряемой величины q определяется из n независимых наблюдений, экспериментальная дисперсия среднего арифметического значения наблюдений \bar{q} лучше оценивается, как s_p^2/n , чем $s^2(\bar{q})/n$, и стандартная неопределенность есть $u = s_p/\sqrt{n}$ (см. также Примечание к Н.3.6).

4.2.5 Часто оценку x_i входной величины X_i получают из кривой, которая хорошо соответствует экспериментальным данным, методом наименьших квадратов. Оцененные дисперсии и результирующие стандартные неопределенности аппроксимированных параметров, характеризующих кривую, и любые предсказанные точки обычно могут быть легко вычислены с помощью хорошо известных статистических методов (см. Н.3 и [8]).

4.2.6 Степени свободы (С.2.31) ν_i для $u(x_i)$ (см. G.3), равные $n-1$ в простом случае, где

$x_i = \bar{X}_i$ и $u(x_i) = s(\bar{X}_i)$, вычисляются из n независимых наблюдений, как в 4.2.1 и 4.2.3, всегда следует давать при документальном подтверждении оценок составляющих неопределенности по типу А.

4.2.7 Если случайные изменения в наблюдениях входной величины коррелированы, например, по времени, то среднее значение и экспериментальное

стандартное отклонение среднего, данные в 4.2.1 и 4.2.3, могут быть неподходящими **оценителями** (С.2.25) **желаемых статистик** (С.2.23). В таких случаях результаты наблюдений следует анализировать, используя статистические методы, специально предназначенные для обработки рядов коррелированных случайно изменяющихся измерений.

ПРИМЕЧАНИЕ - Такие специальные методы используются для обработки результатов измерений эталонов частоты. Однако возможно, что по мере перехода от краткосрочных измерений к длительным измерениям других метрологических величин предположение о некоррелированности случайных вариаций может уже не иметь силы, и могут также использоваться специальные методы (см. [9], например, для детального обсуждения дисперсии Аллана).

4.2.8 Обсуждение оценивания стандартной неопределенности по типу А в 4.2.1-4.2.7 не означает, что оно является исчерпывающим; существует много ситуаций, некоторые - довольно сложные, которые можно рассматривать с помощью статистических методов. Важным примером является использование калибровочных расчетов, часто основанных на методе наименьших квадратов, для оценки неопределенностей, возникающих как от кратковременных, так и длительных случайных изменений результатов сличений материальных артефактов с неизвестными значениями, таких как плоскопараллельные концевые меры длины и эталоны массы, с эталонами сравнения, значения которых известны. В таких сравнительно простых измерительных ситуациях составляющие неопределенности часто поддаются оцениванию статистическим анализом данных, полученных путем использования расчетов, состоящих из гнездовых последовательностей измерений измеряемой величины для ряда различных значений величин, от которых она зависит - так называемый анализ дисперсий (см. Н5).

ПРИМЕЧАНИЕ - На более низких уровнях поверочной схемы, когда часто предполагается, что данные эталонов сравнения точно известны, т.к. они были откалиброваны национальными лабораториями первичных эталонов, неопределенность результата калибровки может включать только одну стандартную неопределенность типа А, оцененную из сгруппированного экспериментального

стандартного отклонения, которое характеризует измерение.

4.3 Оценивание стандартной неопределенности по типу В

4.3.1 Для оценки x_i входной величины X_i , которая не была получена в результате повторных наблюдений, связанные с ними оцененная дисперсия $u^2(x_i)$ или стандартная неопределенность $u(x_i)$ определяются на базе научного суждения, основанного на всей доступной информации о возможной изменчивости X_i . Фонд информации может включать:

- данные предварительных измерений,
- данные, полученные в результате опыта, или общие знания о поведении и свойствах соответствующих материалов и приборов,
- спецификации изготовителя,
- данные, которые приводятся в свидетельствах о калибровке и в других сертификатах,
- неопределенности, приписываемые справочным данным, взятым из справочников.

Для удобства $u^2(x_i)$ и $u(x_i)$, оцененные таким способом, иногда называются соответственно *дисперсией типа В* и *стандартной неопределенностью типа В*.

ПРИМЕЧАНИЕ - Когда x_i получено из *априорного* распределения, связанная с ним дисперсия правильно должна записываться, как $u^2(X_i)$, но для простоты в этом *Руководстве* используются $u^2(x_i)$ и $u(x_i)$.

4.3.2 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. Следует признать, что оценка стандартной неопределенности по типу В может быть такой же надежной, как и оценка по типу А, особенно в измерительной ситуации, когда оценивание по типу А основывается на небольшом числе статистически независимых наблюдений.

ПРИМЕЧАНИЕ - Если распределение вероятностей q в Примечании 1 к 4.2.3 является нормальным, тогда $\sigma[s(\bar{q})]/\sigma(\bar{q})$ - стандартное

отклонение $s(\bar{q})$ по отношению к $\sigma(\bar{q})$ - приблизительно равно $[2(n-1)]^{-1/2}$. Таким образом, приняв $\sigma[s(\bar{q})]$ в качестве неопределенности $s(\bar{q})$, для $n=10$ наблюдений относительная неопределенность $s(\bar{q})$ составляет 24 процента, в то время как для $n=50$ наблюдений она составит 10 процентов (дополнительные значения даны в таблице E1 Приложения E).

4.3.3 Если оценка x_i берется из спецификации изготовителя, свидетельства о поверке, справочника или другого источника, и ее неопределенность дается как некоторое кратное стандартного отклонения, то стандартную неопределенность $u(x_i)$ можно принять равной указанному значению, деленному на множитель, и оцененная дисперсия $u^2(x_i)$ равна квадрату этого частного.

ПРИМЕР.

Свидетельство о калибровке утверждает, что масса m_s эталона из нержавеющей стали с номинальным значением 1 килограмм составляет 1000,000325 г и что "неопределенность этого значения равняется 240 мкг на уровне трех стандартных отклонений". Тогда стандартная неопределенность эталона массы есть просто $u(m_s) = (240 \text{ мкг})/3 = 80 \text{ мкг}$. Это соответствует относительной стандартной неопределенности $u(m_s)/m_s = 80 \cdot 10^{-9}$ (см. 5.1.6). Оцененная дисперсия есть $u^2(m_s) = (80 \text{ мкг})^2 = 6,4 \cdot 10^{-9} \text{ г}^2$.

ПРИМЕЧАНИЕ - Во многих случаях мало или совсем отсутствует информация об отдельных составляющих, из которых указанная неопределенность была получена. Это обычно не имеет значения, если придерживаться данного *Руководства*, т.к. все стандартные неопределенности трактуются одним и тем же способом при вычислении суммарной стандартной неопределенности результата измерения (см. раздел 5).

4.3.4 Приведенная неопределенность величины x_i необязательно дается в виде кратного стандартного отклонения, как в 4.3.3. Вместо этого можно встретить, что упомянутая неопределенность определяет интервал, имеющий 90, 95 или 99 процентный уровень доверия (см. 6.2.2). Если не указано другого, то можно предположить, что использовалось **нормальное распределение**

(С.2.14) для вычисления упомянутой неопределенности, и стандартную неопределенность для x_i получают делением приведенной неопределенности на соответствующий коэффициент для нормального распределения. Коэффициенты, соответствующие вышеуказанным трем уровням доверия, следующие: 1,64; 1,96 и 2,58 (см. также таблицу G.1 в Приложении G).

ПРИМЕЧАНИЕ - Не было бы необходимости в таком предположении, если неопределенность была бы дана в соответствии с рекомендациями данного *Руководства*, рассматривающими сообщение о неопределенности, которые подчеркивают, что всегда должен быть указан использованный коэффициент охвата (см. 7.2.3).

ПРИМЕР - Свидетельство о калибровке утверждает, что сопротивление эталонного резистора R_s с номинальным значением десять Ом есть $10,000742 \text{ Ом} \pm 129 \text{ мкОм}$ при $23 \text{ }^\circ\text{C}$ и что "упомянутая неопределенность 129 мкОм определяет интервал, имеющий 99 процентный уровень доверия". Стандартную неопределенность резистора можно принять как $u(R_s) = (129 \text{ мкОм})/2,58 = 50 \text{ мкОм}$, что соответствует относительной стандартной неопределенности $u(R_s)/R_s = 5,0 \cdot 10^{-6}$ (см. 5.1.6). Оцененная дисперсия есть $u^2(R_s) = (50 \text{ мкОм})^2 = 2,5 \cdot 10^{-9} \text{ Ом}^2$.

4.3.5 Рассмотрим случай, когда, основываясь на доступной информации, можно утверждать, что "существует вероятность пятьдесят - на - пятьдесят того, что значение входной величины X_i находится в интервале от a_- до a_+ " (другими словами, вероятность того, что X_i находится в этом интервале, составляет 0,5 или 50 процентов). Если можно предположить, что распределение возможных значений X_i приблизительно нормальное, то наилучшую оценку x_i величины X_i можно принять как среднюю точку этого интервала. Далее, если полуширина этого интервала обозначается как $a = (a_+ - a_-)/2$, то можно принять $u(x_i) = 1,48a$, т.к. для нормального распределения с ожиданием μ и стандартным отклонением σ интервал $\mu \pm \sigma/1,48$ охватывает приблизительно 50 процентов распределения.

ПРИМЕР - Станочник, определяющий размеры детали, оценивает, что ее длина находится, с вероятностью 0,5, в интервале от 10,07 мм до 10,15 мм и утверждает, что $l = (10,11 \pm 0,04)$ мм, имея в виду, что $\pm 0,04$ мм определяет интервал, имеющий 50 процентный уровень доверия.

Тогда $a=0,04$ мм и, предположив нормальное распределение для возможных значений l , стандартная неопределенность длины составляет $u(l)=1,48*0,04$ мм=0,06 мм и оцененная дисперсия $u^2(l)=(1,48*0,04$ мм) $^2=3,5*10^{-3}$ мм 2 .

4.3.6 Рассмотрим случай, подобный 4.3.5, но где, основываясь на имеющейся информации, можно утверждать, что "есть приблизительно 2 из 3 шансов, что значение X_i находится в интервале от a_- до a_+ " (другими словами, вероятность того, что X_i находится в этом интервале, составляет около 0,67). Тогда с достаточным основанием можно принять $u(x_i)=a$, т.к. для нормального распределения с ожиданием μ и стандартным отклонением σ интервал $\mu \pm \sigma$ охватывает около 68,3 процента распределения.

ПРИМЕЧАНИЕ - Это дало бы значению $u(x_i)$ значительно большую значимость, чем та, которая, очевидно, оправдана, если бы надо было использовать действительно нормальное отклонение 0,96742, соответствующее вероятности $p=2/3$, т.е. если надо было бы записать $u(x_i) = a / 0,96742 = 1,033a$.

4.3.7 В других случаях можно оценить только границы (верхний и нижний пределы) для X_i , в частности, утверждать, что "вероятность того, что значение X_i находится в интервале от a_- до a_+ для всех практических целей, равна единице и вероятность того, что X_i находится за пределами этого интервала существенно равна нулю". Если нет конкретных сведений о возможных значениях X_i внутри интервала, то можно только предположить, что с одинаковой вероятностью X_i может находиться в любом месте в его пределах (равномерное или прямоугольное распределение возможных значений - см. 4.4.5 и рис.2а). Тогда x_i , ожидание или ожидаемое значение X_i является средней точкой интервала, $x_i = (a_+ + a_-)/2$, с соответствующей дисперсией

$$u^2(x_i) = (a_+ - a_-)^2 / 12 \quad (6)$$

Если разность между границами a_+ - a_- обозначить как $2a$, тогда уравнение (6) становится

$$u^2(x_i) = a^2 / 3 \quad (7)$$

ПРИМЕЧАНИЕ - Когда составляющая неопределенности, полученная таким образом, дает значительный вклад в неопределенность результата измерения, имеет смысл получить дополнительные данные для ее дальнейшего оценивания.

ПРИМЕРЫ.

1. Справочник дает значение температурного коэффициента линейного расширения чистой меди при 20 °C $\alpha_{20}(\text{Cu}) = 16,52 * 10^{-6}$ °C $^{-1}$ и просто утверждает, что "погрешность этого значения не должна превышать $0,40 * 10^{-6}$ °C $^{-1}$ ". Основываясь на такой ограниченной информации, можно только предположить, что значение $\alpha_{20}(\text{Cu})$ находится с равной вероятностью в интервале от $16,12 * 10^{-6}$ °C $^{-1}$ до $16,92 * 10^{-6}$ °C $^{-1}$ и что очень маловероятно, чтобы $\alpha_{20}(\text{Cu})$ находилось за пределами этого интервала. Дисперсия этого симметричного прямоугольного распределения возможных значений $\alpha_{20}(\text{Cu})$ с полушириной $a = 0,40 * 10^{-6}$ °C $^{-1}$ тогда есть, из уравнения (7), $u^2(\alpha_{20}) = (0,40 * 10^{-6}$ °C $^{-1})^2 / 3 = 53,3 * 10^{-15}$ °C $^{-2}$ и стандартная неопределенность есть $u(\alpha_{20}) = (0,40 * 10^{-6}$ °C $^{-1}) / \sqrt{3} = 0,23 * 10^{-6}$ °C $^{-1}$.

2. В спецификациях изготовителя для цифрового вольтметра указывается, что "в промежутке от года до двух лет после калибровки прибора его погрешность на диапазоне 1 В равняется показанию, умноженному на $14 * 10^{-6}$ плюс диапазон, умноженный на $2 * 10^{-6}$ ". Предположим, что прибор используется спустя 20 месяцев после калибровки для измерения разности потенциалов V на его диапазоне 1 В и установлено, что среднее арифметическое ряда независимых повторных наблюдений V равняется $\bar{V} = 0,928571$ В при стандартной неопределенности $u(\bar{V}) = 12$ мкВ, вычисленной по типу А. Оценку по типу В стандартной неопределенности, связанную со спецификациями изготовителя, можно получить в предположении, что указанная погрешность дает симметричные границы аддитивной поправки к \bar{V} , $\Delta \bar{V}$ ожидания, равного нулю, и при равной вероятности нахождения в любом месте в пределах границ. Полуширина a симметричного прямоугольного распределения возможных значений \bar{V} тогда есть $a = (14 * 10^{-6}) * (0,928571 \text{ В}) + (2 * 10^{-6}) * (1 \text{ В}) = 15$ мкВ и из уравнения (7) $u^2(\Delta \bar{V}) = 75$ мкВ 2 и $u(\Delta \bar{V}) = 8,7$ мкВ. Оценка значения измеряемой величины V , для простоты обозначенная тем же самым символом V , выражается как $V = \bar{V} + \Delta \bar{V} = 0,928571$ В. Суммарную стандартную неопределенность этой оценки получают суммированием стандартной

неопределенности V , равной 12 мкВ, вычисленной по типу А, со стандартной неопределенностью $\Delta \bar{V}$, равной 8,7 мкВ, вычисленной по типу В. Общий метод суммирования составляющих стандартной неопределенности дан в разделе 5, а этот конкретный пример рассмотрен в 5.1.5.

4.3.8 В 4.3.7 верхняя и нижняя границы a и a_+ для входной величины X_i могут быть симметричными относительно их лучшей оценки x_i ; в частности, если нижняя граница записана в виде $a_- = x_i - b_-$, а верхняя граница в виде $a_+ = x_i + b_+$, тогда $b_- \neq b_+$. Так как в этом случае x_i (предполагаемое как ожидание X_i) не находится в центре интервала от a_- до a_+ , то распределение вероятностей X_i не может быть равномерным по всему интервалу. Однако может не быть достаточной доступной информации, чтобы выбрать соответствующее распределение; различные модели приведут к различным выражениям для дисперсии. При отсутствии такой информации самой простой аппроксимацией является

$$u^2(x_i) = (b_+ + b_-)^2 / 12 = (a_+ - a_-)^2 / 12, \quad (8)$$

которая является дисперсией прямоугольного распределения при полной ширине $b_+ + b_-$ (асимметричные распределения рассматриваются также в F.2.4.4 и G.5.3).

ПРИМЕР - Если в примере 1, описанном в 4.3.7, значение коэффициента в справочнике дается как $\alpha_{20}(\text{Cu}) = 16,52 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ и утверждается, что "наименьшим возможным значением является $16,40 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, а наибольшим возможным значением - $16,92 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, тогда $b_- = 0,12 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, $b_+ = 0,40 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ и из уравнения (8) $u(\alpha_{20}) = 0,15 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$.

ПРИМЕЧАНИЯ.

1. Во многих практических измерительных ситуациях, где границы асимметричны, может быть целесообразным вносить поправку в оценку x_i величиной $(b_+ - b_-)/2$ таким образом, чтобы новая оценка x_i значения X_i находилась бы посередине границ $x'_i = (a_- + a_+)/2$. Это сводит ситуацию к случаю, описанному в 4.3.7, при новых значениях $b'_+ = b'_- = (b_+ + b_-)/2 = (a_+ - a_-)/2 = a$.

2. В случае асимметрии функция плотности вероятностей может быть показана, как $p(X_i) = A \exp[-\lambda(X_i - x_i)]$, основываясь на принципе максимальной энтропии, при $A = [v \cdot \exp(\lambda v_-)] +$

$+ v_+ \exp(-\lambda v_+)]$ и $\lambda = \{\exp[\lambda(v_+ + v_-)] - 1\} / [v_- \exp[\lambda(b_+ + b_-)] + b_-]$. Это дает дисперсию $u^2(x_i) = b_+ b_- / (b_+ - b_-) / \lambda$; для $b_+ > b_-$, $\lambda > 0$ и для $b_+ < b_-$, $\lambda < 0$.

4.3.9 В 4.3.7 из-за отсутствия конкретных данных о возможных значениях X_i в пределах его оцененных границ от a_- до a_+ можно только предположить, что с одинаковой вероятностью X_i может принять любое значение в пределах этих границ и что существует нулевая вероятность того, что это значение будет за пределами указанных границ. Такие разрывы ступенчатой функции в распределении вероятностей являются часто нефизическими. Во многих случаях более реалистично ожидать, что значения возле границ гораздо менее вероятны, чем те, которые находятся возле центра. Тогда целесообразно заменить симметричное прямоугольное распределение симметричным трапецидальным распределением, имеющим одинаковые наклонные стороны (равнобедренная трапеция), с шириной основания $a_+ - a_- = 2a$ и с шириной верхней части $2a\beta$, где $0 \leq \beta \leq 1$. Когда $\beta \rightarrow 1$, это трапецидальное распределение приближается к прямоугольному, описанному в разделе 4.3.7, в то время как для $\beta = 0$ это - треугольное распределение (см. 4.4.6 и рис. 2в). Предположив такое трапецидальное распределение для X_i , можно найти, что ожидание X_i есть $x_i = (a_- + a_+)/2$, а связанная с ней дисперсия есть

$$u^2(x_i) = a^2(1 + \beta^2)/6, \quad (9a)$$

которая для треугольного распределения, $\beta = 0$, становится:

$$u^2(x_i) = a^2/6. \quad (9b)$$

ПРИМЕЧАНИЯ.

1. Для нормального распределения с ожиданием μ и стандартной неопределенностью σ интервал $\mu \pm 3\sigma$ покрывает приблизительно 99,73 процента распределения. Таким образом, если верхняя и нижняя границы a_+ и a_- определяют 99,73 процента, а не 100 процентные пределы, а также если можно предположить, что X_i распределена приблизительно нормально, а не так, как описано в 4.3.7, где нет конкретных данных о нахождении X_i между границами, тогда $u^2(x_i) = a/9$. Для сравнения: дисперсия симметричного прямоугольного распределения

полушириной a есть $a^2/3$ [уравнение (7)], а дисперсия симметричного треугольного распределения полуширины a есть $a^2/6$ [уравнение (9в)]. Значения дисперсий этих трех распределений удивительно схожи, несмотря на большую разницу в количестве информации, необходимой для их обоснования.

2. Трапецидальное распределение эквивалентно свертыванию двух прямоугольных распределений [10], одного с полушириной a_1 , равной средней полуширине трапеции $a_1 = a(1+\beta)/2$, другого с полушириной a_2 , равной средней ширине одной из треугольных частей трапеции, $a_2 = a(1-\beta)/2$. Дисперсия распределения есть $u^2 = a_1^2/3 + a_2^2/3$. Свернутое распределение можно интерпретировать как прямоугольное распределение, ширина которого $2a_1$, сама имеет неопределенность, представленную прямоугольным распределением с шириной $2a_2$, и моделирует тот факт, что границы на входную величину точно неизвестны. Но даже если a_2 составляет вплоть до 30 процентов от a_1 , то u превышает $a_1/\sqrt{3}$ меньше, чем на 5 процентов.

4.3.10 Важно не вести "повторного счета" составляющих неопределенности. Если составляющая неопределенности, возникающая от конкретного эффекта, получена оцениванием по типу В, то она должна быть включена как независимая составляющая неопределенности в вычисление суммарной стандартной неопределенности результата измерения только до той степени, чтобы эффект не вносил вклад в проявляющуюся изменчивость наблюдений. Это объясняется тем, что неопределенность, обусловленная той частью эффекта, которая вносит вклад в наблюдаемую изменчивость, уже включена в составляющую неопределенности, полученную из статистического анализа наблюдений.

4.3.11 Обсуждение оценивания стандартной неопределенности по типу В в 4.3.3-4.3.9 рассматривается как только качественное. В дальнейшем оценивания неопределенности должны быть основаны на количественных данных в максимально возможной степени, как подчеркивается в 3.4.1 и 3.4.2.

4.4 **Графическая иллюстрация оценивания стандартной неопределенности.**

4.4.1 На рис. 1 графически представлена оценка значения входной величины X_i и оценивание неопределенности этой оценки из неизвестного распределения возможных измеренных значений X_i или распределения вероятностей X_i , выборку которого получают путем повторных наблюдений.

4.4.2 На рис. 1а предполагают, что входной величиной X_i является температура t , что ее неизвестным распределением является нормальное распределение с ожиданием $\mu_t = 100$ °С и стандартным отклонением $\sigma = 1,5$ °С. Тогда ее функция плотности вероятностей есть (см. С.2.14)

$$p(t) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \cdot \exp[-(t-\mu_t)^2/2\sigma^2].$$

ПРИМЕЧАНИЕ - Определение функции плотности вероятностей $p(z)$ требует, чтобы она удовлетворяла условию $\int p(z)dz = 1$.

4.4.3 На рис. 1в показана гистограмма $n=20$ повторных наблюдений t_k температуры t , которая, как предполагается, была взята случайно из распределения, показанного на рис. 1а. Для получения гистограммы 20 наблюдений или выборок, значения которых даы в таблице 1, группировались в интервалы шириной 1 °С (подготовка гистограммы, конечно, не требуется для статистического анализа данных).

Среднее арифметическое или среднее значение \bar{t} из $n = 20$ наблюдений, вычисленное согласно уравнению (3), равняется: $\bar{t} = 100,145$ °С $\cong 100,14$ °С, и предполагается, что оно является лучшей оценкой ожидания μ_t значения t , основанной на имеющихся данных. Экспериментальное стандартное отклонение $s(t_k)$, вычисленное из уравнения (4), есть $s(t_k) = 1,489$ °С $\cong 1,49$ °С, и экспериментальное стандартное отклонение среднего $s(\bar{t})$, вычисленное из уравнения (5), которое является стандартной неопределенностью $u(\bar{t})$ среднего значения \bar{t} , есть $u(\bar{t}) = s(\bar{t}) = s(t_k)/\sqrt{20} = 0,333$ °С $\cong 0,33$ °С (вероятно, что для дальнейших расчетов все эти цифры желательно сохранить).

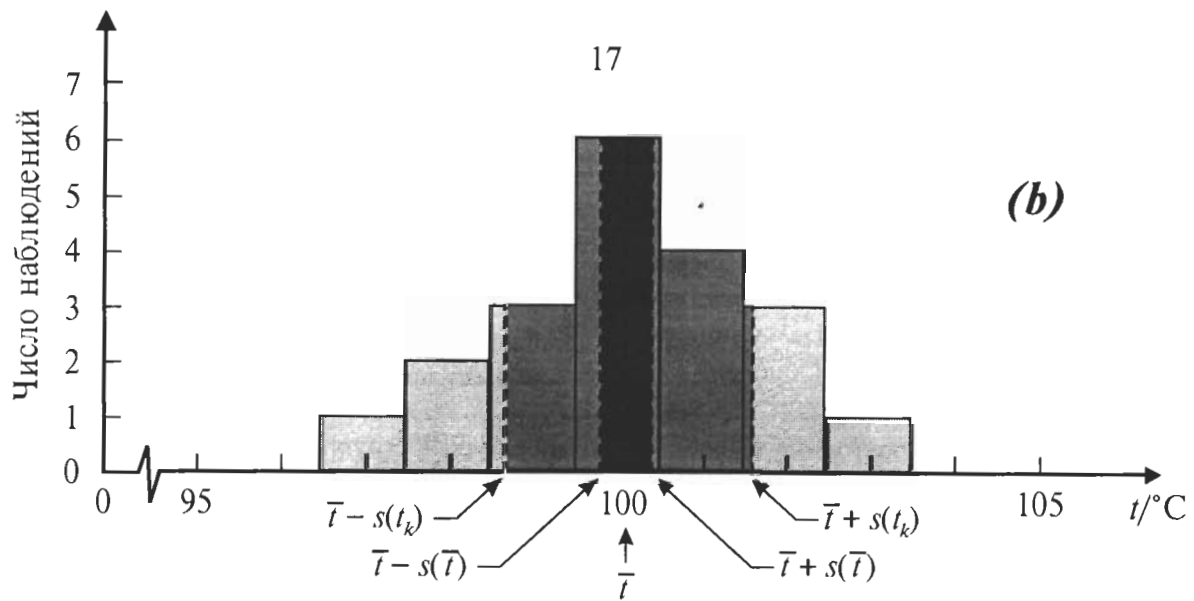
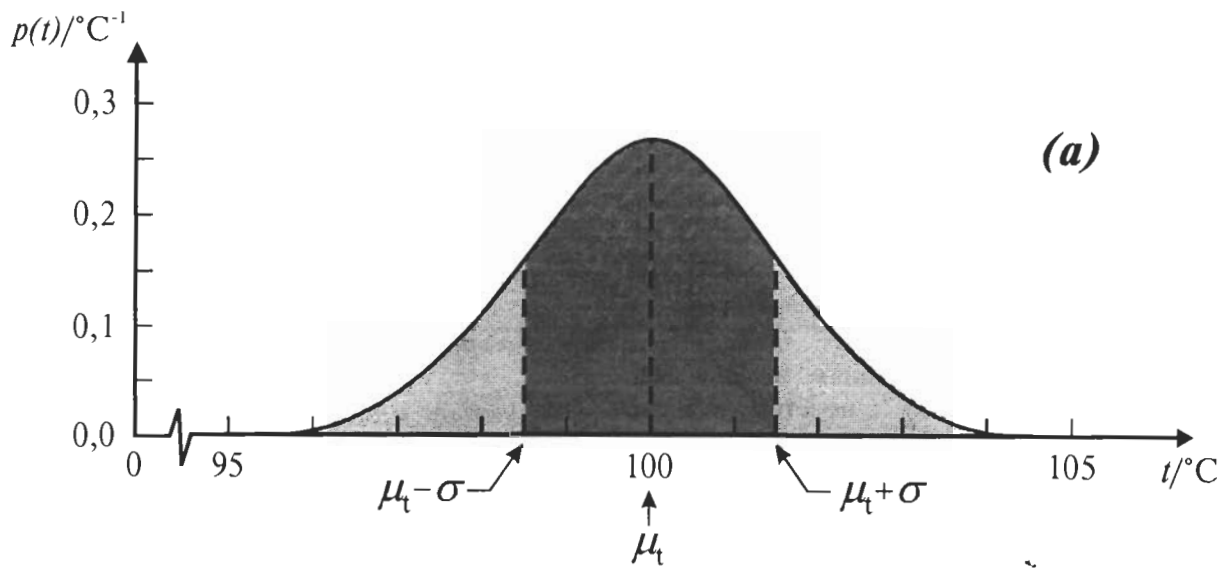


Рисунок 1. Графическая иллюстрация оценивания стандартной неопределенности входной величины из повторных наблюдений

ПРИМЕЧАНИЕ - Хотя данные в таблице 1 являются правдоподобными, учитывая широкое использование цифровых электронных термометров с высоким разрешением, они приводятся в целях иллюстрации и не обязательно их следует истолковывать как описывающие реальное измерение.

4.4.4 На рис. 2 графически показаны оценка значения входной величины X_i и оценивание неопределенности этой оценки из *априорного* распределения возможных значений X_i или распределения вероятностей X_i , основанной на всей имеющейся информации. Для обоих из показанных случаев снова предполагают, что входной величиной является температура t .

4.4.5 Для случая, показанного на рис. 2а, предполагалось, что имеется мало информации о входной величине t и все, что можно сделать, так это предположить, что t описывается симметричным прямоугольным *априорным* распределением вероятностей с нижней границей $a_-=96$ °С и с верхней границей $a_+=104$ °С и, таким образом, полушириной $a=(a_+-a_-)/2=4$ °С (см. 4.3.7). Тогда функция плотности вероятностей величины t есть

$$p(t)=1/2a, a_-\leq t\leq a_+, \\ p(t)=0 \text{ в противном случае.}$$

Как указано в 4.3.7, наилучшей оценкой t является ее ожидание $\mu_t=(a_++a_-)/2=100$ °С, что вытекает из С.3.1. Стандартная неопределенность этой оценки есть

$u(\mu_t)=a/\sqrt{3}\approx 2,3$ °С, что вытекает из С.3.2 [см. уравнение (7)].

4.4.6 Для случая, показанного на рис. 2б, предполагается, что имеющаяся информация, касающаяся t , менее ограничена и что t можно описать симметричным треугольным *априорным* распределением вероятности при той же самой нижней границе $a_-=96$ °С и той же самой верхней границе $a_+=104$ °С и, таким образом, той же полуширине $a=(a_+-a_-)/2=4$ °С, как и в 4.4.5 (см. 4.3.9). Тогда функция плотности вероятностей величины t есть

$$p(t)=(t-a_-)/a^2, a_-\leq t\leq(a_++a_-)/2, \\ p(t)=(a_+-t)/a^2, (a_++a_-)/2\leq t\leq a_+, \\ p(t)=0 \text{ в противном случае.}$$

Как указано в 4.3.9, ожидание величины t есть $\mu_t=(a_++a_-)/2=100$ °С, что вытекает из С.3.1. Стандартная неопределенность этой оценки есть $u(\mu_t)=a/\sqrt{6}=1,6$ °С, что следует из С.3.2 [см. уравнение (9b)].

Это последнее значение $u(\mu_t)=1,6$ °С можно сравнить с $u(\mu_t)=2,3$ °С, полученным в 4.4.5 из прямоугольного распределения с той же самой шириной 8 °С; из нормального распределения с $\sigma=1,5$ °С из рис. 1а, чья ширина от $-2,58\sigma$ до $+2,58\sigma$, включающая 99 процентов распределения, равна примерно 8 °С; и с $u(\bar{t})=0,33$ °С, полученной в 4.4.3 из 20 наблюдений, которые, как предполагалось, были взяты случайно из того же самого нормального распределения.

Таблица 1 - Двадцать повторных наблюдений температуры t , сгруппированных в интервалы 1 °С

Интервал $t_1\leq t < t_2$		Температура t , °С
t_1 , °С	t_2 , °С	
94,5	95,5	-
95,5	96,5	-
96,5	97,5	96,90
97,5	98,5	98,18; 98,25
98,5	99,5	98,61; 99,03; 99,49
99,5	100,5	99,56; 99,74; 99,89; 100,07; 100,33; 100,42
100,5	101,5	100,68; 100,95; 101,11; 101,20
101,5	102,5	101,57; 101,84; 102,36
102,5	103,5	102,72
103,5	104,5	-
104,5	105,5	-

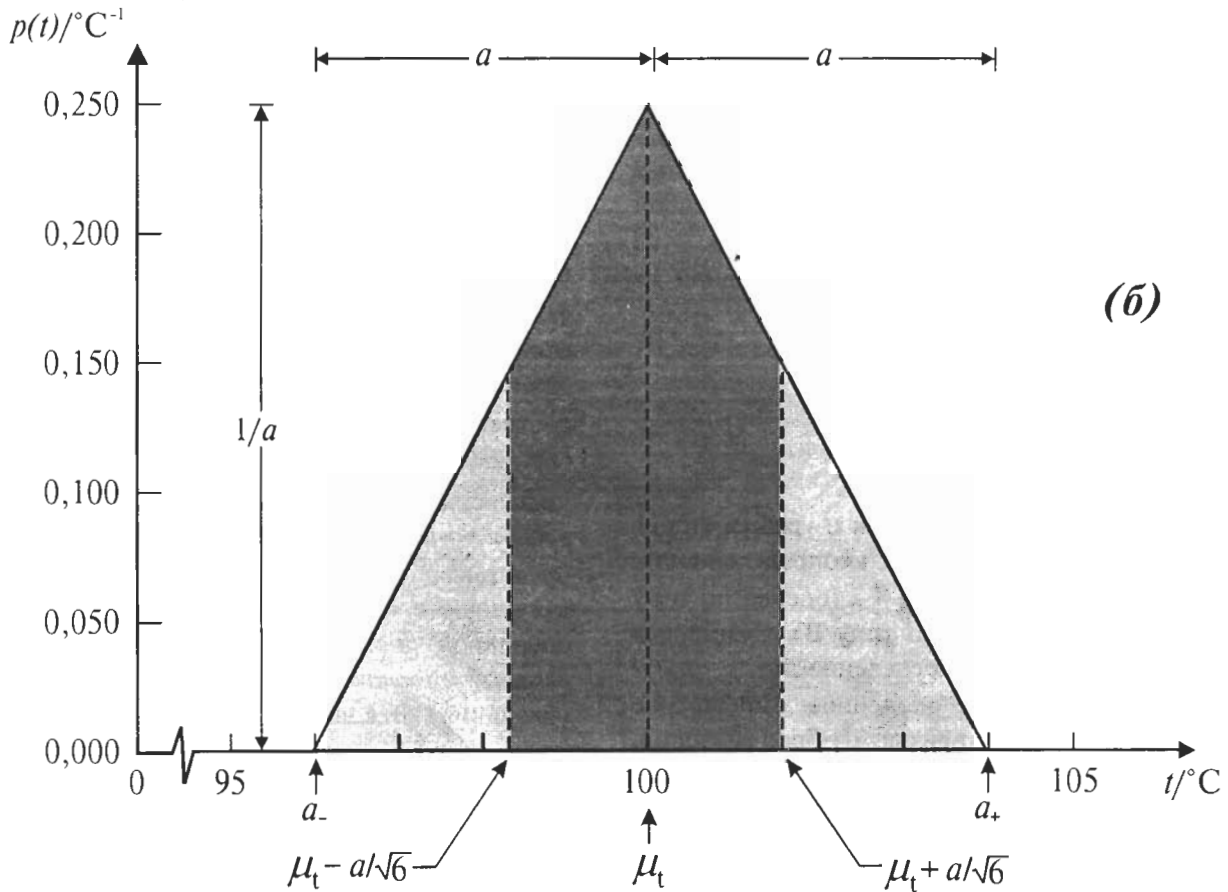
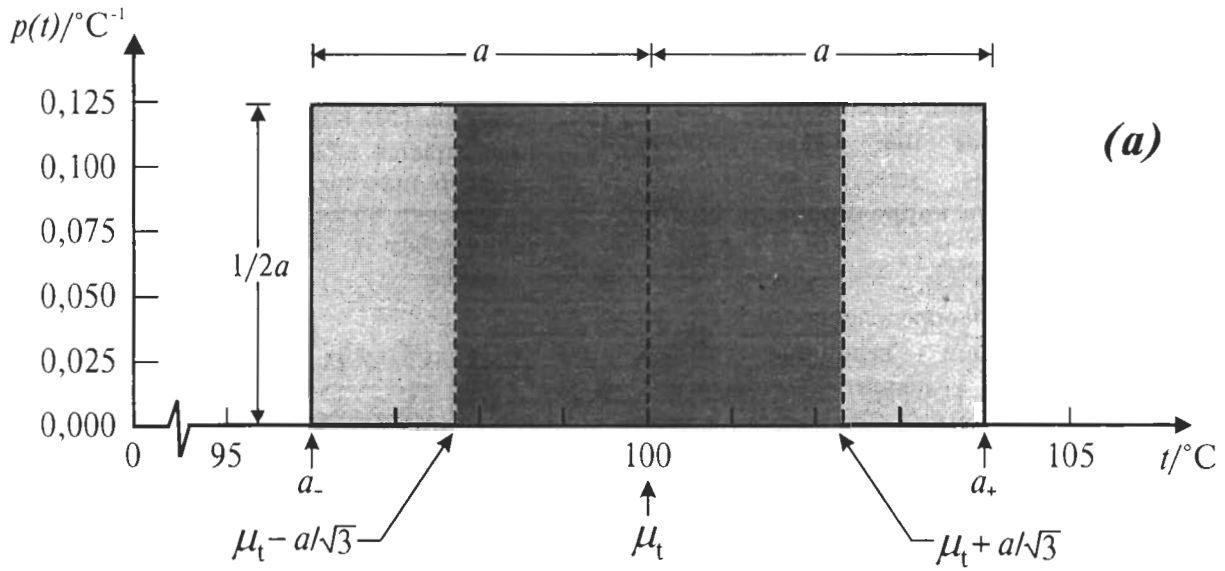


Рисунок 2. Графическая иллюстрация оценивания стандартной неопределенности входной величины из априорного распределения

5 Определение суммарной стандартной неопределенности.

терминах данного *Руководства* (см. E.3.1 и E.3.2).

5.1 Некоррелированные входные величины.

Этот подраздел рассматривает случай, когда все входные величины **независимы** (С.3.7). Случай, когда две или более входные величины связаны между собой, т.е. взаимозависимы или **коррелированы** (С.2.8), обсуждается в 5.2.

5.1.1 Стандартная неопределенность u , где y - оценка измеряемой величины Y и, следовательно, результат измерения, получается путем соответствующего суммирования стандартных неопределенностей входных оценок x_1, x_2, \dots, x_N (см.4.1). Эта *суммарная стандартная неопределенность* оценки y обозначается как $u_c(y)$.

ПРИМЕЧАНИЕ.

По причинам, которые подобны указанным в Примечании к 4.3.1, символы $u_c(y)$ и $u_c^2(y)$ используются во всех случаях.

5.1.2 Суммарная стандартная неопределенность $u_c(y)$ представляет собой положительный квадратный корень из суммарной дисперсии $u_c^2(y)$, полученной из формулы:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i), \quad (10)$$

где f - функция, приведенная в уравнении (1), каждая $u(x_i)$ - стандартная неопределенность, оцененная, как описано в 4.2 (оценка по типу А) или в 4.3 (оценка по типу В). Суммарная стандартная неопределенность $u_c(y)$ представляет собой оцененное стандартное отклонение и характеризует разброс значений, которые могут быть с достаточным основанием приписаны измеряемой величине Y (см. 2.2.3).

Уравнение (10) и его эквивалент для коррелированных входных величин - уравнение (13), оба из которых базируются на аппроксимации $Y=f(X_1, X_2, \dots, X_N)$ рядом Тейлора первого порядка, выражают *закон распространения неопределенности* в

ПРИМЕЧАНИЕ.

При значительной нелинейности f члены более высокого порядка в разложении в ряд Тейлора должны быть включены в выражение для $u_c^2(y)$, уравнение (10). Когда распределение каждого X_i располагается симметрично относительно его среднего значения, самыми важными членами следующего более высокого порядка, которые надо добавить к членам уравнения (10), являются:

$$\sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \left(\frac{1}{2} \left(\frac{\partial^2 f}{\partial x_i \partial x_j} \right)^2 + \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial^3 f}{\partial x_i \partial x_j^2} \right) u^2(x_i) u^2(x_j)$$

Смотри Н.1 в качестве примера ситуации, где необходимо рассмотреть вклад членов более высокого порядка в $u_c^2(y)$.

5.1.3 Частные производные $\partial f / \partial x_i$ равны $\partial f / \partial X_i$, оцененным как $X_i=x_i$ (см. Примечание 1 ниже). Эти производные, часто называемые коэффициентами чувствительности, показывают, как выходная оценка y изменяется с изменением значений входных оценок x_1, x_2, \dots, x_N . В частности, изменение в y , вызванное небольшим изменением Δx_i во входной оценке x_i , дано формулой $(\Delta y)_i = (\partial f / \partial x_i) * (\Delta x_i)$. Если это изменение образовано стандартной неопределенностью оценки x_i , соответствующее изменение в y будет $(\partial f / \partial x_i) * u(x_i)$. Поэтому суммарную дисперсию $u_c^2(y)$ можно рассматривать как сумму членов, каждый из которых представляет оцененную дисперсию, связанную с выходной оценкой y , вызванной оцененной дисперсией, связанной с каждой входной оценкой x_i . Это предполагает запись уравнения (10) в виде:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N [c_i u(x_i)]^2 = \sum_{i=1}^N u_i^2(y), \quad (11a)$$

$$\text{где } c_i = \partial f / \partial x_i, \quad u_c(y) = |c_i| u(x_i) \quad (11b)$$

ПРИМЕЧАНИЯ.

1. Строго говоря, частные производные представляют собой $\partial f / \partial x_i = \partial f / \partial X_i$,

оцененные на ожиданиях X_i . Однако на практике частные производные оцениваются как

$$\partial f / \partial x_i = \partial f / \partial X_i |_{x_1, x_2, \dots, x_N}$$

2. Суммарную стандартную неопределенность $u_c(y)$ можно численно рассчитать путем замены $c_i u(x_i)$ в уравнении (11а) на:

$$Z_i = 1/2 [f(x_1, \dots, x_i + u(x_i), \dots, x_N) - f(x_1, \dots, x_i - u(x_i), \dots, x_N)].$$

Таким образом, дается численная оценка $u_i(y)$ путем расчета изменения в y , обусловленного изменением в x_i на $+u(x_i)$ и на $-u(x_i)$. Тогда значение $u_i(y)$ может быть получено, как $|Z_i|$ и значение соответствующего коэффициента чувствительности c_i - как $Z_i/u(x_i)$.

ПРИМЕР - Для примера 4.1.1, используя одно и то же обозначение для величины и ее оценки в целях упрощения записи, имеем:

$$\begin{aligned} c_1 &= \partial P / \partial V = 2V/R_0 [1 + \alpha(t-t_0)] = 2P/V, \\ c_2 &= \partial P / \partial R_0 = -V^2/R_0^2 [1 + \alpha(t-t_0)] = -P/R_0, \\ c_3 &= \partial P / \partial \alpha = -V^2(t-t_0)/R_0 [1 + \alpha(t-t_0)]^2 = -P(t-t_0) / [1 + \alpha(t-t_0)], \\ c_4 &= \partial P / \partial t = -V^2 \alpha / R_0 [1 + \alpha(t-t_0)]^2 = -P \alpha [1 + \alpha(t-t_0)] \end{aligned}$$

и

$$\begin{aligned} u^2(P) &= (\partial P / \partial V)^2 u^2(V) + (\partial P / \partial R_0)^2 u^2(R_0) + \\ &+ (\partial P / \partial \alpha)^2 u^2(\alpha) + (\partial P / \partial t)^2 u^2(t) = [c_1 u(V)]^2 + \\ &+ [c_2 u(R_0)]^2 + [c_3 u(\alpha)]^2 + [c_4 u(t)]^2 = u_1^2(P) + u_2^2(P) + \\ &+ u_3^2(P) + u_4^2(P). \end{aligned}$$

5.1.4 Коэффициенты чувствительности $\partial f / \partial x_i$ вместо того, чтобы рассчитываться из функции f , иногда определяются экспериментальным путем с помощью измерения изменения в Y , вызванного изменением в выбранном X_i , поддерживая при этом остальные входные величины неизменными. В этом случае знание функции f (или части ее, когда так определяются только некоторые коэффициенты чувствительности) соответственно сводится к эмпирическому разложению в ряд Тейлора первого порядка, основанного на измеренных коэффициентах чувствительности.

5.1.5 Если уравнение (1) для измеряемой величины Y расширяется относительно номинальных значений $X_{i,0}$ входных величин X_i , то для первого порядка (который обычно является адекватной аппроксимацией) $Y = Y_0 + c_1 \delta_1 + c_2 \delta_2 + \dots + c_N \delta_N$, где $Y_0 =$

$= f(X_{1,0}, X_{2,0}, \dots, X_{N,0})$, $c_i = (\partial f / \partial X_i)$, оцененное при $X_i = X_{i,0}$ и $\delta_i = X_i - X_{i,0}$. Таким образом, в целях анализа неопределенности, измеряемая величина обычно может аппроксимироваться линейной функцией ее переменных путем преобразования ее входных величин от X_i к δ_i (см. Е.3.1).

ПРИМЕР - Из примера 2 в 4.3.7 оценка значения измеряемой величины V равна $V = \bar{V} + \Delta \bar{V}$, где $\bar{V} = 0,928571$ В, $u(\Delta \bar{V}) = 12$ мкВ, суммируемая поправка $\Delta \bar{V} = 0$ и $u(\Delta \bar{V}) = 8,7$ мкВ. Поскольку $\partial V / \partial \bar{V} = 1$ и $\partial V / \partial (\Delta \bar{V}) = 1$, суммарная дисперсия, связанная с V , дается формулой

$$u_c^2(V) = u^2(\bar{V}) + u^2(\Delta \bar{V}) = (12 \text{ мкВ})^2 + (8,7 \text{ мкВ})^2 = 219 \cdot 10^{-12} \text{ В}^2$$

и суммарная стандартная неопределенность равна $u_c(V) = 15$ мкВ, что соответствует относительной суммарной стандартной неопределенности $u_c(V)/\bar{V} = 16 \cdot 10^{-6}$ В (см. 5.1.6). Это пример случая, когда измеряемая величина уже является линейной функцией величин, от которых она зависит, с коэффициентами $c_i = +1$. Из уравнения (10) следует, что если $Y = c_1 X_1 + c_2 X_2 + \dots + c_N X_N$, и константы $c_i = +1$ или -1 , то $u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N u^2(x_i)$.

5.1.6 Если Y имеет вид $Y = c X_1^{p_1} * X_2^{p_2} * \dots * X_N^{p_N}$ и известно, что степени p_i представляют собой положительные или отрицательные числа, имеющие пренебрежимо малые неопределенности, то суммарную дисперсию, уравнение (10), можно выразить, как

$$[u_c(y)/y]^2 = \sum_{i=1}^N [p_i u(x_i)/x_i]^2 \quad (12)$$

Это уравнение имеет такой же вид, как и уравнение (11а), но с суммарной дисперсией $u_c^2(y)$, выраженной как *относительная суммарная дисперсия* $[u_c(y)/y]^2$, и оцененной дисперсией $u^2(x_i)$, связанной с каждой входной оценкой, выраженной как *оцененная относительная дисперсия* $[u(x_i)/x_i]^2$. (*Относительная суммарная стандартная неопределенность* есть $u_c(y)/|y|$ и *относительная стандартная*

неопределенность каждой входной оценки - $u(x_i)/|x_i|$, $|y| \neq 0$ и $|x_i| \neq 0$.)

ПРИМЕЧАНИЯ.

1. Преобразования измеряемой величины Y в этом виде в линейную функцию переменных (см. 5.1.5) легко достичь путем подстановки $X_i = X_{i0}(1 + \delta_i)$, и тогда получаем следующие приближительные зависимости: $(Y - Y_0)/Y_0 = \sum_{i=1}^N p_i \delta_i$. С другой стороны, логарифмическое преобразование $Z = \ln Y$ и $W_i = \ln X_i$ ведет к точной линеаризации, выраженной через новые переменные: $Z = \ln c + \sum_{i=1}^N p_i W_i$.

2. Если каждое p равно либо $+1$, либо -1 , то уравнение (12) принимает вид $[u_c(y)/y]^2 = \sum_{i=1}^N [u(x_i)/x_i]^2$, который показывает, что в этом особом случае относительная суммарная дисперсия, связанная с оценкой y просто равна сумме оцененных относительных дисперсий, связанных с входными оценками x_i .

5.2 Коррелированные входные величины.

5.2.1 Уравнение (10) и те уравнения, которые выведены из него, такие как (11) и (12), справедливы только в том случае, если входные величины X_i независимы или некоррелированы (считается, что инвариантами являются случайные переменные, а не физические величины - см. 4.1.1, Примечание 1). Если какие-либо из X_i в значительной степени коррелированы, то корреляцию необходимо брать в расчет.

5.2.2 Когда входные величины коррелированы, соответствующее выражение для суммарной дисперсии $u_c^2(y)$, связанной с результатом измерения, будет

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \frac{\partial}{\partial x_i} \frac{\partial}{\partial x_j} u(x_i, x_j) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial}{\partial x_i} \frac{\partial}{\partial x_j} u(x_i, x_j), \quad (13)$$

где x_i и x_j являются оценками X_i и X_j , а $u(x_i, x_j) = u(x_j, x_i)$ являются оцененной ковариацией, связанной с x_i и x_j . Степень

корреляции между x_i и x_j характеризуется оцененным коэффициентом корреляции (С.3.6)

$$r(x_i, x_j) = u(x_i, x_j) / u(x_i)u(x_j), \quad (14)$$

где $r(x_i, x_j) = r(x_j, x_i)$ и $-1 \leq r(x_i, x_j) \leq +1$. Если оценки x_i и x_j независимы, то $r(x_i, x_j) = 0$, и изменение одной из них не означает ожидаемого изменения другой (см. С.2.8, С.3.6 и С.3.7 для более подробной информации).

В терминах коэффициентов корреляции, которые легче истолковать, чем ковариации, член ковариации в уравнении (13) можно записать, как

$$2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial}{\partial x_i} \frac{\partial}{\partial x_j} u(x_i)u(x_j)r(x_i, x_j) \quad (15)$$

Таким образом, с помощью уравнения (11в) уравнение (13) принимает вид:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N c_i c_j u(x_i)u(x_j)r(x_i, x_j) \quad (16)$$

ПРИМЕЧАНИЯ.

1. Для весьма особого случая, когда все входные оценки коррелированы с коэффициентами корреляции $r(x_i, x_j) = +1$, уравнение (16) сводится к:

$$u_c^2(y) = \left(\sum_{i=1}^N c_i u(x_i) \right)^2 = \left(\sum_{i=1}^N \frac{\partial}{\partial x_i} u(x_i) \right)^2$$

Таким образом, суммарная стандартная неопределенность $u_c(y)$ является просто положительным квадратным корнем из линейной суммы членов, представляющих собой дисперсию выходной оценки y , вызванной стандартной неопределенностью каждой входной оценки x_i (см. 5.1.3). [Эту линейную сумму не следует путать с общим законом распространения погрешностей, хотя они и имеют похожую форму; стандартные неопределенности не являются погрешностями (см. Е.3.2).]

ПРИМЕР.

Десять резисторов, каждый из которых имеет номинальное сопротивление $R_i = 1000$ Ом, откалиброваны с пренебрежимо малой неопределенностью сличения с помощью

такого же эталонного резистора R_S на 1000 Ом, характеризующегося стандартной неопределенностью $u(R_S)=100$ мОм, как указано в его свидетельстве о сертификации. Резисторы соединены последовательно с помощью проводов, имеющих пренебрежимо малое сопротивление для того, чтобы получить образцовое сопротивление R_{ref} с номинальным сопротивлением 10 кОм. Таким образом,

$R_{ref}=f(R_i)=\sum_{i=1}^{10} R_i$. Поскольку $r(x_i, x_j) = r(R_i, R_j)=+1$ для каждой пары резисторов (см. F.1.2.3, Пример 2), то применимо уравнение этого Примечания. Так как для каждого резистора $\frac{\partial f}{\partial x_i} = \frac{\partial R_{ref}}{\partial R_i} = 1$ и $u(x_i) = u(R_i) = u(R_S)$ (см. F.1.2.3, Пример 2), то это уравнение дает для суммарной стандартной неопределенности R_{ref} выражение $u_c(R_{ref}) = \sum_{i=1}^{10} u(R_i) = 10 \cdot (100 \text{ мОм}) = 1 \text{ Ом}$.

Результат $u_c(R_{ref}) = [\sum_{i=1}^{10} u^2(R_i)]^{1/2} = 0,32$ Ом, полученный с помощью уравнения (10), неверен, так как он не учитывает, что все калиброванные значения десяти резисторов коррелированы.

2. Оцененные дисперсии $u^2(x_i)$ и оцененные ковариации $u(x_i, x_j)$ можно рассматривать как элементы ковариационной матрицы с элементами u_{ij} . Диагональные элементы u_{ii} матрицы являются дисперсиями $u^2(x_i)$, в то время как внедиагональные элементы $u_{ij} (i \neq j)$ являются ковариациями $u(x_i, x_j) = u(x_j, x_i)$. Если две входные оценки некоррелированы, то их ковариация и соответствующие элементы u_{ij} и u_{ji} ковариационной матрицы равны 0. Если все входные оценки некоррелированы, то все внедиагональные элементы равны нулю и ковариационная матрица является диагональной (см. также С.3.5).

3. В целях численного оценивания уравнение (16) можно записать, как

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N Z_i Z_j r(x_i, x_j),$$

где Z_i дано в 5.1.3, Примечание 2.

4. Если X_i особого вида, рассмотренные в 5.1.6, коррелированы, то в правой части уравнения (12) необходимо добавить следующие члены:

$$2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \left[p_i u(x_i) / x_i \right] \left[p_j u(x_j) / x_j \right] r(x_i, x_j).$$

5.2.3 Рассмотрим два средние арифметические \bar{q} и \bar{r} , которые оценивают ожидания μ_q и μ_r двух случайно изменяющихся величин q и r , и пусть \bar{q} и \bar{r} вычисляются из n независимых пар одновременных наблюдений q и r , сделанных при одинаковых условиях измерений (см. В.2.15). Тогда ковариация \bar{q} и \bar{r} оценивается по формуле (см. С.3.4):

$$s(\bar{q}, \bar{r}) = \frac{1}{n(n-1)} \sum_{k=1}^n (q_k - \bar{q})(r_k - \bar{r}), \quad (17)$$

где q_k и r_k являются индивидуальными наблюдениями величин q и r , а \bar{q} и \bar{r} рассчитываются из наблюдений в соответствии с уравнением (3). Если в действительности наблюдения некоррелированы, то предполагается, что расчетная ковариация примерно равна 0.

Таким образом, оцененная ковариация двух коррелированных входных величин X_i и X_j , которые оцениваются посредством \bar{X}_i и \bar{X}_j , определенными из независимых пар повторных одновременных наблюдений, дается формулой $u(x_i, x_j) = s(\bar{X}_i, \bar{X}_j)$, где $s(\bar{X}_i, \bar{X}_j)$, рассчитываются в соответствии с уравнением (17). Такое использование уравнения (17) можно рассматривать, как оценку ковариации по типу А. Оцененный коэффициент корреляции для X_i и X_j получают из уравнения (14): $r(x_i, x_j) = r(X_i, X_j) = s(\bar{X}_i, \bar{X}_j) / s(\bar{X}_i) s(\bar{X}_j)$.

ПРИМЕЧАНИЕ - Примеры, когда необходимо использовать ковариации, рассчитанные из уравнения (17), даны в Н.2 и Н.4.

5.2.4 Может существовать значительная корреляция между двумя входными величинами, если при их определении используют один и тот же измерительный прибор, физический эталон измерения или справочные данные, имеющие значительную стандартную неопределенность. Например, если поправка на температуру, необходимая для оценки входной величины X_i , получается с помощью некоторого термометра и такая же поправка на температуру, необходимая для оценки входной величины X_j , тоже получается

с помощью этого же термометра, то две входные величины могут быть значительно коррелированы. Однако, если X_i и X_j в этом примере переопределены как величины без поправок, и величины, которые определяют калибровочную кривую термометра, включены как добавочные входные величины с независимыми стандартными неопределенностями, корреляция между X_i и X_j устраняется (см. F.1.2.3 и F.1.2.4 для дальнейшего обсуждения).

5.2.5 Корреляции между входными величинами нельзя игнорировать; если они имеются и значительны. Связанные с ними ковариации следует оценивать экспериментально, если это возможно, изменяя коррелированные входные величины (см. C.3.6, Примечание 3) или используя всю имеющуюся информацию о коррелированной изменчивости рассматриваемых величин (оценивание ковариации по типу В). Правильное понимание, базирующееся на прошлом опыте и общих знаниях (см. 4.3.1 и 4.3.2), особо необходимо при оценивании степени корреляции между входными величинами, возникающей из-за эффектов, оказывающих общие влияния, таких как температура окружающей среды, атмосферное давление и влажность. К счастью, во многих случаях эффекты таких влияний имеют пренебрежимо малую взаимозависимость, так что можно предположить, что входные величины, испытывающие такие влияния, некоррелированы. Однако если нельзя предположить, что они некоррелированы, сами корреляции могут быть исключены, если общие влияния введены как добавочные независимые входные величины, как указано в 5.2.4.

6 Определение расширенной неопределенности.

6.1 Введение

6.1.1 Рекомендация INC-1 (1980), разработанная Рабочей группой по составлению отчета о неопределенностях, на которой базируется данное *Руководство* (см. Введение), и Рекомендации 1 (CI-1981) и 1 (CI-1986), разработанные МКМВ, которые одобрили и вновь утвердили INC-1 (1980) (см. А.2 и А.3), поддерживают использование суммарной стандартной неопределенности $u_c(y)$ в качестве параметра для количественного выражения неопределенности результата измерения. В самом деле, во второй из его рекомендаций МКМВ предложил "всем участникам при представлении результатов всех международных сличений или других работ под эгидой МКМВ и Консультативных Комитетов" использовать, как это теперь называется, суммарную стандартную неопределенность $u_c(y)$.

6.1.2 Хотя $u_c(y)$ может повсеместно использоваться для выражения неопределенности результата измерения, в некоторых случаях в торговле, промышленности и регулирующих актах, а также когда дело касается здоровья и безопасности, часто необходимо дать меру неопределенности, которая указывает интервал для результата измерения, в пределах которого, можно ожидать, находится большая часть распределения значений, которые можно с достаточным основанием приписать измеряемой величине. Существование такого требования было признано Рабочей группой и привело к появлению параграфа 5 Рекомендации INC-1 (1980). Оно также отражено в Рекомендации 1 (CI-1986) МКМВ.

6.2 Расширенная неопределенность

6.2.1 Дополнительная мера неопределенности, которая соответствует требованию указания интервала, как упомянуто в 6.1.2, называется *расширенной неопределенностью* и обозначается символом U . Расширенную неопределенность U получают путем

умножения суммарной стандартной неопределенности $u_c(y)$ на коэффициент охвата k :

$$U = k u_c(y) \quad (18)$$

Тогда результат измерения удобно выражается как $Y = y \pm U$, что означает, что наилучшей оценкой значения, приписываемого измеряемой величине Y , является y , и что интервал от $y - U$ до $y + U$ содержит, можно ожидать, большую часть распределения значений, которые можно с достаточным основанием приписать Y . Такой интервал также выражается как $y - U \leq Y \leq y + U$.

6.2.2 Термины **доверительный интервал** (С.2.27, С.2.28) и **уровень доверия** (С.2.29) имеют в статистике специальные определения и применяются к интервалу, определяемому U , только когда выполнены определенные условия, включая условие, чтобы все составляющие неопределенности, которые входят в $u_c(y)$, были бы получены из оценивания по типу А. Таким образом, в данном *Руководстве* слово "доверие" не используется для модификации слова "интервал", когда ссылаются на интервал, определяемый U ; и термин "доверительный уровень" также не используется в связи с интервалом и предпочитается скорее термин "уровень доверия". Более конкретно, U рассматривается как задание интервала вокруг результата измерения, который содержит большую часть p распределения вероятностей, характеризуемого результатом и его суммарной стандартной неопределенностью, и p является *вероятностью охвата* или *уровнем доверия* для этого интервала.

6.2.3 Если это возможно, необходимо оценить и указать доверительный уровень p , связанный с интервалом, определяемым U . Надо признать, что умножение $u_c(y)$ на какую-то постоянную величину не дает никакой новой информации, а просто представляет ранее имевшуюся информацию в новом виде. Однако нужно также признать, что в большинстве случаев уровень доверия p (особенно для значений p , близких к 1) будет скорее неопределенным не только из-за

ограниченного знания распределения вероятностей, характеризуемых y и $u_c(y)$ (особенно в крайних областях), но также из-за неопределенности самой $u_c(y)$ (см. Примечание 2 к 2.3.5, 6.3.2 и Приложение G, особенно G.6.6).

ПРИМЕЧАНИЕ - Предпочтительный способ указания результата измерения, когда мера неопределенности есть $u_c(y)$ или U , смотри соответственно в 7.2.2 и 7.2.4.

6.3 Выбор коэффициента охвата

6.3.1 Значение коэффициента охвата k выбирается на основе уровня доверия, требуемого интервалом от $y-U$ до $y+U$. Обычно k бывает в диапазоне от 2 до 3. Однако в особых случаях k может выходить за пределы этого диапазона. Богатый опыт и полное знание способов применения результата измерения может ускорить выбор нужного значения k .

ПРИМЕЧАНИЕ - Иногда может обнаружиться, что известная поправка b на систематический эффект не вносилась в сообщаемый результат измерения, а вместо этого была сделана попытка учесть эффект путем расширения "неопределенности", приписываемой результату. Этого следует избегать; только при особых обстоятельствах не вносятся поправки в результат измерения на известные значимые систематические эффекты (см. F.2.4.5 для особого случая и как обращаться с ним). Оценивание неопределенности результата измерения не следует путать с предписанием безопасного допуска какой-либо величине.

6.3.2 В идеале хотелось бы иметь возможность выбрать конкретное значение коэффициента охвата k , которое обеспечивало бы интервал $Y=y\pm U=y\pm k u_c(y)$, соответствующий выбранному уровню доверия, такому как 95 или 99 процентов; равным образом, для заданного значения k хотелось бы иметь возможность четко указать уровень доверия, связанный с этим интервалом. Однако это нелегко осуществить на практике, поскольку это требует полного знания распределения вероятностей, характеризуемого результатом измерения y и его суммарной стандартной неопределенностью $u_c(y)$. Хотя эти параметры обладают большой значимостью, сами по себе они недостаточны для того, чтобы установить интервалы, имеющие точно известные уровни доверия.

6.3.3 Рекомендация INC-1 (1980) не показывает, как следует устанавливать отношение между k и p . Этот вопрос рассматривается в Приложении G, и предпочтительный способ его приближенного решения представлен в G.4, а итог подведен в G.6.4. Однако часто является адекватным более простой подход, обсуждаемый в G.6.6, для измерительных ситуаций, где распределение вероятностей, характеризуемое y и $u_c(y)$, является приблизительно нормальным и число эффективных степеней свободы $u_c(y)$ значительно. В этом случае, часто встречающемся на практике, можно предположить, что принятие $k=2$ дает интервал, имеющий уровень доверия примерно 95 процентов, а принятие $k=3$ дает интервал, имеющий уровень доверия приблизительно 99 процентов.

ПРИМЕЧАНИЕ - Метод оценивания эффективных степеней свободы $u_c(y)$ дан в G.4. Таблица G.2 Приложения G может быть использована, чтобы помочь установить, приемлемо ли это решение для конкретного измерения (см. G.6.6).

7 Составление отчета о неопределенности.

7.1 Общие рекомендации

7.1.1 В целом, при движении вверх по иерархии измерений требуется все больше подробностей о том, как были получены результат измерения и его неопределенность. Тем не менее, на любом уровне этой иерархии, включая коммерческую и регулируемую деятельность на рынке, инженерную работу в промышленности, калибровочные услуги более низкого уровня, промышленные исследования и разработки, академические исследования, промышленные первичные эталоны и калибровочные лаборатории, национальные лаборатории эталонов и МБМВ, вся информация, необходимая для повторного оценивания измерения должна быть доступна для тех, кто может в ней нуждаться. Глубинная разница заключается в том, что на более низких уровнях иерархической цепи большая часть необходимой информации может быть сделана доступной в форме опубликованных отчетов о калибровке и испытаниях, спецификаций по испытаниям, сертификатов о калибровке и испытаниях, руководств по эксплуатации, международных и национальных стандартов и локальных регулирующих актов.

7.1.2 Когда подробности об измерении, включая то, как была оценена неопределенность его результата, обеспечиваются ссылкой на существующие документы, как это часто бывает в случае, когда результаты калибровки приводятся в сертификате, настоятельно необходимо, чтобы эти документы поддерживались на современном уровне так, чтобы они соответствовали непосредственно используемой в настоящее время процедуре измерения.

7.1.3 Огромное число измерений производится каждый день в промышленности и торговле без каких-либо развернутых отчетов о неопределенности. Однако многие из них проводятся с помощью приборов, подлежащих периодической калибровке или узаконенной поверке. Если известно, что используемые приборы находятся в соответствии с их

спецификациями или с существующими нормативными документами, которые на них распространяются, то неопределенности их показаний могут быть извлечены из этих спецификаций или нормативных документов.

7.1.4 Хотя на практике количество информации, необходимое для того, чтобы задокументировать результат измерения, зависит от его предполагаемого использования, основной принцип назначения требований к ним остается неизменным: при составлении отчета о результате измерения и его неопределенности лучше дать слишком много информации, чем слишком мало. Например, следует:

- а) ясно описать методы, используемые для вычисления результата измерения и его неопределенности из экспериментальных наблюдений и входных данных;
- б) перечислить все составляющие неопределенности и полностью задокументировать, как они оценивались;
- в) представить анализ данных таким образом, чтобы можно было легко следовать всем его важным этапам и в случае необходимости независимо повторить вычисление сообщаемого результата;
- г) дать все поправки и константы, используемые в анализе, и их источники.

Для того чтобы проверить приведенный выше список, нужно спросить себя: "Дал ли я достаточно информации в достаточно ясном виде для того, чтобы мой результат можно было улучшить в будущем, если появится новая информация или новые данные?"

7.2 Конкретные рекомендации

7.2.1 Когда указывается результат измерения и мерой неопределенности является суммарная стандартная неопределенность $u_c(y)$, следует:

а) дать полное описание того, как определяется измеряемая величина Y ;

б) дать оценку u измеряемой величины Y и ее суммарную стандартную неопределенность $u_c(y)$; всегда должны быть указаны единицы для u и $u_c(y)$;

в) в случае необходимости включить относительную стандартную неопределенность $u_c(y)/|y|$, $|y| \neq 0$;

г) дать информацию, приведенную в 7.2.7, или сослаться на опубликованный документ, содержащий ее.

Если это предполагается полезным для лиц, которые намерены воспользоваться результатом измерения, например, для того чтобы помочь в будущем при расчетах коэффициентов охвата или помочь в понимании измерения, можно указать:

- оцененные эффективные степени свободы $\nu_{\text{эфф}}$ (см. G.4);

- суммарные стандартные неопределенности по типу А и В - $u_{cA}(y)$ и $u_{cB}(y)$, и их оцененные эффективные степени свободы $\nu_{\text{эффA}}$ и $\nu_{\text{эффB}}$ (см. G.4.1, Примечание 3).

7.2.2 Когда мера неопределенности - $u_c(y)$, лучше всего указать численный результат измерения одним из следующих четырех способов для того, чтобы предотвратить непонимание (предполагается, что величина, чье значение сообщается, является эталоном массы m_s с номинальным значением 100 г; слова в скобках можно опустить для краткости, если u_c определяется где-либо еще в документе, сообщающем результат):

1) " $m_s=100,02147$ г с (суммарной стандартной неопределенностью) $u_c=0,35$ мг";

2) " $m_s=100,02147(35)$ г, где цифры в скобках являются численным значением (суммарной стандартной неопределенности) u_c , соответствующим последним цифрам приведенного результата";

3) " $m_s=100,02147(0,00035)$ г, где число в скобках является численным значением (суммарной стандартной неопределенности) u_c , выраженной в единицах приведенного результата;

4) " $m_s=(100,02147 \pm 0,00035)$ г, где число, следующее за знаком \pm , является численным значением (суммарной стандартной неопределенности) u_c , а не доверительным интервалом.

ПРИМЕЧАНИЕ - Форму со знаком \pm следует по возможности избегать, поскольку традиционно она использовалась для указания интервала, соответствующего высокому уровню доверия, и, следовательно, может быть спутана с расширенной неопределенностью (см. 7.2.4). Далее, хотя скобки в 4) используются с целью предотвращения такой путаницы, запись $Y=y \pm u_c(y)$ может быть все-таки неправильно истолкована, особенно если скобки случайно будут опущены, а именно, что здесь подразумевается расширенная неопределенность с $k=1$ и что интервал $y-u_c(y) \leq Y \leq y+u_c(y)$ имеет определенный уровень доверия p , а именно - уровень, связанный с нормальным распределением (см. G.1.3). Как указано в 6.3.2 и Приложении G, истолкование $u_c(y)$ таким способом обычно трудно оправдать.

7.2.3 Когда указывается результат измерения и мерой неопределенности является расширенная неопределенность $U=ku_c(y)$, следует:

а) дать полное описание, как определена измеряемая величина Y ;

б) указать результат измерения, как $Y=y \pm U$ и привести единицы для u и U ;

в) когда приемлемо, включить относительную расширенную неопределенность $U/|y|$, $|y| \neq 0$;

г) дать значение k , используемое для получения U (или дать k , и $u_c(y)$ для удобства тех, кто использует результат);

д) привести приблизительный уровень доверия, связанный с интервалом $y \pm U$ и указать, как он был определен;

е) дать информацию, описанную в 7.2.7, или ссылку на опубликованный документ, содержащий ее.

7.2.4 Когда мерой неопределенности является U , то лучше всего для максимальной ясности указать численный результат измерения, как в следующем примере (слова в скобках можно опустить для краткости, если U , u_c и k определены где-либо еще в документе, сообщающем результат).

" $m_s=(100,02147\pm 0,00079)$ г, где число, следующее за знаком \pm , является численным значением (расширенной неопределенности) $U=ku_c$, где U определено из (суммарной стандартной неопределенности) $u_c=35$ мг и (коэффициента охвата) $k=2,26$, основанного на t - распределении для $\nu=9$ степеней свободы, и определяет интервал, оцененный как имеющий уровень доверия 95 процентов.

7.2.5 Если процедура измерения определяет одновременно более одной измеряемой величины, т.е. если она дает значения двух или более выходных оценок y_i (см. Н.2, Н.3 и Н.4), то кроме y_i и $u_c(y_i)$ для каждой нужно дать элементы ковариационной матрицы $u(y_i, y_j)$ или элементы $r(y_i, y_j)$ матрицы коэффициентов корреляции (С.3.6, Примечание 2), а лучше и те, и другие.

7.2.6 Численные значения оценки y и ее стандартной неопределенности $u_c(y)$ или расширенной неопределенности U не следует давать с избыточным числом цифр. Обычно достаточно привести $u_c(y)$ и U (а также стандартной неопределенности $u(x_i)$ входных оценок x_i) от силы с двумя значащими цифрами, хотя в некоторых случаях может быть необходимо сохранить дополнительные цифры для того, чтобы избежать погрешностей округления в последующих расчетах.

При сообщении окончательных результатов иногда может быть уместным округлить неопределенности в сторону увеличения, а не до ближайшей цифры. Например, $u_c(y)=10,47$ мОм можно округлить до 11 мОм. Однако здравый смысл должен возобладать, и значение, такое как $u(x_i)=28,05$ кГц, следует округлить до 28 кГц. Выходные и входные оценки должны округляться так, чтобы

соответствовать своим неопределенностям; например, если $y=10,05762$ Ом с $u_c(y)=27$ мОм, то y следует округлить до 10,058 Ом. Коэффициенты корреляции должны даваться с точностью до третьей цифры, если их абсолютные значения близки к единице.

7.2.7 При подробном описании того, как были получены результат измерения и его неопределенность, необходимо следовать рекомендациям 7.1.4 и, таким образом:

а) дать значение каждой входной оценки x_i и ее стандартной неопределенности $u(x_i)$ вместе с описанием того, как они были получены;

б) дать оцененные ковариации и коэффициенты корреляции (а лучше и те, и другие) для всех коррелированных входных оценок и методы, использованные для их получения;

в) указать степени свободы для стандартной неопределенности каждой входной оценки и то, как они были получены;

г) дать функциональную зависимость $Y=f(X_1, X_2, \dots, X_N)$, и, в случае надобности - частные производные или коэффициенты чувствительности $\partial/\partial x_i$. Однако любой из таких коэффициентов, определенных экспериментально, привести необходимо.

ПРИМЕЧАНИЕ - Поскольку функциональная зависимость f может быть чрезвычайно сложной и может отсутствовать в явном виде, а только в виде компьютерной программы, не всегда оказывается возможным дать f и ее производные. В этом случае f можно описать общими терминами или дать соответствующую ссылку на используемую программу. В таких случаях важно, чтобы было ясным, как были получены оценка y измеряемой величины Y и ее суммарная стандартная неопределенность $u_c(y)$.

8 Краткое описание процедуры оценивания и выражения неопределенности

Этапы, которым нужно следовать при оценивании и выражении неопределенности результата измерения, как представлено в данном *Руководстве*, можно свести к следующим:

1 Выразите математически зависимость между измеряемой величиной Y и входными величинами X_i , от которых она зависит: $Y=f(X_1, X_2, \dots, X_N)$. Функция f должна содержать каждую величину, включая все поправки и поправочные множители, которая может внести значительную составляющую в неопределенность результата измерения (см. 4.1.1 и 4.1.2).

2. Определите x_i - оцененное значение входной величины X_i , либо на основе статистического анализа рядов наблюдений или другими средствами (см. 4.1.3).

3. Оцените *стандартную неопределенность* $u(x_i)$ каждой входной оценки x_i . Для входной оценки, полученной из статистического анализа рядов наблюдений, стандартная неопределенность оценивается, как описано в 4.2 (*оценивание стандартной неопределенности по типу A*). Для входной оценки, полученной другими средствами, стандартная неопределенность $u(x_i)$ оценивается, как описано в 4.3 (*оценивание стандартной неопределенности по типу B*).

4. Если значения каких-либо входных величин коррелированы, оцените их ковариации (см. 5.2).

5. Рассчитайте результат измерения, т.е. оценку y измеряемой величины Y из функциональной зависимости f , используя для входных величин X_i оценки x_i , полученные на этапе 2 (см. 4.1.4).

6. Определите *суммарную стандартную неопределенность* $u_c(y)$ результата измерения y из стандартных неопределенностей и ковариаций, связанных с входными оценками, как описано в разделе 5. Если измерение определяет одновременно более одной

входной величины, рассчитайте их ковариации (см. 7.2.5, Н.2, Н.3 и Н.4).

7. Если требуется дать *расширенную неопределенность* U , чьей целью является обеспечение интервала от $y-U$ до $y+U$, в пределах которого, предположительно, находится большая часть распределения значений, которые можно с достаточным основанием приписать измеряемой величине Y , умножьте суммарную стандартную неопределенность $u_c(y)$ на *коэффициент охвата* k , обычно находящийся в диапазоне от 2 до 3, чтобы получить $U \approx k u_c(y)$. Выберите k , исходя из желаемого уровня доверия, требуемого для интервала (см. 6.2 и 6.3 и особенно Приложение G, рассматривающее выбор значения k , которое обеспечивает интервал, имеющий уровень доверия, близкий к заданному значению).

8. Сообщите результат измерения y вместе с его суммарной стандартной неопределенностью $u_c(y)$ или расширенной неопределенностью U , как рассмотрено в 7.2.1 и 7.2.3; используйте одну из форм, как указано в 7.2.2 и 7.2.4. Опишите, как подчеркнуто также в разделе 7, каким образом были получены y и $u_c(y)$ или U .

Приложение А

Рекомендации рабочей группы и МКМВ

А.1 Рекомендация INC-1 (1980)

Рабочая группа по определению неопределенностей была создана МБМВ в октябре 1980 г. по инициативе МКМВ. Она подготовила подробный отчет, завершающийся Рекомендацией INC-1 (1980) [2]. Английский перевод этой Рекомендации дан в п. 0.7 данного Руководства. Французский текст представлен ниже [2]:

Expression des incertitudes expérimentales

complète de ses composantes et indiquer pour chacune la méthode utilisée pour lui attribuer une valeur numérique.

Recommandation INC-I (1980)

1. L'incertitude d'un résultat de mesure comprend généralement plusieurs composantes qui peuvent être groupées en deux catégories d'après la méthode utilisée pour estimer leur valeur numérique:

A. celles qui sont évaluées à l'aide de méthodes statistiques,

B. celles qui sont évaluées par d'autres moyens.

Il n'y a pas toujours une correspondance simple entre le classement dans les catégories A ou B et le caractère "aléatoire" ou "systématique" utilisé antérieurement pour classer les incertitudes. L'expression "incertitude systématique" est susceptible de conduire à des erreurs d'interprétation: elle doit être évitée.

Toute description détaillée de l'incertitude devrait comprendre une liste

2. Les composantes de la catégorie A sont caractérisées par les variances estimées s^2_j (ou les "écarts-types" estimés s_j) et les nombres ν_j , de degrés de liberté. Le cas échéant, les covariances estimées doivent être données.

3. Les composantes de la catégorie B devraient être caractérisées par des termes u^2_j qui puissent être considérés comme des approximations des variances correspondantes dont on admet l'existence. Les termes u^2_j peuvent être traités comme des variances et les termes u_j comme des écarts-types. Le cas échéant, les covariances doivent être traitées de façon analogue.

4. L'incertitude composée devrait être caractérisée par la valeur obtenue en appliquant la méthode usuelle de combinaison des variances. L'incertitude composée ainsi que ses composantes devraient être exprimées sous la forme d'"écart-types".

5. Si pour des utilisations particulières on est amené à multiplier par un facteur l'incertitude composée afin d'obtenir une incertitude

globale, la valeur numérique de ce facteur doit toujours être donnée.

A.2 Рекомендация 1 (МК-1981)

МКМВ рассмотрел отчет, представленный Рабочей Группой по Определению Неопределенностей и на 70-ой сессии, состоявшейся в октябре 1981 г., принял следующую рекомендацию [3]:

Рекомендация 1 (МК-1981) Выражение экспериментальных неопределенностей

Международный комитет мер и весов,

учитывая

- необходимость выработки единой формы выражения неопределенностей измерений в метрологии,
- усилия прилагаемые для этой цели различными организациями в течение многих лет,
- прогресс, достигнутый в поиске приемлемого решения, явившейся прямым результатом деятельности Рабочей Группы по Определению Погрешности, созданной в МБМВ в 1980 г.

признавая

- что предложения Рабочей Группы могли бы явиться основой для окончательного соглашения по выражению неопределенностей,

рекомендует

- чтобы предложения, выдвинутые Рабочей Группой, были доведены до широких кругов заинтересованных лиц и организаций;
- чтобы МБМВ предприняло все усилия для применения принципов, заложенных в этих предложениях, к международным сличениям, которые будут проводиться при его содействии в будущем;
- чтобы другие заинтересованные организации изучали и практически применяли эти предложения, а также сообщали свое мнение в МБМВ;
- чтобы в течение 2-3 лет МБМВ выработало указания по

практическому применению этих предложений.

A.3 Рекомендация 1 (МК-1986)

МКМВ на своей 75-ой сессии (окт. 1986) кроме того, рассмотрел вопрос о выражении неопределенностей и принял следующую рекомендацию [4]:

Рекомендация 1 (МК-1986)

Выражение неопределенностей в работах, проводимых МКМВ

Международный комитет мер и весов,

учитывая, что Рабочая Группа по Определению Неопределенностей приняла Рекомендацию INC-1 (1980), а МКМВ принял Рекомендацию 1 (МК-1981),

учитывая, что некоторые члены Консультативных Комитетов нуждаются в прояснении данной Рекомендации в приложении к тем задачам, которые входят в сферу их компетентности, особенно, в том, что касается международных сличений,

признавая, что параграф 5 Рекомендации INC-1 (1980), относящийся к особым случаям, особенно, имеющим промышленную значимость, в настоящее время рассматривается рабочей группой ИСО, МОЗМ и МЭК, при содействии и сотрудничестве МКМВ,

рекомендует применение параграфа 4 Рекомендации INC-1 (1980) всеми участниками при оформлении результатов всех международных сличений или других работ, проводимых МКМВ или его Консультативными Комитетами; а также - чтобы суммарные погрешности типа А и В выражались в виде *единого стандартного отклонения*.

Приложение В

Основные метрологические термины

В.1 Источник определений

При составлении данного *Руководства* по основным метрологическим терминам были использованы определения из *Международного словаря основных и общих терминов метрологии* (сокращенно VIM), второе издание [6], выпущенного Международной организацией по стандартизации (ИСО) от имени семи организаций, оказавших поддержку при его создании и предоставивших своих экспертов для его подготовки, среди них: Международное бюро мер и весов (МБМВ), Международная электротехническая комиссия (МЭК), Международная федерация клинической химии (МФКХ), ИСО, Международный союз по теоретической и прикладной химии (ИЮПАК), Международный союз по теоретической и прикладной физике (ИЮПАП) и Международная организация законодательной метрологии (МОЗМ). VIM должен являться основополагающим источником, к которому следует обращаться относительно определения терминов, не включенных либо в *Руководство*, либо в текст.

Примечание - Некоторые основные статистические термины и понятия приведены в приложении С, в то время как термины "истинное значение", "погрешность" и "неопределенность" рассматриваются далее в приложении D.

В.2 Определения

Как и в разделе 2, в следующих далее определениях использование скобок, ограничивающих определенные слова некоторых терминов, означает, что эти

слова могут быть опущены, если это не вызовет путаницы.

Термины, выделенные жирным шрифтом в некоторых примечаниях, являются дополнительными метрологическими терминами, определения которых даются в этих примечаниях - прямо или косвенно (см. [6]).

В.2.1 (Измеримая) величина [VIM 1.1] - свойство явления, объекта или вещества, которое может выделяться качественно и определяться количественно

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 Термин "величина" может обозначать величину в общем смысле [см. примеры а)] или конкретную величину [см. примеры б)].

ПРИМЕРЫ.

а) величины в общем смысле: длина, время, масса, температура, электрическое сопротивление, концентрация вещества;

б) конкретные величины:
 - длина данного стержня;
 - электрическое сопротивление данного образца провода;
 - концентрация этанола в данной пробе вина.

2 Величины, которые можно расположить по порядку значений величины друг относительно друга, называются **однородными величинами**.

3 Однородные величины могут быть сгруппированы по категориям величин, например:
 - работа, теплота, энергия;
 - толщина, длина окружности, длина волны.

4 Обозначения величины приведены в ИСО 31.

В.2.2 Значение (величины) [VIM 1.18]

- значение конкретной величины, выражаемое, как правило, произведением единицы измерения на число.

ПРИМЕРЫ.

- a) длина стержня 5,34 м или 534 см;
- b) масса тела 0,152 кг или 152 г;
- c) количество вещества пробы воды (H₂O) 0,012 моль или 12 ммоль.

ПРИМЕЧАНИЯ.

- 1 Значение величины может быть положительным, отрицательным или нулевым;
- 2 Значение величины может быть выражено разными способами.
- 3 Значения величин, имеющих размерность, равную 1, как правило, выражаются безразмерным числом.
- 4 Величина, которая не может быть выражена в виде произведения единицы измерения на число, может быть выражена ссылкой на принятую условную шкалу или на измерительную процедуру, или на то и другое.

В.2.3 Истинное значение (величины) [VIM 1.19] -

значение, соответствующее определению данной конкретной величины.

ПРИМЕЧАНИЯ.

- 1 Это - значение, которое могло бы быть получено при идеальном измерении.
- 2 Истинное значение по природе неопределимо.
- 3 В английском языке неопределенный артикль чаще, чем определенный, используется в сочетании с термином "истинное значение", т.к. может быть много

значений, соответствующих определению данной конкретной величины.

Пояснение к *Руководству*: см. приложение D, в частности - D.3.5, где указаны причины, по которым термин "истинное значение" не используется в этом *Руководстве* и по которым термины "истинное значение измеряемой величины" (или величины) или "значение измеряемой величины" (или величины) рассматриваются как эквивалентные.

В.2.4 Действительное значение (величины) [VIM 1.20] -

значение, приписываемое конкретной величине и принимаемое, часто по соглашению, как имеющее неопределенность, приемлемую для данной цели.

ПРИМЕРЫ.

- a) здесь значение, приписываемое величине, воспроизводимой эталоном, может быть принято в качестве действительного значения;
- b) Рекомендованное КОДАТА в 1986 г. значение для постоянной Авогадро составляет $(6,0221367 \times 10^{23} \text{ моль}^{-1})$

ПРИМЕЧАНИЯ

1 "Действительное значение величины" иногда называют приписанным значением, наилучшей оценкой величины, номинальным значением или исходным значением. Однако "исходное значение" - в этом смысле, не следует путать с "исходным значением" в смысле, указанном в Примечании к 5.7 [VIM].

2 Часто для определения действительного значения используется несколько результатов измерений величины.

Пояснение к *Руководству*: см. пояснение к В.2.3 *Руководства*.

В.2.5 Измерение [VIM 2.1] -

совокупность операций, имеющих целью определение значения величины.

ПРИМЕЧАНИЕ - Операции могут выполняться автоматически.

В.2.6 Принцип измерения [VIM 2.3] - научная основа измерения.

ПРИМЕРЫ.

- a) применение термоэлектрического эффекта для измерения температуры;
- b) применение эффекта Джозефсона для измерения разности электрического потенциала;
- c) применение эффекта Доплера для измерения скорости;
- d) применение эффекта Рамана для измерения волнового числа молекулярных вибраций.

В.2.7 Метод измерения [VIM 2.4] - логическая последовательность операций, описанная в общем виде, которая применяется при выполнении измерений.

ПРИМЕЧАНИЕ - Методы измерения могут быть различными, например:

- метод измерений замещением,
- дифференциальный метод,
- нулевой метод.

В.2.8 Измерительная процедура [VIM 2.5] (методика выполнения измерений) - специально описанная совокупность операций, используемая при выполнении конкретных измерений в соответствии с данным методом.

ПРИМЕЧАНИЕ - Измерительная процедура обычно вносится в документ, который сам иногда называется "измерительная процедура" (или метод измерения) и обычно содержащиеся в нем сведения являются достаточными для оператора, чтобы выполнить измерения без дополнительной информации.

В.2.9 Измеряемая физическая величина [VIM 2.6] -

конкретная величина, подвергаемая измерению.

ПРИМЕР - давление пара в данной пробе воды при 20 °С.

ПРИМЕЧАНИЕ - Определение измеряемой физической величины может потребовать определения таких величин, как время, температура и давление.

В.2.10 Влияющая величина [VIM 2.7] - величина, которая не является предметом измерения, но влияющая на результат измерения.

ПРИМЕРЫ.

- a) температура микрометра, применяемого для измерения длины;
- b) частота при измерении амплитуды переменного электрического напряжения;
- c) концентрация билирубина при измерении концентрации гемоглобина в пробе плазмы крови человека.

Пояснение к Руководству: Определение влияющей величины подразумевает включение величин, связанных с измерительными эталонами, образцовыми веществами и справочными данными, от которых может зависеть результат измерения, а также от таких явлений, как кратковременные флуктуации параметров измерительного прибора, и таких величин, как температура окружающей среды, атмосферное давление и влажность.

В.2.11 Результат измерения [VIM 3.1] - значение, приписываемое измеряемой величине, полученное путем измерения.

ПРИМЕЧАНИЯ.

- 1 При приведении результата следует ясно указать, относится ли он к:
 - показанию прибора;
 - результату без учета поправки;
 - результату с учетом поправки,
 или к среднему нескольких значений.

2 Полная формулировка результата измерения включает информацию о неопределенности измерения.

В.2.12 Неисправленный результат измерения [VIM 3.3] - результат измерения до введения поправки на систематическую погрешность.

В.2.13 Исправленный результат измерения [VIM 3.4] - результат измерения после введения поправки на систематическую погрешность.

В.2.14 Точность измерения [VIM 3.5] - близость результата измерения к истинному значению измеряемой величины.

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 "Точность" является качественным понятием.

2 Не следует употреблять термин прецизионность вместо "точности".

Пояснение к *Руководству*: См. Пояснение к В.2.3 *Руководства*.

В.2.15 Сходимость (результатов измерений) [VIM 3.6] - близость результатов последовательных измерений одной и той же измеряемой величины, выполненных в одинаковых условиях измерений.

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 Эти условия называются условиями сходимости.

2 К условиям сходимости относятся:

- одна и та же измерительная процедура;
- один и тот же наблюдатель;
- один и тот же измерительный прибор, применяемый в одних и тех же условиях;
- одно и то же место;
- повторение измерений в течение короткого периода времени.

3 Сходимость может выражаться количественно через параметры, характеризующие дисперсию результатов.

В.2.16 Воспроизводимость (результатов измерений) [VIM 3.7] - близость результатов измерений одной и той же измеряемой величины, при проведении измерений в измененных условиях.

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 Для обоснованного утверждения о воспроизводимости следует указывать, какие условия были изменены.

2 Изменяющиеся условия могут включать:

- принцип измерения;
- метод измерения;
- наблюдателя;
- измерительный прибор;
- измерительный эталон;
- место;
- условия применения;
- время.

3 Воспроизводимость может быть выражена количественно с помощью параметров, характеризующих дисперсию результатов.

4 В этих случаях обычно подразумевается, что результаты измерения являются исправленными результатами.

В.2.17 Экспериментальное стандартное отклонение [VIM 3.8] - величина $s(q_k)$ для ряда n измерений одной и той же измеряемой величины, характеризующая рассеяние результатов и определяемая по формуле:

$$s(q_k) = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^n (q_k - \bar{q})^2}{n-1}},$$

где: q_k - результат k -го измерения;
 \bar{q} - среднее арифметическое из n рассматриваемых результатов.

ПРИМЕЧАНИЯ

1 Если рассматривать ряд значений n как выборку из распределения, то \bar{q} - несмещенная оценка среднего значения μ_q , а $s^2(q_k)$ - несмещенная оценка дисперсии σ^2 этого распределения.

2 Выражение $s(q_k)/\sqrt{n}$ является оценкой стандартного отклонения распределения \bar{q} и называется **экспериментальным стандартным отклонением среднего значения**.

3 "Экспериментальное стандартное отклонение среднего значения" иногда неправильно называют **средней квадратической погрешностью среднего значения**.

Пояснение к *Руководству*: Некоторые обозначения, применяемые в VIM, были изменены с целью достижения единообразия с обозначениями, используемыми в 4.2 данного *Руководства*.

V.2.18 Неопределенность (измерения) [VIM 3.9] -

параметр, связанный с результатом измерений и характеризующий рассеяние значений, которые достаточно обоснованно могли бы быть приписаны измеряемой величине.

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 Параметром может быть, например, стандартное отклонение (или число, кратное ему), или половина интервала, имеющего указанный уровень доверия.

2 Неопределенность измерения состоит, в общем случае, из многих составляющих. Некоторые из этих составляющих могут быть оценены на основании статистического распределения результатов рядов измерений и могут характеризоваться экспериментальными стандартными отклонениями. Другие составляющие, которые также могут характеризоваться стандартными отклонениями, вычисляются из предполагаемого распределения вероятностей, основанного на опыте или другой информации.

3 Подразумевается, что результат измерения является лучшей оценкой значения измеряемой величины и что все составляющие неопределенности, включая составляющие, обусловленные систематическими эффектами, такими как связанные с поправками и эталонами, приводят к рассеянию.

Пояснение к *Руководству*: В VIM указывается, что это определение и примечания - идентичны определению и примечаниям в данном *Руководстве* (см. 2.2.3).

V.2.19 Погрешность (измерения) [VIM 3.10] -

отклонение результата измерения от истинного значения измеряемой величины.

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 Так как истинное значение не может быть определено, на практике применяется действительное значение (см. [VIM] 1.19 [B.2.3] и 1.20 [B.2.4]).

2 Когда необходимо различать "относительную погрешность" и "погрешность", последнюю иногда называют **абсолютной погрешностью измерения**. Этот термин не следует путать с **абсолютным значением погрешности**, которое является модулем погрешности.

Пояснение к *Руководству*: Если результат измерения зависит от значений еще каких-либо величин, помимо измеряемой, погрешности измеренных значений этих величин вносят вклад в погрешность результата измерения. См. также Пояснения к V.2.22 и V.2.3 *Руководства*.

V.2.20 Относительная погрешность [VIM 3.12] -

отношение погрешности измерения к истинному значению измеряемой величины.

ПРИМЕЧАНИЕ - Так как истинное значение не может быть определено, на практике применяется действительное значение (см. [VIM] 1.19 [B.2.3] и 1.20 [B.2.4]).

Пояснение к *Руководству*: См.
Пояснение к В.2.3 *Руководства*.

В.2.21 Случайная погрешность [VIM 3.13] -

разность результата измерения и среднего значения, которое могло бы быть получено при бесконечно большом числе повторных измерений одной и той же измеряемой величины, проводимых в условиях сходимости.

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 Случайная погрешность равна погрешности измерения минус систематическая погрешность.

2 Так как может быть выполнено только ограниченное число измерений, можно определить только оценку случайной погрешности.

Пояснение к *Руководству*: См.
Пояснение к В.2.22 *Руководства*.

В.2.22 Систематическая погрешность [VIM 3.14] -

разность между средним значением, получаемым при бесконечном числе измерений одной и той же измеряемой величины в условиях сходимости, и истинным значением измеряемой величины.

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 Систематическая погрешность равна погрешности измерения минус случайная погрешность.

2 Как и истинное значение, систематическая погрешность и ее причины не могут быть полностью известны.

3 Что касается измерительного прибора, см. "систематическая погрешность (измерительного прибора)" [VIM 5.25].

Пояснение к *Руководству*:
Погрешность результата измерения (см. В.2.19) может часто рассматриваться как результат воздействия ряда случайных и систематических эффектов, которые вносят свой вклад в погрешность результата измерения. См. также Пояснение к В.2.19 и В.2.3 *Руководства*.

В.2.23 Поправка [VIM 3.15] -

значение величины, которое алгебраически суммируется с неисправленным результатом измерения для компенсации систематической погрешности.

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 Поправка равна оцененной систематической погрешности, взятой с обратным знаком.

2 Так как систематическая погрешность не может быть известна точно, компенсация не может быть полной.

В.2.24 Поправочный коэффициент [VIM 3.16] -

числовой коэффициент, на который умножают неисправленный результат измерения для компенсации систематической погрешности.

ПРИМЕЧАНИЕ - Так как систематическая погрешность не может быть точно известна, компенсация не может быть полной.

Приложение С

Основные статистические термины и понятия

С.1 Источник определений

Определения основных статистических терминов, приведенных в этом Приложении, взяты из Международного стандарта ИСО 3534-1 [7], который должен быть основополагающим источником для определения терминов, не включенных в данный текст. Некоторые из этих терминов и лежащие в их основе понятия подробно рассматриваются в С.3; а в разделе С.2, для более удобного пользования этим *Руководством*, приведены их формальные определения. Однако определения некоторых терминов, связанных с основными и включенных в С.3, не основаны непосредственно на стандарте ИСО 3534-1.

С.2 Определения

Как и в разделе 2 и приложении В, заключение некоторых слов у терминов в скобки означает, что эти слова могут быть опущены, если это не приведет к путанице.

Определения терминов С.2.1-С.2.14 даны в понятиях свойств совокупностей. Определения терминов С.2.15 - С.2.31 относятся к ряду наблюдений (см. [7]).

С.2.1 Вероятность [ИСО 3534-1, 1.1] - действительное число в интервале от 0 до 1, приписываемое случайному событию.

ПРИМЕЧАНИЕ - Его можно отнести к долговременной относительной частоте события или к степени уверенности, что событие произойдет. При высокой степени уверенности, вероятность близка к 1.

С.2.2 Случайная переменная величина; переменная [ИСО 3534-1, 1.2] - переменная величина, которая может принимать любое значение из указанного ряда величин и с которой связано *распределение вероятностей* ([ИСО 3534-1] 1.3 [С.2.3]).

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 Случайная переменная величина, которая может принимать только отдельные значения, называется "дискретной". Случайная переменная величина, которая может принимать любое значение в пределах конечного или бесконечного интервала, называется "непрерывной".

2 Вероятность события A обозначается $\text{Pr}(A)$ или $P(A)$.

Пояснение к *Руководству*: Обозначение $\text{Pr}(A)$ применяется в данном *Руководстве* вместо обозначения $P(A)$, которое используется в ИСО 3534-1.

С.2.3 Распределения вероятностей (случайной переменной величины) [ИСО 3534-1, 1.3] - функция, определяющая вероятность того, что случайная величина принимает любое заданное значение или принадлежит к заданному ряду значений.

ПРИМЕЧАНИЕ - Вероятность всего ряда значений случайной переменной равна 1.

С.2.4 Функция распределения [ИСО 3534-1, 1.4] - функция, определяющая для каждого значения x вероятность того, что случайная величина X меньше или равна x :

$$F(x) = \text{Pr}(X \leq x).$$

С.2.5 Функция плотности вероятностей (для непрерывной случайной переменной) [ИСО 3534-1, 1.5] - производная (если она существует) функции распределения:

$$f(x) = dF(x)/dx.$$

ПРИМЕЧАНИЕ - $f(x)dx$ это "элемент вероятности":

$$f(x)dx = \Pr(x < X < x + dx).$$

С.2.6 Функция вероятностной меры [ИСО 3534-1, 1.6] -

функция, определяющая для каждого значения x_i дискретной случайной переменной X вероятность p_i того, что случайная величина равна x_i :

$$p_i = \Pr(X = x_i).$$

С.2.7 Параметр [ИСО 3534-1, 1.12] -

величина, используемая в описании распределения вероятностей случайной переменной.

С.2.8 Корреляция [ИСО 3534-1, 1.13] - связь между двумя или несколькими случайными переменными в пределах распределения двух или более случайных переменных величин.

ПРИМЕЧАНИЕ - Большинство статистических мер корреляции оценивают только степень линейной связи.

С.2.9 Ожидание (случайной переменной или распределения вероятностей); **ожидаемое значение, среднее значение** [ИСО 3435-1, 1.18] -

1 Для дискретной случайной переменной X , принимающей значения x_i с вероятностью p_i , ожидаемое значение, если оно существует, составляет

$$\mu = E(X) = \sum p_i x_i,$$

причем суммирование происходит по всем значениям x_i , которые может принимать X .

2 Для непрерывной случайной переменной X , имеющей функцию плот-

ности вероятностей $f(x)$, ожидаемое значение, если оно существует, составляет

$$\mu = E(X) = \int x f(x) dx,$$

причем интегрирование происходит по всему интервалу (интервалам) изменения X .

С.2.10 Центрированная случайная переменная [ИСО 3435-1, 1.21] -

случайная величина, ожидаемое значение которой равно нулю.

ПРИМЕЧАНИЕ - Если случайная переменная X имеет ожидаемое значение, равное μ , соответствующая центрированная случайная переменная - это $(X - \mu)$.

С.2.11 Дисперсия (случайной переменной или распределения вероятностей) [ИСО 3534-1, 1.22] -

ожидаемое значение квадрата *центрированной случайной переменной* ([ИСО 3534-1] 1.21 [С.2.10]):

$$\sigma^2 = V(X) = E\{[X - E(X)]^2\}.$$

С.2.12 Стандартное отклонение (случайной переменной или распределения вероятностей) [ИСО 3534-1, 1.23] -

положительный квадратный корень из дисперсии:

$$\sigma = \sqrt{V(X)}.$$

С.2.13 Центральный момент¹⁾ порядка q [ИСО 3534-1, 1.28] -

При одномерном распределении ожидаемое значение q -ой степени центрированной случайной переменной $(X - \mu)$ составляет:

$$E[(X - \mu)^q].$$

ПРИМЕЧАНИЕ - Центральный момент второго порядка представляет собой *дисперсию* ([ИСО 3534-1] 1.22 [С.2.11]) случайной переменной X .

¹⁾ Если в определении моментов величины X , $X - a$, Y , $Y - b$, и т.д. заменить на их абсолютные величины, т.е. $|X|$, $|X - a|$, $|Y|$, $|Y - b|$ и т.д., то будут определены другие

моменты, называемые "абсолютными моментами".

С.2.14 Нормальное распределение; распределение Лапласа-Гаусса [ИСО 3534-1, 1.37] -

распределение вероятностей непрерывной случайной переменной X , функция плотности вероятностей которой равна:

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{1}{2}\left[\frac{x-\mu}{\sigma}\right]^2\right],$$

где $-\infty < x < +\infty$.

ПРИМЕЧАНИЕ - μ - ожидаемое значение и σ - стандартное отклонение нормального распределения.

С.2.15 Характеристика [ИСО 3534-1, 2.2] -

свойство, которое помогает идентифицировать или различать отдельные объекты данной совокупности.

ПРИМЕЧАНИЕ - Характеристика может быть количественной (выражена через переменные величины) или качественной (выражена через свойства элементов совокупности).

С.2.16 Совокупность [ИСО 3534-1, 2.3] -

множество рассматриваемых объектов.

ПРИМЕЧАНИЕ - Для случайной переменной *распределение вероятностей* ([ИСО 3534-1 1.3 [С.2.3]) рассматривается как определяющее совокупность этой переменной.

С.2.17 Частота [ИСО 3534-1, 2.11] -

число случаев данного типа событий или число наблюдений, попадающих в определенную группу.

С.2.18 Частотное распределение [ИСО 3534-1, 2.15] -

эмпирическое соотношение между значениями характеристики и их частотами или относительными частотами.

ПРИМЕЧАНИЕ - Распределение может быть графически представлено в виде *гистограммы* ([ИСО 3534-1] 2.17),

столбцовой диаграммы ([ИСО 3534-1] 2.18), *графика накопленной частоты* ([ИСО 3534-1] 2.19), или *прямоугольной таблицы* ([ИСО 3534-1] 2.22).

С.2.19 Среднее арифметическое; среднее значение [ИСО 3534-1, 2.26] - сумма значений, деленная на их число.

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 Термин "среднее арифметическое" обычно применяется, когда речь идет о параметре совокупности, а термин "среднее значение" - когда речь идет о результате вычисления по данным, полученным в выборке.

2 Среднее значение простой случайной выборки, взятой из совокупности, представляет собой несмещенную оценку среднего арифметического этой совокупности. Однако иногда применяются и другие оценки, такие как среднее геометрическое или гармоническое, медиана или мода.

С.2.20 Дисперсия [ИСО 3534-1, 2.33] - мера рассеяния, которая представляет собой сумму возведенных в квадрат отклонений наблюдаемых значений от их среднего значения, деленную на число, на единицу меньшее, чем число наблюдений.

ПРИМЕР - Для n наблюдений x_1, x_2, \dots, x_n со средним значением

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum x_i$$

дисперсия составляет

$$s^2 = \frac{1}{n-1} \sum (x_i - \bar{x})^2.$$

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 Дисперсия выборки представляет собой несмещенную оценку дисперсии совокупности.

2 Дисперсия представляет собой центральный момент второго порядка, умноженный на $n/(n-1)$ (см. примечание к [ИСО 3534-1] 2.39).

Пояснение к *Руководству*: Дисперсия, определение которой приводится здесь, более точно определена как "выборочная оценка дисперсии совокупности". Дисперсия выборки обычно определяется как центральный момент второго порядка выборки (см. С.2.13 и С.2.22).

С.2.21 Стандартное отклонение [ИСО 3534-1, 2.34] -

положительный квадратный корень из дисперсии.

ПРИМЕЧАНИЕ - Стандартное отклонение выборки представляет собой смещенную оценку стандартного отклонения совокупности.

С.2.22 Центральный момент порядка q [ИСО 3534-1, 2.37] -

в распределении одномерной характеристики среднее арифметическое значение q -ой степени разности между наблюдаемыми значениями и их средним значением \bar{x} составляет:

$$\frac{1}{n} \sum_i (x_i - \bar{x})^q,$$

где n число наблюдений.

Примечание - Центральный момент порядка 1 равен нулю.

С.2.23 Статистика [ИСО 3534-1, 2.49]- функция выборки случайных переменных.

ПРИМЕЧАНИЕ - Статистика, как функция случайных переменных, также является случайной величиной и в качестве таковой принимает различные значения от выборки к выборке. Значение статистики, полученное путем использования наблюдаемых величин в этой функции, может быть использовано при статистической проверке или в качестве оценки параметра совокупности, такого как среднее значение или стандартное отклонение.

С.2.24 Оценивание [ИСО 3534-1, 2.49]-

операция приписывания, на основании наблюдений в выборке, числовых зна-

чений параметрам распределения, выбранного в качестве статистической модели совокупности, из которой взята эта выборка.

ПРИМЕЧАНИЕ - Результат этой операции может быть выражен как единственное значение (точечная оценка; см. [ИСО 3534-1] 2.51 [С.2.26]) или как интервальная оценка (см. [ИСО 3534-1] 2.57 [С.2.27] и 2.58 [С.2.28]).

С.2.25 Оценка [ИСО 3534-1, 2.50] - статистика, используемая для оценивания параметра совокупности.

С.2.26 Значение оценки [ИСО 3534-1, 2.51] -

значение статистики, полученное в результате оценивания.

С.2.27 Двусторонний доверительный интервал [ИСО 3534-1, 2.57] -

Если T_1 и T_2 - это две функции наблюдаемых значений, а θ - параметр совокупности, подлежащий оценке, вероятность $\Pr(T_1 \leq \theta \leq T_2)$ по крайней мере равна $(1-\alpha)$ [где $(1-\alpha)$ - фиксированное число, положительное и меньше единицы], то интервал между T_1 и T_2 представляет собой двухсторонний $(1-\alpha)$ доверительный интервал для θ .

ПРИМЕЧАНИЯ

1 Границы T_1 и T_2 доверительного интервала являются статистиками ([ИСО 3534-1] 2.45 [С.2.23]) и в качестве таковых обычно принимают различные значения от выборки к выборке.

2 В больших сериях выборок относительная частота случаев, когда истинное значение параметра совокупности θ накрывается доверительным интервалом, больше либо равна $(1-\alpha)$.

С.2.28 Односторонний доверительный интервал [ИСО 3534-1, 2.58] -

Если T является функцией наблюдаемых значений, а θ - параметр совокупности, подлежащий определению, вероятность $\Pr(T \geq \theta)$ [или вероятность $\Pr(T \leq \theta)$] по крайней мере равна $(1-\alpha)$ [где $(1-\alpha)$ - фиксированное число, по-

ложительное и меньшее единицы], то интервал от наименьшего возможного значения θ до T (или интервал от T до наибольшего возможного значения θ) является односторонним $(1-\alpha)$ доверительным интервалом для θ .

ПРИМЕЧАНИЯ

1 Граница T доверительного интервала является *статистикой* ([ISO 3534-1] 2.45 [С.2.23]) и в качестве таковой будет, как правило, принимать различные значения от выборки к выборке.

2 См. Примечание 2 [ISO 3534-1] 2.57 [С.2.27].

С.2.29 Коэффициент доверия; доверительный уровень [ISO 3534-1, 2.59] - значение $(1-\alpha)$ вероятности, связанное с доверительным интервалом или статистическим интервалом охвата (см. [ISO 3534-1 2.57 [С.2.27], 2.58 [С.2.28] и 2.61 [С.2.30]).

ПРИМЕЧАНИЕ - $(1-\alpha)$ часто выражается в процентах.

С.2.30 Статистический интервал охвата [ISO 3534-1, 2.61] - интервал, для которого можно с заданным доверительным уровнем констатировать, что он включает, по крайней мере, определенную часть совокупности.

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 Если обе границы определяются статистиками, интервал является двусторонним. Если одна из двух границ не является конечной или представляет собой граничное значение переменной величины, интервал является односторонним.

2 Его называют также "статистически допустимый интервал". Такой термин не следует использовать, так как это может вызвать путаницу с "допустимым интервалом", определенным в ISO 3534-2.

С.2.31 Степени свободы [ISO 3534-1, 2.85] - обычно число членов в сумме минус число ограничений на члены суммы.

С.3 Расшифровка терминов и понятий

С.3.1 Ожидание

Ожидание функции $g(z)$ от случайной переменной z с плотностью распределения вероятностей $p(z)$ определяется уравнением

$$E[g(z)] = \int g(z)p(z)dz,$$

где из определения $p(z)$ следует, что $\int p(z)dz = 1$. Ожидание случайной переменной z , обозначаемое через μ_z , которое также называется ожидаемая величина или среднее значение z , определяется по формуле

$$\mu_z \equiv E(z) = \int zp(z)dz.$$

Оно оценивается статистически через \bar{z} - среднее арифметическое значение или среднее из n независимых наблюдений z_i случайной переменной z , плотность распределения вероятностей которой $p(z)$:

$$\bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i.$$

С.3.2 Дисперсия

Дисперсия случайной переменной представляет собой ожидаемое значение квадратичного отклонения от ее ожидания. Таким образом, дисперсия случайной переменной z с плотностью распределения вероятностей $p(z)$ определяется по формуле

$$\sigma^2(z) = \int (z - \mu_z)^2 p(z)dz,$$

где μ_z - ожидаемое значение z . Дисперсия $\sigma^2(z)$ может быть оценена по формуле

$$s^2(z_i) = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (z_i - \bar{z})^2, \text{ где } \bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i$$

и z_i - n независимых наблюдений z .

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 Множитель $n-1$ в выражении для $s^2(z_i)$ обусловлен корреляцией между z_i и \bar{z} и отражает тот факт, что есть только $n-1$ независимых членов в множестве $\{z_i - \bar{z}\}$.

2 Если ожидание μ_z известно, то дисперсия может быть оценена по формуле

$$s^2(z_i) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (z_i - \mu_z)^2.$$

Дисперсия среднего арифметического или среднего наблюдений, в отличие от дисперсии индивидуальных наблюдений, является надлежащей мерой неопределенности результата измерения. Дисперсию переменной z следует старательно отличать от дисперсии среднего \bar{z} . Дисперсия среднего арифметического рядов n независимых наблюдений z_i определяется по уравнению $\sigma^2(\bar{z}) = \sigma^2(z_i) / n$ и оценивается через экспериментально полученную дисперсию среднего значения:

$$s^2(\bar{z}) = \frac{s^2(z_i)}{n} = \frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (z_i - \bar{z})^2.$$

С.3.3 Стандартное отклонение

Стандартное отклонение представляет собой положительный квадратный корень из дисперсии. Так как стандартную неопределенность, оцениваемую по типу А, получают, беря квадратный корень из статистически оцененной дисперсии, часто более удобно при определении стандартной неопределенности, оцениваемой по типу В, оценивать сначала нестатистический эквивалент стандартного отклонения, а затем, для получения эквивалента дисперсии - возводить в квадрат это стандартное отклонение.

С.3.4 Ковариация

Ковариация двух случайных переменных является мерой их взаимной зави-

симости. Ковариация случайных переменных y и z определяется по формуле:

$$\text{cov}(y, z) = \text{cov}(z, y) = E\{(y - E(y))(z - E(z))\},$$

откуда следует, что

$$\begin{aligned} \text{cov}(y, z) &= \text{cov}(z, y) = \\ &= \iint (y - \mu_y)(z - \mu_z) p(y, z) dy dz = \\ &= \iint yz p(y, z) dy dz - \mu_y \mu_z, \end{aligned}$$

где $p(y, z)$ - совместная функция плотности распределения вероятностей двух случайных переменных y и z . Ковариация $\text{cov}(y, z)$ [обозначаемая также $v(y, z)$] может быть оценена с помощью $s(y_i, z_i)$, полученной из n независимых пар y_i и z_i одновременных наблюдений y и z :

$$s(y_i, z_i) = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})(z_i - \bar{z}),$$

где

$$\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i \quad \text{и} \quad \bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i.$$

ПРИМЕЧАНИЕ - Оцененная ковариация двух средних значений \bar{y} и \bar{z} определяется как $s(\bar{y}, \bar{z}) = s(y_i, z_i) / n$.

С.3.5 Ковариационная матрица

При многомерном распределении вероятностей матрица V с элементами, равными дисперсиям и ковариациям случайных переменных, называется ковариационной матрицей. Диагональные элементы $v(z, z) \equiv \sigma^2(z)$ или $s(z_i, z_i) \equiv s^2(z_i)$ являются дисперсиями, а недиагональные элементы $v(y, z)$ или $s(y_i, z_i)$ являются ковариациями.

С.3.6 Коэффициент корреляции

Коэффициент корреляции является мерой относительной взаимной зависимости двух случайных величин, равной отношению их ковариаций к положительному квадратному корню из произведения их дисперсий. Таким образом,

$$\rho(y, z) = \rho(z, y) = \frac{v(y, z)}{\sqrt{v(y, y)v(z, z)}} = \frac{v(y, z)}{\sigma(y)\sigma(z)}$$

с оценками

$$r(y_i, z_i) = r(z_i, y_i) = \frac{s(y_i, z_i)}{\sqrt{s(y_i, y_i)s(z_i, z_i)}} = \frac{s(y_i, z_i)}{s(y_i)s(z_i)}$$

Коэффициент корреляции является просто числом, таким что $-1 \leq \rho \leq +1$ или $-1 \leq r(y_i, z_i) \leq +1$.

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 Так как ρ и r являются просто числами в диапазоне от -1 до $+1$ включительно, а ковариации, как правило, представляют собой величины с неудобной физической размерностью и амплитудой, коэффициенты корреляции обычно более употребительны, чем ковариации.

2 Для многомерного распределения вероятностей вместо ковариационной матрицы обычно применяется матрица коэффициентов корреляции. Так как $\rho(y, y) = 1$ и $r(y_i, y_i) = 1$, диагональные элементы этой матрицы равны единице.

3 Если входные оценки x_i и x_j коррелированы (см. 5.2.2) и если изменение δ_i в x_i вызывает изменение δ_j в x_j , то коэффициент корреляции, связанный с x_i и x_j , оценивается приблизительно как

$$r(x_i, x_j) \approx u(x_i)\delta_j / u(x_j)\delta_i.$$

Это соотношение может служить основой для экспериментального оценивания коэффициента корреляции. Оно может быть также использовано для приблизительного расчета изменения в одной из входных оценок, обусловленного изменением в другой, если их коэффициент корреляции известен.

С.3.7 Независимость

Две случайные переменные являются статистически независимыми, если их совместное распределение вероятностей является произведением их индивидуальных распределений вероятностей.

ПРИМЕЧАНИЕ - Если две случайные переменные независимы, их ковариация и коэффициент корреляции являются нулевыми, но обратное утверждение не обязательно верно.

С.3.8 t -распределение; распределение Стьюдента

t -распределение или распределение Стьюдента представляет собой распределение вероятностей непрерывной случайной величины t , функция плотности распределения вероятностей которой составляет

$$f(t, \nu) = \frac{1}{\sqrt{\pi\nu}} \frac{\Gamma\left[\frac{\nu+1}{2}\right]}{\Gamma\left[\frac{\nu}{2}\right]} \left[1 + \frac{t^2}{\nu}\right]^{-(\nu+1)/2}$$

$$-\infty < t < +\infty,$$

где Γ есть гамма - функция и $\nu > 0$. Ожидание t -распределения равно нулю, а его дисперсия равна $\nu/(\nu-2)$ для $\nu > 2$. При $\nu \rightarrow \infty$, t -распределение стремится к нормальному распределению с $\mu = 0$ и $\sigma = 1$ (см. С.2.14).

Распределение вероятностей переменной $(\bar{z} - \mu_z)/s(\bar{z})$ представляет собой t -распределение, если случайная величина z распределена нормально с ожиданием μ_z , где \bar{z} - среднее арифметическое n независимых наблюдений z_i величины z ; $s(z_i)$ - экспериментальное стандартное отклонение n наблюдений, а $s(\bar{z}) = s(z_i)/\sqrt{n}$ - экспериментальное стандартное отклонение среднего \bar{z} с $\nu = n - 1$ степенями свободы.

Приложение D

"Истинное" значение, погрешность и неопределенность

Термин **истинное значение** (B.2.3) традиционно использовался в публикациях, посвященных неопределенности, однако в данном *Руководстве* в силу причин, изложенных в этом Приложении, этот термин не применяется. Так как термины "измеряемая величина", "погрешность" и "неопределенность" часто понимаются неправильно, в данном Приложении в дополнение к сведениям, приведенным в разделе 3, содержится обсуждение идей, лежащих в основе этих терминов. Чтобы проиллюстрировать, почему понятие неопределенности, принятое в данном *Руководстве*, основано на результате измерения и его оцененной неопределенности, а не на непознаваемых величинах - "истинном" значении и погрешности приведены два рисунка.

D.1 Измеряемая величина

D.1.1 Первым шагом при проведении измерения является определение измеряемой величины - т.е. величины, которую предстоит измерить; измеряемая величина не может быть определена значением, а только путем описания величины. Однако, в принципе, измеряемая величина может быть *полностью* описана только при неограниченном количестве информации. Таким образом, до той степени, в которой оно дает поле для интерпретации, неполное определение измеряемой величины вносит в неопределенность результата измерения составляющую, которая может быть, а может и не быть значимой по сравнению с точностью, требуемой от измерения.

D.1.2 Обычно определение измеряемой величины уточняют некоторые физические состояния и условия.

ПРИМЕР - Скорость звука в сухом воздухе, состоящем из $N_2 = 0,7808$, $O_2 = 0,2095$, $Ar = 0,00935$ и $CO_2 = 0,00035$ (молярная доля), при температуре $T = 273,15$ К и давлении $p = 101325$ Па.

D.2 Реализованная величина

D.2.1 В идеальном случае - величина, реализованная при измерении, должна быть полностью согласована с определением измеряемой величины. Часто, однако, такая величина не может быть реализована, и тогда осуществляется измерение величины, которая является лишь аппроксимацией измеряемой величины.

D.3 "Истинное" значение и исправленное значение

D.3.1 В результат измерения реализованной величины вносится поправка на различие между ней и измеряемой величиной, чтобы определить, каким бы был результат измерения, если бы реализованная величина действительно полностью удовлетворяла бы определению измеряемой величины. В результат измерения реализованной величины вносятся также поправки на все другие известные значимые систематические эффекты. Хотя окончательный исправленный результат иногда рассматривается как наилучшая оценка "истинного" значения измеряемой величины, в действительности, этот результат просто является наилучшей оценкой значения

величины, предназначенной для измерения.

D.3.2 В качестве примера предположим, что измеряемой величиной является толщина данного листа материала при заданной температуре. Образец доводится до температуры, близкой к заданной, и его толщина измеряется в определенном месте с помощью микрометра. Толщина материала в этом месте и при этой температуре, при давлении, оказываемом микрометром - представляет собой реализованную величину.

D.3.3 Температура материала в момент измерения и приложенное давление - определяются. Неисправленный результат измерения реализованной величины затем корректируется путем учета: калибровочной кривой микрометра, отклонения температуры образца от заданной температуры, а также небольшого сжатия образца от приложенного давления.

D.3.4 Исправленный результат может быть назван наилучшей оценкой "истинного" значения; "истинного" в том смысле, что оно является значением величины, которая принимается за величину, полностью удовлетворяющую определению измеряемой величины; но если бы микрометр был приложен к другой части листа материала, реализованная величина была бы другой, с другим "истинным" значением. Однако это "истинное" значение также соответствовало бы определению измеряемой величины, так как в нем не уточняется - должна ли быть толщина определена в конкретном месте листа. Следовательно, в этом случае из-за неполного определения измеряемой величины "истинное" значение имеет неопределенность, которая может быть оценена по измерениям, выполненным в различных точках листа. На некотором уровне каждая измеряемая величина имеет такую "собственную" неопределенность, которая, в принципе, может быть оценена тем или иным способом.

Она является минимальной неопределенностью, с которой может быть определена измеряемая величина, и каждое измерение, при котором достигается такая неопределенность, может рассматриваться как наилучшее возможное измерение измеряемой величины. Для получения значения рассматриваемой величины, имеющей меньшую неопределенность, необходимо, чтобы измеряемая величина имела более полное определение.

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 В рассмотренном примере определение измеряемой величины оставляет без внимания много других параметров, которые, возможно, могли бы повлиять на толщину: атмосферное давление, влажность, положение листа в гравитационном поле, способ, которым он закреплен, и т.д.

2 Хотя измеряемая величина должна быть определена достаточно подробно, чтобы любая неопределенность, обусловленная неполнотой ее определения, была пренебрежимо малой по сравнению с требуемой точностью измерения, следует признать, что это не всегда будет практично. Определение может, например, быть неполным, т.к. оно не уточняет параметры, которые, по неоправданному предположению, могут иметь пренебрежимо малое влияние; или это определение может включать условия, которые никогда полностью не выполняются и неполное воспроизведение которых трудно учесть. В примере, приведенном в D.1.2, скорость звука предполагает бесконечные плоские волны исчезающе малой амплитуды. С учетом того, что измерение не соответствует этим условиям, должны быть приняты во внимание дифракция и нелинейные эффекты.

3 Неадекватное определение измеряемой величины может привести к несоответствию между результатами измерений одной и той же величины, проводившихся в различных лабораториях.

D.3.5 Термин "истинное значение измеряемой величины" или величины (часто сокращаемое до "истинного значения")

не применяется в данном *Руководстве*, т.к. слово "истинное" рассматривается как избыточное. Термин "измеряемая величина" (см. В.2.9) означает "данная величина, подлежащая измерению". Следовательно, термин "значение измеряемой величины" означает "значение данной величины, подлежащей измерению". Так как под термином "данная величина" в общепринятой практике подразумевается определенная или конкретная величина (см. В.2.1, Примечание 1), то прилагательное "истинное" в термине "истинное значение измеряемой величины" (или в термине "истинное значение величины") не является необходимым - "истинное" значение измеряемой величины (или величины) просто является значением измеряемой величины (или величины). Кроме того, как отмечалось ранее, единственное "истинное" значение является идеализированным понятием.

D.4 Погрешность

Исправленный результат измерения не является значением измеряемой величины - т.е. он с погрешностью - из-за несовершенного измерения реализованной величины, обусловленного: случайными изменениями наблюдений (случайные эффекты), неточным определением поправок на систематические эффекты и неполным знанием некоторых физических явлений (также систематические эффекты). Ни значение реализованной величины, ни значение измеряемой величины не могут быть когда - либо известны точно; все, что может быть известно - это их оцененные значения. В приведенном выше примере измеряемая толщина листа *может* быть ошибочна, т.е. может отличаться от измеряемой величины (толщины листа), т.к. каждый из следующих эффектов может привести к неизвестной погрешности в результате измерения:

- a) небольшие расхождения между показаниями микрометра, когда он неоднократно применяется для

той же самой реализованной величины;

- b) несовершенная калибровка микрометра;
- c) несовершенное измерение температуры и приложенного давления;
- d) неполное знание о влиянии температуры, атмосферного давления и влажности на образец или микрометр, или и на то, и на другое.

D.5 Неопределенность

D.5.1 Поскольку точные значения составляющих погрешности результата измерения неизвестны и непознаваемы, то *неопределенности*, связанные со случайными и систематическими эффектами, которые приводят к погрешности, могут быть оценены. Но, даже если оцененные неопределенности незначительны, нет еще никакой гарантии, что погрешность результата измерения будет незначительной, так как при определении поправки или в оценке неполноты знания систематический эффект может не учитываться, поскольку он не распознается. Таким образом, неопределенность результата измерения не обязательно является указанием на правдоподобность того, что результат измерения близок к значению измеряемой величины; это просто оценка правдоподобия близости к наилучшему значению, которое соответствует имеющимся сейчас знаниям.

D.5.2 Неопределенность измерения, следовательно, выражает тот факт, что для данной измеряемой величины и для данного результата ее измерения нет единственного значения, а есть бесконечное число значений, рассеянных вокруг результата, который согласуется со всеми наблюдениями и данными, а также со знанием физического мира и который с различной степенью уверенности может быть приписан измеряемой величине.

D.5.3 К счастью, в большинстве практических измерительных ситуаций многое из обсуждавшегося в данном Приложении не применяется. Примерами могут служить случаи, когда измеряемая величина достаточно хорошо определена; когда эталоны или приборы калибруются с помощью хорошо изученных эталонов сравнения, которые согласованы с национальными эталонами; и когда неопределенности калибровочных поправок незначительны по сравнению с неопределенностями, обусловленными случайными влияниями на показания приборов или ограниченным числом наблюдений (см. E.4.3). Тем не менее, неполное знание влияющих величин и их эффектов часто вносит значительный вклад в неопределенность результата измерения.

D.6 Графическое представление

D.6.1 Рисунок D.1 иллюстрирует некоторые идеи, обсуждавшиеся в разделе 3 *Руководства* и в этом Приложении. Из этого рисунка ясно, почему основное внимание в *Руководстве* сконцентрировано на неопределенности, а не на погрешности. Точное значение погрешности результата измерения, как правило, неизвестно и непознаваемо. Все, что можно сделать - это оценить значения входных величин, включая поправки на известные систематические эффекты вместе, с их стандартными неопределенностями (оцененными стандартными отклонениями), обусловленными как неизвестными распределениями вероятностей, выборки для которых получают путем повторных наблюдений, так и субъективными или *априорными* распределениями, основанными на всей имеющейся информации; а затем рассчитать результат измерения по оцененным значениям входных величин и суммарную стандартную неопределенность этого результата - по стандартным неопределенностям этих оцененных значений. Только в случае, если есть твердая уверенность в том,

что все эти операции были выполнены правильно и все значимые систематические эффекты были учтены, можно предположить, что результат измерения является надежной оценкой измеряемой величины и что его суммарная стандартная неопределенность является надежной мерой ее *возможной* погрешности.

ПРИМЕЧАНИЯ.

1 На рис. D.1a наблюдения для большей наглядности представлены в виде гистограммы (см. 4.4.3 и Рис. 1b).

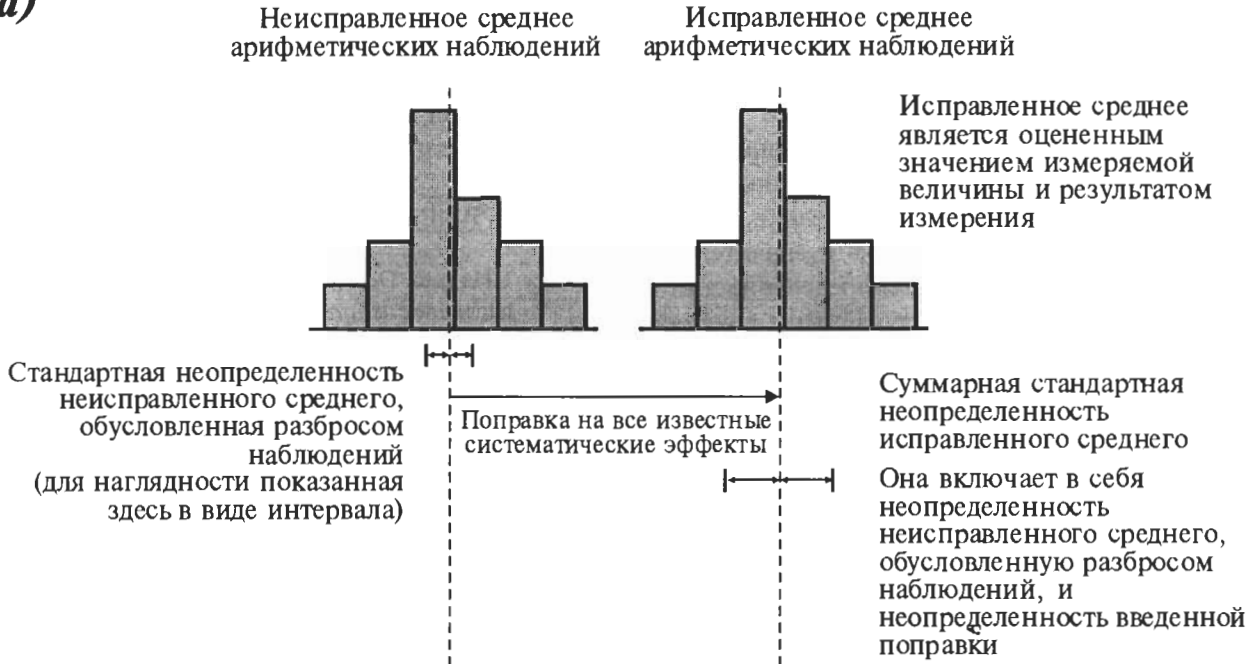
2 Поправка на погрешность равна оценке погрешности, взятой с обратным знаком. Таким образом, на рис. D.1 и D.2 стрелка, иллюстрирующая поправку на погрешность, равна по длине, но направлена в противоположном направлении по отношению к стрелке, которая должна была бы иллюстрировать саму погрешность, и наоборот. В текстовых пояснениях к рисунку указывается - иллюстрирует ли данная стрелка поправку или погрешность.

D.6.2 На рис. D.2 те же самые понятия, графически изображенные на рис. D.1, представлены в несколько ином виде. Более того, на рис. D.2 проиллюстрировано, что может быть много значений измеряемой величины, если определение измеряемой величины является неполным (подпункт g рисунка). Неопределенность, обусловленная этой неполнотой определения, выраженная как дисперсия, оценивается на основании результатов измерений, полученных при множественных реализациях измеряемой величины с использованием одного и того же метода, приборов и т.д. (см. D.3.4).

ПРИМЕЧАНИЕ - В столбце, обозначенном "Дисперсия", под дисперсиями понимаются дисперсии $u^2(y)$, определенные уравнением (11) в п.5.1.3; следовательно, они суммируются линейно, как показано на рисунке.

Концепция, основанная на наблюдаемых величинах

(a)



Идеальная концепция, основанная на непознаваемых величинах

(б)

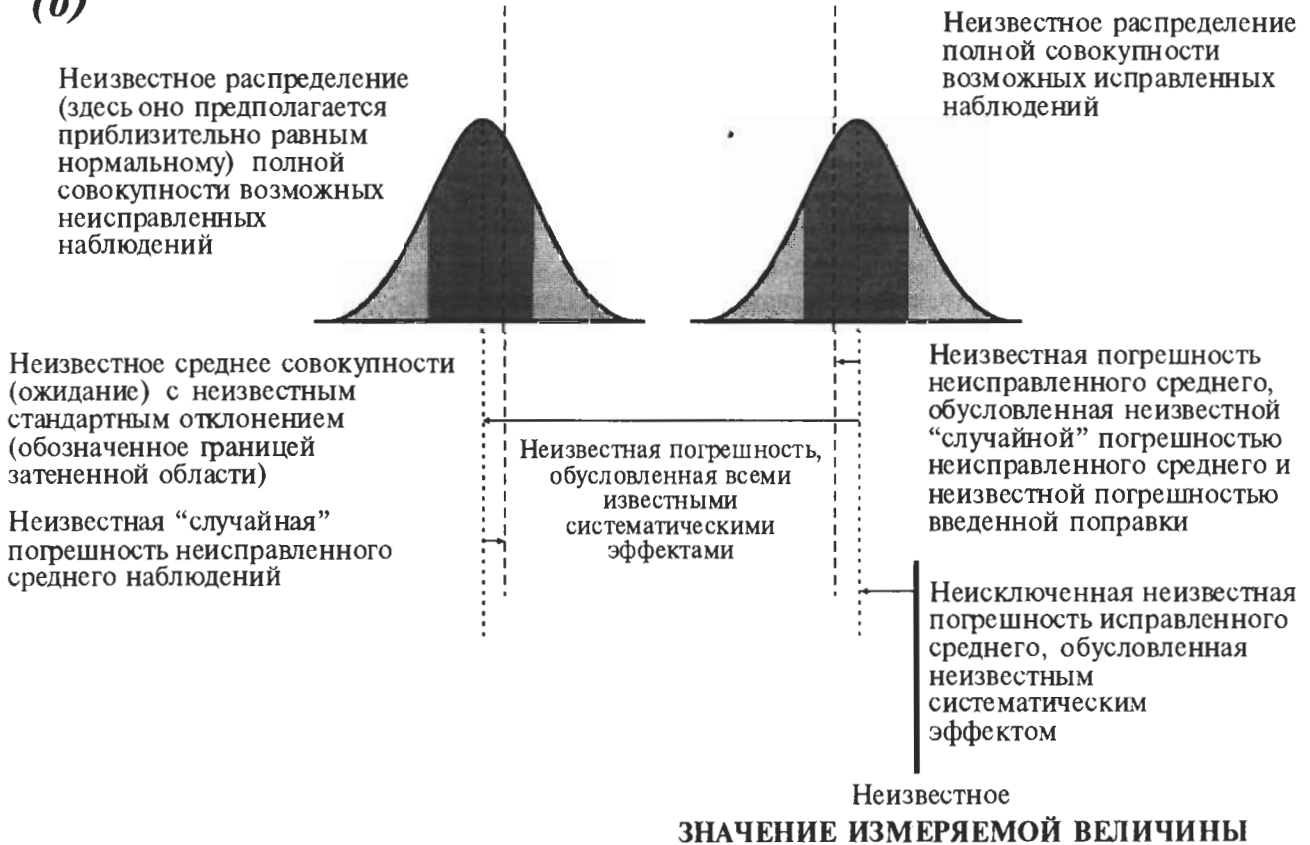


Рисунок D.1. Графическая иллюстрация значения, погрешности и неопределенности

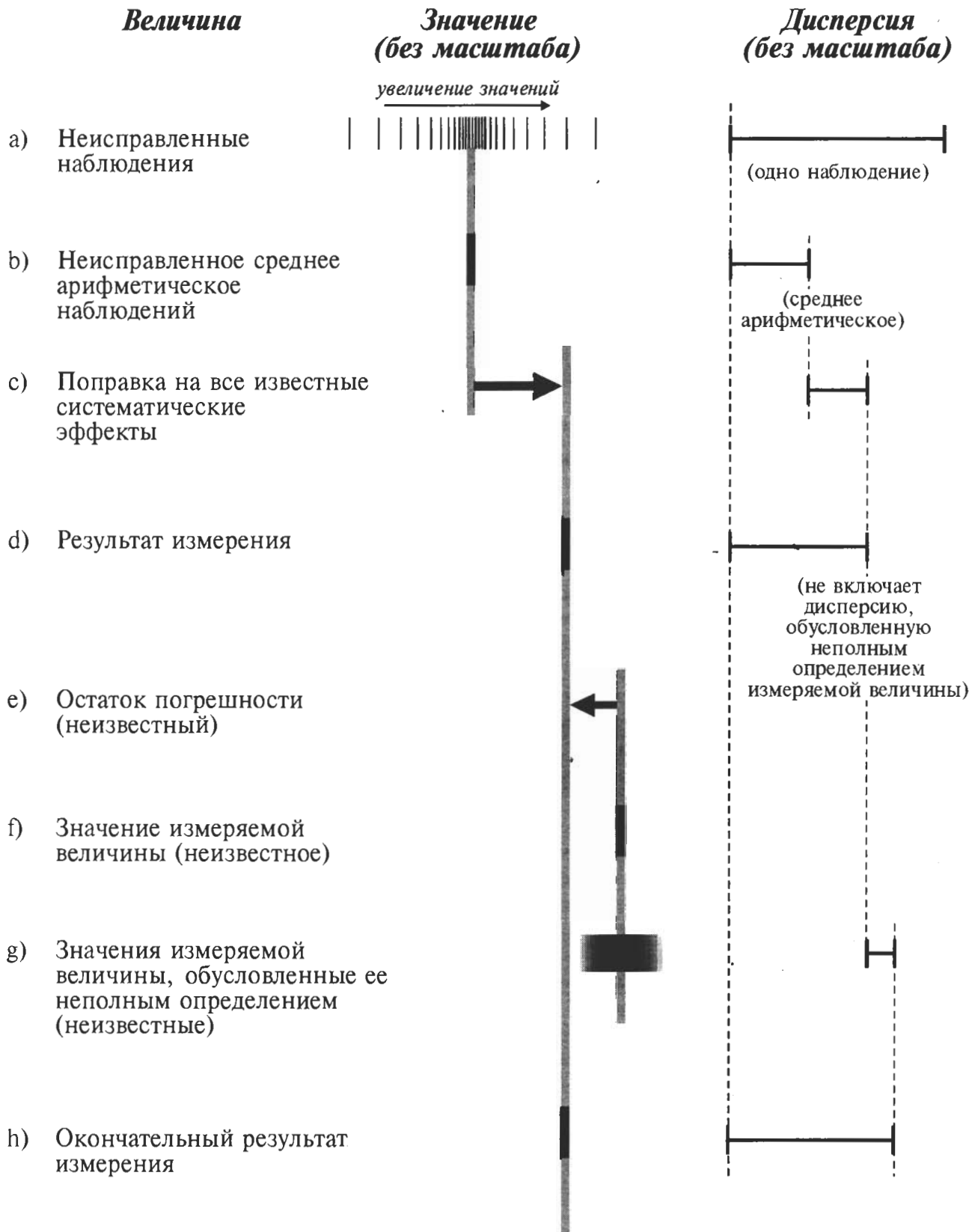


Рисунок D.2. Графическая иллюстрация значений, погрешности и неопределенности

ПРИЛОЖЕНИЕ Е

МОТИВАЦИЯ И ОСНОВАНИЕ ДЛЯ РЕКОМЕНДАЦИИ INC-1 (1980)

Данное Приложение дает краткое описание как мотивации, так и статистической основы для Рекомендации INC-1 (1980) Рабочей группы по составлению отчета о неопределенностях, на которую опирается данное *Руководство*. Подробнее смотри в [1, 2, 11, 12].

Е.1. "Безопасная", "случайная" и "систематическая"

Е.1.1 Данное *Руководство* представляет широко применяемый метод оценивания и выражения неопределенности в измерении. Оно дает скорее реалистическое, чем "безопасное" значение неопределенности, основанное на концепции о том, что не существует врожденных различий между составляющими неопределенности, возникающими из случайного эффекта и из поправки на систематический эффект (см. 3.2.2 и 3.2.3). Поэтому данный метод находится в противоречии к определенным более старым методам, которые имели в общей основе две следующие идеи.

Е.1.2 Первая идея заключается в том, что сообщаемая неопределенность должна быть "безопасной" или "консервативной", имея в виду, что она никогда не должна слишком занижаться. Действительно, поскольку оценивание неопределенности результата измерения проблематично, часто ее преднамеренно увеличивали.

Е.1.3 Вторая идея заключается в том, что влияния, которые дают увеличение неопределенности, всегда принимались как или "случайные", или "систематические", будучи различной природы происхождения; неопределенности,

связанные с каждым из них, должны были суммироваться своим способом и сообщаться отдельно друг от друга (или суммироваться определенным образом, если требовалось одно число). Фактически способ суммирования неопределенностей часто выбирался так, чтобы удовлетворить требованию безопасности.

Е.2 Оправдание реалистическому оцениванию неопределенности

Е.2.1 При указании значения измеряемой величины необходимо давать ее наилучшую оценку и наилучшее оценивание неопределенности этой оценки, поскольку, если неопределенность должна отклоняться от истины, обычно невозможно решить, в каком направлении отклонение будет "безопасным". При уменьшении неопределенностей может привести к тому, что сообщаемым значениям будет придаваться слишком большое доверие, что иногда может привести к путанице или даже иметь катастрофические последствия. Преднамеренное завышение неопределенностей также может иметь нежелательный отклик. Это может вынудить пользователей измерительной аппаратуры покупать приборы более дорогие, чем им нужно, или привести к ненужному отказу от дорогих товаров или к отказу от услуг калибровочной лаборатории.

Е.2.2 Нельзя сказать, что те, кто используют результат измерения, не могут применить свой собственный множитель к указанной неопределенности для того, чтобы получить расширенную

неопределенность, которая определяет интервал, имеющий определенный уровень доверия и удовлетворяет их собственные нужды, или что, в определенных обстоятельствах, учреждения, выдающие результат измерения, не могут в установленном порядке применить коэффициент, который дает подобную расширенную неопределенность, соответствующую нуждам конкретного круга пользователей их результатов. Однако такие множители (которые всегда должны указываться) должны применяться к неопределенности, полученной реалистическим методом, и только *после того*, как неопределенность была получена таким образом, чтобы интервал, заданный с помощью расширенной неопределенности, имел требуемый уровень доверия и операция могла быть легко повторена.

Е.2.3 Те, кто занимаются измерениями, часто должны включать в свой анализ результаты измерений, полученные другими, причем каждый из этих других результатов имеет свою собственную неопределенность. При оценивании неопределенности их собственного результата измерения им нужно иметь наилучшее, а не "безопасное" значение неопределенности каждого результата, взятого из какого-либо другого источника. Кроме того, должен существовать логичный и простой способ, по которому можно суммировать эти "импортированные" неопределенности с неопределенностями их собственных наблюдений для того, чтобы дать неопределенность своего собственного результата. Рекомендация INC-1 (1980) дает такой способ.

Е.3 Оправдание для одинакового обращения со всеми составляющими неопределенности

В центре внимания этого подраздела лежит простой пример, который демонстрирует, как данное *Руководство* рассматривает составляющие неопределенности, возникающие из случайных эффектов и поправок на систематиче-

ские эффекты, в точности одним и тем же образом при оценивании неопределенности результата измерения. Таким образом, этот подраздел показывает на примере точку зрения, принятую в этом *Руководстве* и приведенную в Е.1.1, которая заключается в том, что все составляющие неопределенности имеют одинаковую природу и должны рассматриваться идентичным образом. Отправной точкой рассмотрения является упрощенный вывод математического выражения для распространения стандартных отклонений, называемого в этом *Руководстве* законом распространения неопределенности.

Е.3.1 Предположим, что выходная величина $z = f(w_1, w_2, \dots, w_N)$ зависит от N входных величин w_1, w_2, \dots, w_N , и что каждая w_i описывается соответствующим распределением вероятностей. Разложение f вокруг ожиданий $w_i, E(w_i) \equiv \mu_i$ в ряд Тейлора первого порядка дает для малых отклонений z от μ_z через малые отклонения w_i от μ_i следующее выражение:

$$z - \mu_z = \sum_{i=1}^N \frac{\partial f}{\partial w_i} (w_i - \mu_i), \quad (\text{E.1})$$

где предполагается, что всеми членами более высокого порядка можно пренебречь и $\mu_z = f(\mu_1, \mu_2, \dots, \mu_N)$. Тогда квадрат отклонения $z - \mu_z$ дается формулой:

$$(z - \mu_z)^2 = \left(\sum_{i=1}^N \frac{\partial f}{\partial w_i} (w_i - \mu_i) \right)^2, \quad (\text{E.2a})$$

ведущей к

$$(z - \mu_z)^2 = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial w_i} \right)^2 (w_i - \mu_i)^2 + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial w_i} \frac{\partial f}{\partial w_j} (w_i - \mu_i)(w_j - \mu_j). \quad (\text{E.2b})$$

Ожиданием квадрата отклонения $(z - \mu_z)^2$ является дисперсия z , т.е. $E[(z - \mu_z)^2] = \sigma_z^2$, и, таким образом, из уравнения (E.2b) получаем:

$$\sigma_z^2 = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial w_i} \right)^2 \sigma_i^2 + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial w_i} \frac{\partial f}{\partial w_j} \sigma_i \sigma_j \rho_{ij}, \quad (\text{E.3})$$

где $E[(w_i - \mu_i)^2] = \sigma_i^2$ - дисперсия w_i , $E[(w_i - \mu_i)(w_j - \mu_j)] = \sigma_i \sigma_j \rho_{ij}$ - ковариация w_i и w_j , а $\rho_{ij} = \sigma_{ij} / (\sigma_i^2 \sigma_j^2)^{1/2}$ - коэффициент корреляции w_i и w_j .

ПРИМЕЧАНИЯ.

1. σ_z^2 и σ_i^2 являются центральными моментами второго порядка (см. С.2.13, С.2.22) распределений вероятностей z и w_i . Распределение вероятностей можно полностью охарактеризовать его ожиданием, дисперсией и центральными моментами более высокого порядка.

2. Уравнение (13) в 5.2.2. [вместе с уравнением (15)], которое используется для расчета суммарной стандартной неопределенности, идентично уравнению (E.3) за исключением того, что уравнение (13) выражается в терминах оценок дисперсий, стандартных отклонений и коэффициентов корреляции.

E.3.2 В традиционной терминологии уравнение (E.3) часто называют "общим законом распространения погрешностей" - название, которое более применимо к выражению в виде $\Delta z =$

$\sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial w_i} \right) \Delta w_i$, где Δz - изменение в z , обусловленное (малыми) изменениями Δw_i в w_i [см. уравнение (E.8)]. Уравнение (E.3), в действительности, уместно назвать законом распространения неопределенности, как и сделано в этом *Руководстве*, потому что оно показывает, как неопределенности входных величин w_i , взятые равными стандартным отклонениям распределений вероятностей w_i , суммируются для того, чтобы дать неопределенность выходной величины z , если эта неопределенность взята равной стандартному отклонению распределения вероятностей z .

E.3.3 Уравнение (E.3) также применимо к распространению кратных стандартных отклонений, так как если каждое стандартное отклонение σ_i заменяется кратным $k\sigma_i$, где k одинаково для каждого σ_i , то стандартное отклонение выходной величины z заменяется на $k\sigma_z$. Однако оно не подходит для распространения доверительных интервалов. Если каждое σ_i заменить на величину δ_i , которая определяет интервал, соответствующий заданному уровню доверия p , то результирующая величина для z , δ_z , не будет определять интервал, соответствующий тому же значению p , если только все w_i не характеризуются нормальными распределениями. Подобные предположения, рассматривающие нормальность распределений вероятностей величин w_i , не подразумеваются в уравнении (E.3). Точнее, если в уравнении (10) в 5.1.2 каждая стандартная неопределенность $u(x_i)$ оценивается из независимых повторных наблюдений и умножается на t - коэффициент, соответствующий их степеням свободы для конкретного значения p (скажем, $p = 95$ процентов), то неопределенность оценки y не будет определять интервал, соответствующий тому же значению p (см. G.3 и G.4).

ПРИМЕЧАНИЕ - Требование нормальности при распространении доверительных интервалов с использованием уравнения (E.3) может быть одной из причин для исторического разделения составляющих неопределенности, полученных из повторных наблюдений, которые предполагались нормально распределенными, от составляющих, которые оценивались просто как верхние и нижние границы.

E.3.4 Рассмотрим следующий пример: z зависит только от одной входной величины w , $z = f(w)$, где w оценивается путем усреднения n числа значений w_k для w ; эти n значений получены из n независимых повторных наблюдений q_k случайной переменной q ; w_k и q_k связаны между собой, как

$$w_k = \alpha + \beta q_k. \quad (\text{E.4})$$

Здесь α есть постоянное "систематическое" смещение или сдвиг, общий для каждого наблюдения, а β - общий масштабный коэффициент. Предполагается, что сдвиг и масштабный коэффициент, хотя и постоянные в ходе наблюдений, характеризуются *априорными* распределениями вероятностей, где α и β являются наилучшими оценками ожиданий этих распределений.

Наилучшей оценкой для w является среднее арифметическое или среднее \bar{w} , полученное из

$$\bar{w} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n w_k = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n (\alpha + \beta q_k). \quad (\text{E.5})$$

Тогда величина z оценивается с помощью $f(\bar{w}) = f(\alpha, \beta, q_1, q_2, \dots, q_n)$ и оценка $u^2(z)$ его дисперсии $\sigma^2(z)$ получается из уравнения (E.3). Если предположить для простоты, что $z = w$, так чтобы наилучшая оценка z была $z = f(\bar{w}) = \bar{w}$, то можно легко найти оценку $u^2(z)$. Заметив из уравнения (E.5), что

$$\frac{\partial f}{\partial \alpha} = 1, \quad \frac{\partial f}{\partial \beta} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n q_k = \bar{q} \quad \text{и} \quad \frac{\partial f}{\partial q_k} = \frac{\beta}{n},$$

обозначив оцененные дисперсии α и β соответственно как $u^2(\alpha)$ и $u^2(\beta)$ и предположив, что отдельные наблюдения некоррелированы, получим из уравнения (E.3):

$$u^2(z) = u^2(\alpha) + \bar{q}^2 u^2(\beta) + \beta^2 \frac{s^2(q_k)}{n}, \quad (\text{E.6})$$

где $s^2(q_k)$ - экспериментальная дисперсия наблюдений q_k , вычисленная в соответствии с уравнением (4) в 4.2.2, и $s^2(q_k) / n = s^2(\bar{q})$ - экспериментальная дисперсия среднего \bar{q} (уравнение (5) в 4.2.3).

E.3.5 В традиционной терминологии третий член справа в уравнении (E.6) называется "случайным" вкладом в оцененную дисперсию $u^2(z)$, так как он обычно уменьшается по мере увеличения числа наблюдений n , в то время как два первых члена называются

"систематическими" вкладами, так как они не зависят от n .

Более существенно, что в некоторых традиционных рассуждениях неопределенности измерения уравнение (E.6) является спорным, поскольку не делается различия между неопределенностями, возникающими из-за систематических и случайных эффектов. В частности, суммирование дисперсий, полученных из *априорных* распределений вероятностей, с дисперсиями, полученными из распределений, основанных на частоте, считается нежелательным, поскольку концепция вероятности рассматривается как применимая *только* к событиям, которые могут повторяться много раз при одних и тех же условиях с вероятностью события p ($0 \leq p \leq 1$), показывающей *относительную частоту*, с которой данное событие будет повторяться.

В противовес этой точке зрения существует и другая, равно справедливая точка зрения, состоящая в том, что вероятность является мерой *степени уверенности* в том, что событие произойдет [13, 14]. Например, предположим, что у кого-то есть шанс выиграть небольшую сумму денег D и он является рациональным человеком, заключающим пари. Его степень уверенности в том, что произойдет событие A , составляет $p = 0,5$, если он равнодушен к этим двум возможностям выбора: (1) получить D , если событие A произойдет, и ничего не получить, если оно не произойдет; (2) получить D , если событие A не произойдет, и ничего не получить, если оно произойдет. Рекомендация INC-1 (1980), на которую опирается данное *Руководство*, подразумевает эту точку зрения на вероятность, поскольку она рассматривает такие выражения, как уравнение (E.6), как приемлемый способ рассчитать суммарную стандартную неопределенность результата измерения.

E.3.6 Существует три явных преимущества толкования вероятности, бази-

рующей на степени доверия, стандартном отклонении (стандартной неопределенности) и законе распространения неопределенности [уравнение (Е.3)], как основании для оценивания и выражения неопределенности измерения, как и было сделано в данном *Руководстве*:

а) закон распространения неопределенности позволяет легко ввести суммарную стандартную неопределенность одного результата в оценивание суммарной стандартной неопределенности другого результата, в котором используется первый результат;

б) суммарная стандартная неопределенность может служить основанием для вычисления интервалов, которые реально соответствуют их требуемым уровням доверия; и

в) при оценивании неопределенности нет необходимости классифицировать составляющие на "случайные" или "систематические" (или каким-либо другим образом), поскольку все составляющие неопределенности рассматриваются одним и тем же способом.

Преимущество в) особенно привлекательно, поскольку подобная классификация часто является источником непонимания; составляющая неопределенности не является ни "случайной", ни "систематической". Ее природа определяется использованием соответствующей величины или, более формально, контекстом, в котором эта величина предстает в математической модели, которая описывает измерение. Таким образом, когда соответствующая ей величина используется в другом контексте, "случайная" составляющая может стать "систематической", и наоборот.

Е.3.7 По причине, приведенной выше в в), Рекомендация INC-1 (1980) не классифицирует составляющие неопределенности на "случайные" и "систематические". Действительно, что касается расчета суммарной стандартной неопределенности

результата измерения, нет нужды разбивать составляющие неопределенности на классы и, следовательно, не требуется какой-либо классификации. Тем не менее, поскольку удобные обозначения иногда могут оказать помощь при общении и обсуждении идей, Рекомендация INC-1 (1980) все же дает схему классификации двух четких *методов*, по которым составляющие неопределенности можно оценить, как "А" и "В" (см. 0.7, 2.3.2 и 2.3.3).

Классификация методов, используемых для оценивания составляющих неопределенности, позволяет избежать принципиальной проблемы, связанной с классификацией самих составляющих, а именно, зависимости классификации составляющей от того, как соответствующая величина используется. Однако классификация методов вместо составляющих не препятствует группированию отдельных составляющих, оцененных двумя методами, в определенные группы для конкретной цели в данном измерении, например, при сравнении экспериментально наблюдаемой и теоретически предсказанной изменчивости выходных величин сложной измерительной системы (см. 3.4.3).

Е.4 Стандартные отклонения как меры неопределенности

Е.4.1 Уравнение (Е.3) требует, чтобы независимо от способа получения оценки входной величины она должна оцениваться как стандартная неопределенность, т.е. как оцененное стандартное отклонение. Если вместо нее оценивается какая-либо другая "безопасная" величина, ее нельзя использовать в уравнении (Е.3). В частности, если в уравнении (Е.3) используется "максимальный предел погрешности" (самое большое возможное отклонение от предполагаемой наилучшей оценки), то результирующая неопределенность будет иметь плохо определенное значение и будет непригодной для использования кем-либо, кто хочет

включить ее в последующие вычисления неопределенностей других величин (см. Е.3.3).

Е.4.2 Когда стандартную неопределенность входной величины нельзя оценить с помощью анализа результатов наблюдений, повторенных необходимое число раз, нужно применить распределение вероятностей, основанное на знании, которое гораздо скуднее желаемого. Однако это не делает распределение непригодным или нереальным; как и все распределения вероятностей, оно является выражением того знания, какое существует.

Е.4.3 Оценки, основанные на повторных наблюдениях, не обязательно лучше, чем оценки, полученные другими средствами. Рассмотрим $s(\bar{q})$ - экспериментальное стандартное отклонение среднего из n независимых наблюдений q_k нормально распределенной случайной переменной q (см. уравнение (5) в 4.2.3). Величина $s(\bar{q})$ является статистикой (см. С.2.23), которая оценивает $\sigma(\bar{q})$ - стандартное отклонение распределения вероятностей \bar{q} , т.е. стандартное отклонение распределения значений \bar{q} , которое было бы получено, если бы измерение было повторено бесконечное число раз. Дисперсия $\sigma^2[s(\bar{q})]$ от $s(\bar{q})$ дается приблизительно выражением:

$$\sigma^2[s(\bar{q})] \approx \sigma^2(\bar{q}) / 2\nu, \quad (\text{Е.7})$$

где $\nu = n-1$ является степенями свободы $s(\bar{q})$ (см. G.3.3). Таким образом, относительное стандартное отклонение $s(\bar{q})$, которое дано отношением

$\frac{\sigma[s(\bar{q})]}{\sigma(\bar{q})}$ и может быть принято как

мера относительной неопределенности $s(\bar{q})$, составляет приблизительно $[2(n-1)]^{-1/2}$. Эта "неопределенность неопределенности" \bar{q} , которая возникает по чисто статистической причине

ограниченности выборки, может быть удивительно большой; для $n=10$ наблюдений она составляет 24 процента. Это и другие значения даны в Таблице Е.1, которая показывает, что стандартным отклонением статистически оцененного стандартного отклонения нельзя пренебрегать для практических значений n . Отсюда можно сделать вывод, что оценки Типа А стандартной неопределенности не обязательно более надежны, чем оценки Типа В, и что во многих практических измерительных ситуациях, когда число наблюдений ограничено, составляющие, полученные из оценивания по Типу В, могут быть известны лучше, чем составляющие, полученные из оценивания по Типу А.

Таблица Е.1 - $\sigma[s(\bar{q})]/\sigma(\bar{q})$, стандартное отклонение экспериментального стандартного отклонения среднего \bar{q} из n независимых наблюдений нормально распределенной случайной переменной q относительно стандартного отклонения этого среднего^(а)

Число наблюдений n	$\sigma[s(\bar{q})]/\sigma(\bar{q})$ (проценты)
2	76
3	52
4	42
5	36
10	24
20	16
30	13
50	10

(а) Приведенные значения вычислены из точного выражения для $\sigma[s(\bar{q})]/\sigma(\bar{q})$, а не из приблизительного выражения $[2(n-1)]^{-1/2}$.

Е.4.4 Утверждалось, что, хотя неопределенности, связанные с применением конкретного метода измерения, являются статистическими параметрами, характеризующими случайные переменные, существуют примеры "чисто систематического эффекта", чья неоп-

ределенность должна рассматриваться по-другому. Примером может служить отклонение, имеющее неизвестное постоянное значение, которое одинаково для каждого определения данным методом и обусловлено возможным несовершенством самого принципа, заложенного в метод, или одним из его основных допущений. Но если признается возможность существования такого отклонения и его величина предполагается значительной, то его можно описать с помощью распределения вероятностей простого вида, основанного на знании, которое привело к выводу, что оно может существовать и являться значительным. Таким образом, если вероятность рассматривается как мера степени уверенности, что событие произойдет, вклад такого систематического эффекта может быть включен в суммарную стандартную неопределенность результата измерения путем оценивания его как стандартной неопределенности *априорного* распределения вероятностей и рассмотрения ее таким же образом, как и любой другой стандартной неопределенности входной величины.

ПРИМЕР - Спецификация конкретной измерительной процедуры требует, чтобы определенная входная величина рассчитывалась из конкретного разложения в степенной ряд, чьи члены высшего порядка известны неточно. Систематический эффект, обусловленный невозможностью точно оценить эти члены, ведет к неизвестному постоянному отклонению, которое нельзя экспериментально определить путем повторения процедуры. Таким образом, неопределенность, связанную с этим эффектом, нельзя оценить и включить в неопределенность конечного результата измерения, если строго следовать частотной интерпретации вероятности. Однако толкование вероятности на основе степени уверенности позволяет оценить неопределенность, характеризующую эффект, из *априорного* распределения вероятностей (выведенного из имеющегося знания о неточно известных членах) и включить ее в расчет суммарной стандартной неопределенности результата измерения

подобно любой другой неопределенности.

Е.5 Сравнение двух взглядов на неопределенность

Е.5.1 В центре внимания этого *Руководства* находятся результат измерения и его оцененная неопределенность, а не "истинное" значение и погрешность, которые невозможно определить (см. Приложение D). Принимая за рабочую точку зрения, что результат измерения является просто значением, приписанным измеряемой величине, и что неопределенность этого результата является мерой дисперсии значений, которые уместно было бы приписать измеряемой величине, данное *Руководство* на деле разъединяет часто вносящую путаницу связь между неопределенностью и неизвестными величинами "истинное" значение и погрешность.

Е.5.2 Эту связь можно понять, интерпретируя производную уравнения (Е.3) - закон распространения неопределенности, с точки зрения "истинного" значения и погрешности. В этом случае μ_i рассматривается как неизвестное единственное "истинное" значение входной величины w_i и предполагается, что каждое w_i связано с его истинным значением μ_i как $w_i = \mu_i + \varepsilon_i$, где ε_i является погрешностью в w_i . Предполагается, что ожидание распределения вероятностей каждого ε_i равно нулю, $E(\varepsilon_i) = 0$, а дисперсия $E(\varepsilon_i^2) = \sigma_i^2$. Тогда уравнение (Е.1) получает вид:

$$\varepsilon_z = \sum_{i=1}^N \frac{\partial f}{\partial w_i} \varepsilon_i, \quad (\text{Е.8})$$

где $\varepsilon_z = z - \mu_z$ является погрешностью в z и μ_z является "истинным" значением z . Взяв ожидание квадрата ε_z , получим уравнение, идентичное по форме уравнению (Е.3), но где $E(\varepsilon_z^2) = \sigma_z^2$ является дисперсией ε_z , $E(\varepsilon_i \varepsilon_j) = \rho_{ij} \sigma_i \sigma_j$ - ковариацией ε_i и ε_j , а $\rho_{ij} = E(\varepsilon_i \varepsilon_j) / (\sigma_i^2 \sigma_j^2)^{1/2}$ является коэффициентом корреляции ε_i и ε_j . Дисперсии и ковариации,

таким образом, ассоциируются с *погрешностями* входных величин, а не с самими входными величинами.

ПРИМЕЧАНИЕ - Предполагается, что вероятность рассматривается как мера степени уверенности в том, что событие произойдет; это означает, что систематическую погрешность можно рассматривать так же, как и случайную погрешность, и что ε_i может представлять и ту, и другую.

Е.5.3 На практике расхождение в точках зрения не ведет к расхождению в численных значениях результата измерения или неопределенности, приписываемой этому результату.

Во-первых, в обоих случаях для получения наилучшей оценки z из функции f используются наилучшие имеющиеся оценки входных величин w_i ; при этом *в расчетах* нет никакой разницы от того, рассматриваются ли эти наилучшие оценки как значения, наиболее соответствующие измеряемым величинам, или как наилучшие оценки их "истинных" значений.

Во-вторых, поскольку $\varepsilon_i = w_i - \mu_i$ и μ_i представляют единственные фиксированные значения и, следовательно, не имеют неопределенности, дисперсии и стандартные отклонения ε_i и w_i идентичны. Это означает, что в обоих случаях стандартные неопределенности, используемые как оценки стандартных отклонений σ_i для получения суммарной стандартной неопределенности ре-

зультата измерения, идентичны и дадут одинаковое численное значение для этой неопределенности. И опять нет никакой разницы *при расчетах*; рассматривается ли стандартная неопределенность как мера дисперсии распределения вероятностей входной величины или как мера дисперсии распределения вероятностей погрешности этой величины.

ПРИМЕЧАНИЕ - Если не было сделано допущения Примечания к Е.5.2, то рассуждения этого подпункта были бы неприменимы, за исключением случая, когда все оценки входных величин и неопределенности этих оценок получают из статистического анализа повторных наблюдений, то есть из оценивания по типу А.

Е.5.4 Хотя подход, основанный на "истинном" значении и погрешности, дает такие же численные результаты, как и подход, используемый в данном *Руководстве* (при условии, что сделано допущение, как в Примечании к Е.5.2), концепция неопределенности данного *Руководства* устраняет путаницу между погрешностью и неопределенностью (см. Приложение D). В самом деле, рабочий подход данного *Руководства*, в котором упор сделан на наблюдаемом (или оцененном) значении величины и на наблюдаемой (или оцененной) изменчивости этого значения, делает любое упоминание о погрешности абсолютно ненужным.

Приложение F

Практические рекомендации по оцениванию составляющих неопределенности

В этом приложении даны дополнительные предложения по оцениванию составляющих неопределенности, в основном практического характера, которые имеют своей целью дополнить предложения, которые уже даны в разделе 4.

F.1 Составляющие, оцениваемые на основе повторных наблюдений: оценивание стандартной неопределенности по типу A

F.1.1 Случайность и повторные наблюдения

F.1.1.1 Неопределенности, определяемые на основе повторных наблюдений, часто противопоставляются тем, которые оцениваются с помощью иных средств, как "объективные", "статистически строгие" и т.п. При этом неправильно подразумевается, что их можно оценивать простым применением статистических формул к наблюдениям и что для их оценок не требуется применения какого-либо суждения.

F.1.1.2 Следует, прежде всего, задать вопрос: "До какой степени повторные наблюдения являются полностью независимыми повторениями измерительной процедуры?" Если все наблюдения входят в одну выборку и если осуществление выборок является частью измерительной процедуры, поскольку измеряемая величина является свойством любого материала (в противовес свойству данного конкретного материала), то тогда повторные наблюдения не не-

зависимы; к наблюдаемой дисперсии повторных наблюдений, входящих в одну выборку, следует добавить оценку составляющей дисперсии, обусловленную возможными расхождениями между выборками.

Если установка нуля прибора является частью измерительной процедуры, то она должна производиться как часть каждого повторения, даже если имеется пренебрежимо малый дрейф в течение периода проведения наблюдений, ибо потенциально существует статистически определяемая неопределенность, приписываемая установке нуля.

Подобным же образом, если снимаются показания барометра, то, в принципе, их следует снимать при каждом повторении измерений (предпочтительнее при этом нарушить его показания и позволить ему возвратиться в положение равновесия), поскольку могут быть изменения как в показаниях, так и в процессе их снятия, даже если барометрическое давление остается постоянным.

F.1.1.3 Во-вторых, нужно спросить, являются ли все влияния, которые предполагаются случайными, действительно случайными. Являются ли средние и дисперсии их распределений постоянными, или, возможно, имеется дрейф значений неизмеряемой влияющей величины в период повторных наблюдений? Если имеется достаточное количество наблюдений, то можно рассчитать средние арифметические

результатов первой и второй половины периода и их экспериментальные стандартные отклонения и сравнить два средних друг с другом, чтобы определить, является ли различие между ними статистически значимым и существует ли, таким образом, влияние, изменяющееся во времени.

F.1.1.4 Если значения величин в линиях "общего обеспечения" в лаборатории (напряжение и частота электрической сети, давление и температура воды, давление азота и т.п.) являются влияющими величинами, то обычно в их колебаниях имеется сильно неслучайный элемент, который нельзя упускать из виду.

F.1.1.5 Если наименьшая значимая цифра в показаниях цифрового прибора непрерывно меняется во время наблюдения под влиянием "шумов", то иногда бывает трудно не выбрать (не отдавая при этом себе отчета) лично предпочитаемые значения этого знака. Лучше найти какие-либо средства для "замораживания" показания прибора в произвольный момент для записи "замороженного" показания.

F.1.2 Корреляции

Значительная часть рассуждений в данном подразделе также применима к оцениваниям стандартной неопределенности по типу В.

F.1.2.1 Ковариация, связанная с оценками двух входных величин X_i и X_j , может быть принята равной нулю или считаться несущественной, если

- а) X_i и X_j являются *некоррелированными* случайными переменными, а не физическими величинами, которые предполагаются инвариантными - см. 4.1.1, примечание 1), например, потому, что они повторно, но не одновременно, измерялись в *различных* независимых экспериментах, или потому, что они представляют результирующие величины *различных*

оцениваний, которые проводились независимо, или если

- б) любая из величин X_i и X_j может рассматриваться как постоянная, или если
 в) имеющаяся информация недостаточна для оценки ковариации, связанной с оценками X_i и X_j .

ПРИМЕЧАНИЯ

1 С одной стороны, в определенных случаях, в таких как пример с образцовым резистором из примечания 1 в 5.2.2, очевидно, что входные величины полностью коррелированы и что стандартные неопределенности их оценок суммируются линейно.

2 Разные эксперименты могут не быть независимыми, если, например, в каждом из них используется один и тот же прибор (см. F.1.2.3).

F.1.2.2 Являются или не являются две повторно и одновременно наблюдаемые входные величины коррелированными, можно определить с помощью уравнения (17) в 5.2.3. Например, если влияние температуры на частоту генератора не компенсируется или компенсируется плохо, а частота является входной величиной, если окружающая температура также является входной величиной и если за ними наблюдают одновременно, то может быть значительная корреляция, которая может быть продемонстрирована вычисленной ковариацией частоты генератора и окружающей температуры.

F.1.2.3 На практике входные величины часто являются коррелированными, так как те же самые вещественный эталон измерения, измерительный прибор, справочные данные или даже метод измерений, имеющие существенную неопределенность, используются в оценке их значений. Без потери общности предположим, что две входные величины X_1 и X_2 , оцененные с помощью x_1 и x_2 , зависят от множества некоррелированных переменных Q_1, Q_2, \dots, Q_l . Таким образом, $X_1 = F(Q_1, Q_2, \dots, Q_l)$ и $X_2 = G(Q_1, Q_2, \dots, Q_l)$, хотя некоторые из

этих переменных могут в действительности появиться только в одной функции. Если $u^2(q_i)$ представляет собой оцененную дисперсию, связанную с оценкой q_i переменной Q_i , то тогда оцененная дисперсия, связанная с X_i , выражается из уравнения (10) в 5.1.2, как

$$u^2(x_i) = \sum_{l=1}^L \left[\frac{\partial F}{\partial q_l} \right]^2 u^2(q_l), \quad (F.1)$$

и аналогичное выражение будет для $u^2(x_2)$. Оцененная ковариация, связанная с x_1 и x_2 , выражается, как

$$u(x_1, x_2) = \sum_{l=1}^L \frac{\partial F}{\partial q_l} \frac{\partial G}{\partial q_l} u^2(q_l). \quad (F.2)$$

Поскольку только те члены, для которых $\partial F/\partial q_l \neq 0$ и $\partial G/\partial q_l \neq 0$ при данном l вносят свой вклад в сумму, ковариация равна нулю, если ни одна из переменных не является общей для F и G .

Оцененный коэффициент корреляции $r(x_1, x_2)$, связанный с двумя оценками x_1 и x_2 , определяют из $u(x_1, x_2)$ [уравнение (F.2)] и уравнения (14) в 5.2.2, при этом $u(x_1)$ вычисляется из уравнения (F.1), а $u(x_2)$ - из аналогичного выражения (смотри также уравнение (H.9) в H.2.3). Также возможно, что оцененная ковариация, связанная с двумя входными величинами, имела как статистическую компоненту (см. уравнение (17) в 5.2.3), так и компоненту, происхождение которой описано в данном подразделе.

ПРИМЕРЫ

1 Эталонный резистор R_S используется в одном и том же измерении для определения как тока I , так и температуры t . Ток определяется путем измерения цифровым вольтметром разности потенциалов на зажимах эталонного резистора; температура определяется путем измерения с помощью моста сопротивлений и эталонного резистора сопротивления $R_A(t)$ калиброванного резистивного датчика температуры, для которого зависимость сопротивления от температуры в диапазоне $15^\circ\text{C} \leq t \leq 30^\circ\text{C}$ выражается

как $t = aR_A^2(t) - t_0$, где a и t_0 - известные константы. Таким образом, ток определяется из соотношения $I = V_S/R_S$, а температура из соотношения $t = a\beta(t)R_S^2 - t_0$, где $\beta(t)$ - измеренное отношение $R_A(t)/R_S$, полученное с помощью моста.

Поскольку только величина R_S является общей в выражениях для I и t , из уравнения (F.2) получаем ковариацию для I и t

$$\begin{aligned} u(I, t) &= \frac{\partial}{\partial R_S} \frac{\partial}{\partial R_S} u^2(R_S) \\ &= \left[-\frac{V_S}{R_S^2} \right] \left(2a\beta^2(t)R_S \right) u^2(R_S) \\ &= -\frac{2I(t+t_0)}{R_S^2} u^2(R_S) \end{aligned}$$

(для простоты обозначения в этом примере то же самое условное обозначение используется как для входной величины, так и для ее оценки).

Для получения числового значения ковариации в это выражение подставляют числовые значения измеряемых величин I и t и значения R_S и $u(R_S)$, приведенные в свидетельстве о калибровке эталонного резистора. Единицей для выражения $u(I, t)$, очевидно, является $\text{A} \cdot ^\circ\text{C}$, поскольку размерность относительной дисперсии $[u(R_S)/R_S]^2$ равна 1 (т.е. последняя является так называемой безразмерной величиной).

Далее, пусть величина P будет связана с входными величинами I и t соотношением $P = C_0 I^2 / (T_0 + t)$, где C_0 и T_0 - известные константы с пренебрежимо малыми неопределенностями [$u^2(C_0) \cong 0$; $u^2(T_0) \cong 0$]. Тогда из уравнения (13) в 5.2.2 дисперсия P выражается через дисперсии I и t и их ковариацию, как

$$\frac{u^2(P)}{P^2} = 4 \frac{u^2(I)}{I^2} - 4 \frac{u(I, t)}{I(T_0 + t)} + \frac{u^2(t)}{(T_0 + t)^2}$$

Дисперсии $u^2(I)$ и $u^2(t)$ получают, применив уравнение (10) из 5.1.2 к соотношениям $I = V_S/R_S$ и $t = a\beta^2(t)R_S^2 - t_0$. Результаты следующие

$$\begin{aligned} u^2(I)/I^2 &= u^2(V_S)/V_S^2 + u^2(R_S)/R_S^2 \\ u^2(t) &= 4(t+t_0)^2 u^2(\beta)/\beta^2 + 4(t+t_0)^2 u^2(R_S)/R_S^2 \end{aligned}$$

где для простоты предполагается, что неопределенности констант t_0 и a также

пренебрежимо малы. Эти выражения можно легко оценить, так как $u^2(V_S)$ и $u^2(\beta)$ могут быть определены, соответственно, при повторном снятии показаний вольтметра и моста сопротивлений. Конечно, любые неопределенности, присущие самим приборам и используемым измерительным процедурам, должны также быть приняты во внимание, когда определяются $u^2(V_S)$ и $u^2(\beta)$.

2 В примере, приведенном в примечании 1 к 5.2.2, пусть калибровка каждого резистора будет представлена выражением $R_i = \alpha_i R_S$ и $u(\alpha_i)$ - стандартная неопределенность измеренного отношения α_i , получена при повторных наблюдениях. Далее, пусть $\alpha_i \approx 1$ для каждого резистора и пусть $u(\alpha_i)$ будет, по существу, одной и той же для каждой калибровки, так что $u(\alpha_i) \approx u(\alpha)$. Тогда из уравнений (F.1) и (F.2) получается: $u^2(R_i) = R_S^2 u^2(\alpha) + u^2(R_S)$ и $u(R_i, R_j) = u^2(R_S)$. В соответствии с уравнением (14) в 5.2.2 подразумевается, что коэффициент корреляции любых двух резисторов ($i \neq j$)

$$r(R_i, R_j) \approx r_{ij} = \left[1 + \left(\frac{u(\alpha)}{u(R_S)/R_S} \right)^2 \right]^{-1}.$$

Поскольку $u(R_S)/R_S = 10^{-4}$, если $u(\alpha) = 100 \times 10^{-6}$, то $r_{ij} \approx 0,5$; если $u(\alpha) = 10 \times 10^{-6}$, то $r_{ij} \approx 0,990$; и если $u(\alpha) = 1 \times 10^{-6}$, то $r_{ij} \approx 1,000$. Таким образом, когда $u(\alpha) \rightarrow 0$, $r_{ij} \rightarrow 1$ и $u(R_i) \rightarrow u(R_S)$.

ПРИМЕЧАНИЕ - В общем случае при калибровках путем сравнения, как в этом примере, оцененные значения калибруемых объектов являются коррелированными, при этом степень корреляции зависит от отношения неопределенности сравнения к неопределенности эталона. В тех случаях, когда неопределенность сравнения пренебрежимо мала, как это часто случается на практике, по сравнению с неопределенностью эталона, коэффициенты корреляции равны +1 и неопределенность каждого калибруемого объекта та же самая, что и у эталона.

F.1.2.4 Необходимость введения ковариации $u(x_i, x_j)$ можно обойти, если исходное множество входных величин X_1, X_2, \dots, X_N , от которых зависит измеряемая величина Y [см. уравнение (1) в

4.1], переопределяется таким образом, чтобы включить в качестве дополнительных независимых входных величин те величины Q_i , которые являются общими для двух или более исходных X_i (может быть необходимо провести дополнительные измерения, чтобы полностью установить соотношение между Q_i и затронутыми X_i). Вместе с тем в некоторых ситуациях может быть более удобно сохранить ковариации, чем увеличивать число входных величин. Подобный процесс может быть осуществлен в отношении наблюдаемых ковариаций непрерывных повторных наблюдений [см. уравнение (17) в 5.2.3], но идентификация приемлемых дополнительных входных величин часто проводится для данного случая и является нефизической.

ПРИМЕР - Если в примере 1 из предыдущего подраздела формулы для выражения I и t через R_S вводятся в выражение для P , то результатом является

$$P = \frac{C_0 V_S^2}{R_S^2 [T_0 + a\beta^2(t)R_S^2 - t_0]},$$

и корреляцию между I и t исключают за счет замены входных величин I и t величинами V_S, R_S и β . Поскольку эти величины являются некоррелированными, дисперсию P можно получить из уравнения (10) в 5.1.2.

F.2 Составляющие, оцениваемые с помощью иных средств: оценивание стандартной неопределенности по типу В

F.2.1 Необходимость оценивания по типу В

Если измерительная лаборатория располагала бы неограниченным временем и ресурсами, то она могла бы провести исчерпывающие статистические исследования каждой мыслимого источника неопределенности, например, используя много различных моделей и типов приборов, различные методы измерений, различные применения метода и

различные аппроксимации в своих теоретических моделях измерения. Неопределенности, связанные со всеми этими источниками, могли бы затем быть оценены с помощью статистического анализа рядов наблюдений; и неопределенность, обусловленная каждым источником, могла бы быть охарактеризована статистически оцененным стандартным отклонением. Другими словами, все составляющие неопределенности были бы получены из оценивания по типу А. Поскольку такие исследования практически неосуществимы по экономическим соображениям, многие составляющие неопределенности должны оцениваться любыми другими практически осуществимыми способами.

Ф.2.2 Математически детерминированные распределения

Ф.2.2.1 Разрешение цифрового показания

Одним из источников неопределенности цифрового прибора является разрешение его отсчетного устройства. Например, если даже все повторно снимаемые показания были идентичными, неопределенность измерения, приписываемая повторяемости, не будет равна нулю, ибо существует диапазон входных сигналов прибора, покрывающий известный интервал, при котором будут одни и те же показания. Если разрешение отсчетного устройства равно δx , то значение воздействия, которое вызывает данное показание X , может с равной вероятностью лежать в любом месте интервала от $X - \delta x/2$ до $X + \delta x/2$. Воздействие, таким образом, описывается прямоугольным распределением вероятностей (см. 4.3.7 и 4.4.5) шириной δx при дисперсии $u^2 = (\delta x)^2/12$, при этом подразумевается, что стандартная неопределенность $u = 0,29 \delta x$ для любого показания.

Таким образом, прибор для взвешивания с отсчетным устройством, в котором наименьшая значимая цифра соот-

ветствует 1 г, имеет дисперсию, обусловленную разрешением устройства, $u^2 = (1/12) \text{ г}^2$ и стандартную неопределенность $u = (1/\sqrt{12}) \text{ г} = 0,29 \text{ г}$.

Ф.2.2.2 Гистерезис

Определенные виды гистерезиса могут вызывать неопределенности аналогичного вида. Показания прибора могут отличаться на фиксированные и известные значения в зависимости от того, увеличиваются или уменьшаются последовательные значения. Опытный оператор примет во внимание направление последовательных показаний и введет соответствующую поправку. Однако направление гистерезиса не всегда наблюдаемо: могут существовать скрытые колебания внутри прибора относительно точки равновесия, так что показание зависит от направления, по которому, в конце концов, к этой точке приближаются. Если диапазон возможных показаний по этой причине равен δx , то дисперсия опять $u^2 = (\delta x)^2/12$, а стандартная неопределенность, обусловленная гистерезисом, $u = 0,29 \delta x$.

Ф.2.2.3 Вычисления с ограниченной точностью

Округление или усечение чисел, происходящее при автоматической редукции данных компьютером, может также быть источником неопределенности. Рассмотрим, например, компьютер с длиной слова в 16 бит. Если в процессе вычислений число, имеющее такую длину слова, вычитается из другого числа, от которого оно отличается только в 16-ом бите, остается только один значащий бит. Такое может наблюдаться при оценивании "плохо обусловленных" алгоритмов и это трудно предсказать. Можно получить эмпирическое определение неопределенности путем увеличения наиболее важной для вычислений входной величины (часто существует одна такая, которая пропорциональна значению выходной величины) с помощью малых прираще-

ний до тех пор, пока выходная величина не изменится; наименьшее изменение выходной величины, которое достигается таким способом, может быть принято в качестве меры неопределенности; если оно равно δx , то дисперсия $u^2 = (\delta x)^2 / 12$ и $u = 0,29 \delta x$.

ПРИМЕЧАНИЕ - Можно проверить оценку неопределенности путем сравнения результата вычисления, выполненного на машине с ограниченной длиной слова, с результатом такого же вычисления, выполненного на машине со значительно большей длиной слова.

Ф.2.3 Заимствованные входные значения

Ф.2.3.1 Заимствованным значением входной величины является то, которое не оценивалось в ходе данного измерения, а было получено где-то в результате независимого оценивания. Часто такое заимствованное значение сопровождается сообщением того или иного вида о его неопределенности. Например, неопределенность может быть указана в виде стандартного отклонения, значения, кратного стандартному отклонению, или полуширины интервала, имеющего указанный уровень доверия. В других случаях могут быть указаны верхний и нижний пределы, или может быть не дано никакой информации относительно неопределенности. В последнем случае те, кто используют это значение, должны применить свои собственные знания о возможном значении неопределенности, исходя из природы величины, надежности источника, неопределенностей, полученных для таких величин на практике, и т.п.

ПРИМЕЧАНИЕ - Обсуждение неопределенности заимствованных величин включено в данный подраздел об оценивании стандартной неопределенности по типу В из соображений удобства; неопределенность такой величины могла бы состоять из составляющих, полученных из оценивания по типу А, или из составляющих, полученных из оценивания как по типу А, так и по типу В. Поскольку нет необходимости проводить различие

между составляющими, оцененными двумя разными методами, чтобы вычислить суммарную стандартную неопределенность, нет и необходимости знать состав неопределенности заимствованной величины.

Ф.2.3.2 Некоторые калибровочные лаборатории приняли практику выражения "неопределенности" в виде верхнего и нижнего пределов, которые определяют интервал, имеющий "минимальный" уровень доверия, например, "по крайней мере" 95 процентов. Это можно рассматривать как пример так называемой "безопасной" неопределенности (см. Е.1.2), и ее нельзя преобразовать в стандартную неопределенность без знания того, как она вычислялась. Если приведено достаточно информации, то ее можно повторно рассчитать в соответствии с правилами настоящего *Руководства*; в противном случае должна быть проведена независимая оценка неопределенности любыми средствами, имеющимися в распоряжении.

Ф.2.3.3 Некоторые неопределенности даются просто как максимальные пределы, в которых, как говорят, лежат *все* значения величины. Обычно предполагается, что все значения в этих пределах являются равновероятными (прямоугольное распределение вероятностей), но такое распределение не следует предполагать, если есть основания ожидать, что значения, близкие к пределам, менее вероятны, чем те, которые лежат ближе к центру интервала. Прямоугольное распределение полуширины a имеет дисперсию $a^2/3$; нормальное распределение, для которого a является половиной ширины интервала с уровнем доверия 99,73 процентов, имеет дисперсию $a^2/9$. Разумно принять компромисс между этими значениями, например, допуская треугольное распределение, для которого дисперсия составляет $a^2/6$ (см. 4.3.9 и 4.4.6).

Ф.2.4 Измеряемые входные величины

Ф.2.4.1 Единичное наблюдение, откалиброванные средства измерений

Если оценка входной величины получена по единичному наблюдению с помощью конкретного средства измерения, которое откалибровано по эталону с малой неопределенностью, то неопределенность оценки - это, в основном, неопределенность воспроизводимости. Дисперсия повторных измерений с помощью данного средства измерения могла быть получена раньше по какому-либо поводу, не обязательно с точно таким же значением показания, но с достаточно близким к нему, чтобы его можно было использовать; при этом можно допустить, что эта дисперсия применима к рассматриваемой входной величине. Если такая информация отсутствует, то оценка должна основываться на характере измерительной аппаратуры или прибора, известных дисперсиях других приборов аналогичной конструкции и т.д.

F.2.4.2 Единичное наблюдение, поверенные средства измерений

Не все средства измерения снабжаются свидетельствами о калибровке или градуировочной характеристикой. Однако большинство измерительных приборов создается в соответствии с разработанным стандартом и поверяется либо заводом изготовителем, либо независимой поверочной организацией в соответствии с этим стандартом. Обычно стандарт содержит метрологические требования, часто в виде "максимально допускаемых погрешностей", которым должно соответствовать данное средство измерения. Это соответствие прибора требованиям определяется путем сравнения с образцовым средством измерений, максимально допускаемая неопределенность которого обычно указывается в стандарте. Следовательно, эта неопределенность является составляющей неопределенности поверенного прибора.

Если ничего не известно о характеристике погрешности градуировочной кривой поверенного прибора, то следует допустить, что существует равная

вероятность того, что погрешность имеет любое значение в допустимых пределах, т.е. прямоугольное распределение вероятностей. Однако некоторые типы приборов имеют такие градуировочные кривые, что погрешности могут быть, например, всегда положительными в одной части диапазона измерения и отрицательными в других частях. Иногда такая информация может быть извлечена из разработанного стандарта.

F.2.4.3 Контролируемые величины

Измерения часто осуществляются в стандартных контролируемых условиях, которые считаются постоянными в течение всех рядов измерений. Например, измерения могут проводиться на образцах в перемешиваемой масляной ванне, температура которой регулируется с помощью термостата. Температуру ванны можно измерять в момент каждого измерения на образце, но если температура ванны изменяется циклически, то мгновенная температура образца может не соответствовать температуре, показываемой термометром в ванне. Расчет флуктуаций температуры образца, основанный на теории теплопередачи, и их дисперсии выходит за рамки, предусмотренные настоящим *Руководством*, но он должен начинаться с известного или предполагаемого температурного цикла для ванны. Этот цикл можно наблюдать при помощи высокочувствительной термопары и регистратора температуры, однако в случае их отсутствия его можно приближенно вывести из данных о характере регулирования.

F.2.4.4 Асимметричные распределения возможных значений

Известны случаи, когда все возможные значения величины лежат по одну сторону от одного предельного значения. Например, при измерении постоянной вертикальной высоты h (измеряемая величина) столба жидкости в манометре ось измерителя высоты может отклоняться от вертикали на небольшой угол β . Расстояние l , определяемое с

помощью этого прибора, всегда будет больше, чем h ; никакие значения, меньшие чем h , невозможны. Это обусловлено тем, что h равно проекции l на вертикаль: $h = l \cos \beta$, а все значения $\cos \beta$ меньше единицы; никакие значения, большие чем единица, невозможны. Эта так называемая "косинусная погрешность" может также проявляться в том, что проекция $h' \cos \beta$ измеряемой величины h' равна наблюдаемому расстоянию l , т.е. $l = h' \cos \beta$, и наблюдаемое расстояние всегда меньше измеряемой величины.

Если ввести новую переменную $\delta = 1 - \cos \beta$, то, полагая $\beta \approx 0$ или $\delta \ll 1$, как это обычно наблюдается на практике, получаем две различные ситуации:

$$h = \bar{l}(1 - \delta) \quad (\text{F.3a}),$$

$$h' = \bar{l}(1 + \delta) \quad (\text{F.3b}).$$

Здесь \bar{l} , наилучшая оценка l , является средним арифметическим или средним из n независимых повторных наблюдений l_k для l с оцененной дисперсией $u^2(\bar{l})$ [см. уравнения (3) и (5) в 4.2]. Таким образом, из уравнений (F.3a) и (F.3b) следует, что для получения оценки h или h' необходима оценка поправочного коэффициента δ , в то время как для получения суммарной стандартной неопределенности оценки h или h' требуется $u^2(\delta)$, оцененная дисперсия δ . Более конкретно, применение уравнения (10) из 5.1.2 к уравнениям (F.3a) и (F.3b) дает для $u_c^2(h)$ и $u_c^2(h')$ (соответственно со знаками - и +):

$$u_c^2 = (1 \mp \delta)^2 u^2(\bar{l}) + \bar{l}^2 u^2(\delta) \quad (\text{F.4a})$$

$$\approx u^2(\bar{l}) + \bar{l}^2 u^2(\delta). \quad (\text{F.4b})$$

Для получения оценок ожидаемого значения δ и дисперсии δ допустим, что ось прибора, используемого для измерения высоты столба жидкости в манометре, ограничена фиксацией в вертикальной плоскости и что распределение

значений угла наклона β около ожидаемого нулевого значения является нормальным распределением с дисперсией σ^2 . Хотя β может иметь как положительные, так и отрицательные значения, $\delta = 1 - \cos \beta$ является положительным для всех значений β . Если допустить, что рассогласование оси прибора не ограничено, то ориентация оси может изменяться в пределах телесного угла, поскольку она способна к рассогласованию также по азимуту, но β в этом случае будет всегда положительным углом.

В ограниченном или одномерном случае элемент вероятности $p(\beta)d\beta$ (С.2.5, примечание) пропорционален $[\exp(-\beta^2 / 2\sigma^2)]d\beta$; в неограниченном или двумерном случае элемент вероятности пропорционален $[\exp(-\beta^2 / 2\sigma^2)] \sin \beta d\beta$. Функции плотности вероятностей $p(\delta)$ в этих двух случаях являются выражениями, необходимыми для определения ожидания и дисперсии δ для использования в уравнениях (F.3) и (F.4). Их можно легко получить из этих элементов вероятности, т.к. угол β может быть предположительно небольшим, и, следовательно, $\delta = 1 - \cos \beta$ и $\sin \beta$ можно разложить в ряд с членами самого низкого порядка по β . Это дает $\delta \approx \beta^2 / 2$, $\sin \beta \approx \beta = \sqrt{2\delta}$ и $d\beta = d\delta / \sqrt{2\delta}$. Тогда функции плотности вероятностей будут иметь следующие выражения:

$$p(\delta) = \frac{1}{\sigma^2 \sqrt{\pi \delta}} \exp(-\delta / \sigma^2) \quad (\text{F.5a})$$

в одномерном случае,

$$p(\delta) = \frac{1}{\sigma^2} \exp(-\delta / \sigma^2) \quad (\text{F.5b})$$

в двумерном случае,

где

$$\int_0^\infty p(\delta) d\delta = 1.$$

Уравнения (F.5a) и (F.5b), которые показывают, что наиболее вероятное зна-

чение поправки δ в обоих случаях является нулевым, дают в одномерном случае $E(\delta) = \sigma^2/2$ и $\text{var}(\delta) = \sigma^4/2$ для ожидания и дисперсии δ , а в двумерном случае $E(\delta) = \sigma^2$ и $\text{var}(\delta) = \sigma^4$. Тогда уравнения (F.3a), (F.3b) и (F.4b) принимают вид

$$h = \bar{I}[1 - (d/2)u^2(\beta)] \quad (\text{F.6a})$$

$$h' = \bar{I}[1 + (d/2)u^2(\beta)] \quad (\text{F.6b})$$

$$u_c^2(h) = u_c^2(h') = u^2(\bar{I}) + (d/2)\bar{I}^2 u^4(\beta), (\text{F.6c})$$

где d - размерность ($d=1$ или 2) и $u(\beta)$ - стандартная неопределенность угла β , принимаемая за наилучшую оценку стандартного отклонения σ предполагаемого нормального распределения, которая должна оцениваться с учетом всей имеющейся информации об измерительном процессе (оценивание по типу В). Это пример того случая, когда оценка значения измеряемой величины зависит от неопределенности входной величины.

Хотя уравнения (F.6a) - (F.6c) специфичны для нормального распределения, можно провести анализ, допуская другие распределения для β . Например, если для β принять симметричное прямоугольное распределение с верхним и нижним пределами $+\beta_0$ и $-\beta_0$ в одномерном случае и $+\beta_0$ и нуль в двумерном случае, то $E(\delta) = \beta_0^2/6$ и $\text{var}(\delta) = \beta_0^4/45$ для одномерного и $E(\delta) = \beta_0^2/4$ и $\text{var}(\delta) = \beta_0^4/48$ для двумерного случаев.

ПРИМЕЧАНИЕ - Это ситуация, когда разложение функции $Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$ в ряд Тейлора до членов первого порядка для получения $u_c^2(y)$, уравнение (10) в 5.1.2, является неадекватным из-за нелинейности f : $\overline{\cos \beta} \neq \cos \bar{\beta}$ (см. примечание 2 к 5.1.2 и Н.2.4). Хотя анализ можно провести полностью в значениях β , введение переменной δ упрощает задачу.

Другим примером ситуации, где все возможные значения величины лежат по одну сторону от одного предельного

значения, является определение концентрации компонента в растворе методом титрования, где на конечную точку указывает срабатывание сигнала; количество добавляемого реактива всегда больше того, которое требуется для срабатывания сигнала; оно никогда не бывает меньше. Избыточное количество, титруемое за предельной точкой, представляет собой необходимую переменную при обработке данных, и процедура в этом (и подобных) случаях состоит в том, чтобы принять приемлемое распределение вероятностей для избыточного количества и использовать его для получения ожидаемого значения избытка и его дисперсии.

ПРИМЕР - Если для избытка z принять прямоугольное распределение: нуль - нижний предел, C_0 - верхний предел; то ожидаемое значение избытка будет $C_0/2$ со связанной с ним дисперсией $C_0^2/12$. Если функция плотности вероятностей избытка берется как функция нормального распределения при $0 \leq z < \infty$, т.е. $p(z) = (\sigma\sqrt{\pi/2})^{-1} \exp(-z^2/2\sigma^2)$, то ожидаемое значение будет $\sigma\sqrt{2/\pi}$ с дисперсией $\sigma^2(1-2/\pi)$.

F.2.4.5 Неопределенность при отсутствии поправок по калибровочной кривой

В примечании к 6.3.1 рассматривается случай, когда известная поправка b на значимый систематический эффект не применяется к сообщаемому результату измерения, но вместо этого учитывается путем увеличения "неопределенности", приписываемой этому результату. Например, расширенная неопределенность U заменяется на $U + b$, где U является расширенной неопределенностью, полученной при допущении, что $b = 0$. Это иногда применяется на практике в тех случаях, когда выполняются все следующие условия: измеряемая величина Y определяется в диапазоне значений параметра t , как в случае калибровочной кривой для датчика температуры; U и b также зависят от t ; и лишь единственное значение "неопределенности"

должно быть дано для всех оценок $y(t)$ измеряемой величины в диапазоне возможных значений t . В таких ситуациях результат измерения часто приводится в виде $Y(t) = y(t) \pm [U_{\max} + b_{\max}]$, где нижний индекс "max" указывает на то, что используются максимальные значения U и b в диапазоне значений t .

Хотя *Руководство* рекомендует, чтобы поправки применялись к результатам измерения для известных значимых систематических эффектов, это не всегда осуществимо в такой ситуации ввиду неприемлемых затрат, которые будут иметь место при вычислении и применении индивидуальной поправки, а также при вычислении и использовании индивидуальной неопределенности для каждого значения $y(t)$.

Сравнительно простой подход к решению этой задачи, который согласуется с принципами настоящего *Руководства*, состоит в следующем.

Вычисляется *единственная* средняя поправка \bar{b} по формуле

$$\bar{b} = \frac{1}{t_2 - t_1} \int_{t_1}^{t_2} b(t) dt, \quad (\text{F.7a})$$

где t_1 и t_2 определяют интересующий нас диапазон изменения параметра t , и за лучшую оценку $Y(t)$ принимается $y'(t) = y(t) + \bar{b}$, где $y(t)$ - лучшая беспоправочная оценка $Y(t)$. Дисперсия, связанная со средней поправкой \bar{b} в интересующем нас диапазоне, описывается уравнением

$$u^2(\bar{b}) = \frac{1}{t_2 - t_1} \int_{t_1}^{t_2} [b(t) - \bar{b}]^2 dt, \quad (\text{F.7b})$$

не учитывающим неопределенность действительного определения поправки $b(t)$. Средняя дисперсия поправки $b(t)$, обусловленная ее действительным определением, дается выражением

$$\overline{u^2[b(t)]} = \frac{1}{t_2 - t_1} \int_{t_1}^{t_2} u^2[b(t)] dt, \quad (\text{F.7c})$$

где $u^2[b(t)]$ - дисперсия поправки $b(t)$. Аналогичным образом средняя дисперсия $y(t)$, возникающая из всех источников неопределенности, кроме поправки $b(t)$, определяется по формуле

$$\overline{u^2[y(t)]} = \frac{1}{t_2 - t_1} \int_{t_1}^{t_2} u^2[y(t)] dt, \quad (\text{F.7d})$$

где $u^2[y(t)]$ - дисперсия $y(t)$, обусловленная всеми источниками неопределенности, кроме поправки $b(t)$. Тогда единственным значением стандартной неопределенности, которое должно применяться для *всех* оценок $y'(t) = y(t) + \bar{b}$ измеряемой величины $Y(t)$ будет положительный квадратный корень из выражения

$$u_c^2(y') = \overline{u^2[y(t)]} + \overline{u^2[b(t)]} + u^2(\bar{b}). \quad (\text{F.7e})$$

Расширенную неопределенность U можно получить путем умножения $u_c(y')$ на соответствующим образом выбранный коэффициент охвата k , $U = k u_c(y')$, что дает $Y(t) = y'(t) \pm U = y(t) + \bar{b} \pm U$. Однако следует признать факт применения одной и той же средней поправки для всех значений t , а не поправки, соответствующей каждому значению t , и дать ясное определение того, что представляет собой U .

F.2.5 Неопределенность метода измерения

F.2.5.1

Возможно, наиболее трудной для оценки составляющей неопределенности является неопределенность, связанная с методом измерения, особенно если показано, что данный метод позволяет получить результаты с меньшей изменчивостью, чем любой другой из известных методов. Однако есть вероятность существования других методов, часть из которых пока неиз-

вестны или в некотором смысле непрактичны, которые бы давали систематически различные результаты с кажущейся одинаковой достоверностью. Это предполагает *априорное* распределение вероятностей, а не такое распределение, из которого можно легко производить выборки и осуществлять их статистическую обработку. Таким образом, даже несмотря на то, что неопределенность метода может быть доминирующей составляющей, единственной информацией, часто доступной для оценивания его стандартной неопределенности, являются существующие знания физического мира (см. также Е.4.4.).

ПРИМЕЧАНИЕ - Определяя одну и ту же измеряемую величину различными методами либо в одной, либо в различных лабораториях, или одним и тем же методом в различных лабораториях, часто можно получить ценную информацию о неопределенности, приписываемой какому-либо конкретному методу. Вообще обмен эталонами измерений или стандартными образцами между лабораториями для проведения независимых измерений является обычной практикой оценки надежности определений неопределенности и выявления ранее неизвестных систематических эффектов.

Ф.2.6 Неопределенность образца

Ф.2.6.1 Многие измерения связаны со сравнением неизвестного объекта с известным эталоном, имеющим аналогичные характеристики, для калибровки этого неизвестного объекта. В качестве примера можно привести концевые меры длины, некоторые термометры, наборы масс, резисторы и высокочистые материалы. В большинстве таких случаев методы измерения не особенно чувствительны к выбору образца (т.е. конкретного калибруемого неизвестного объекта) и, наоборот, не подвержены влиянию этого выбора, подготовке образца или воздействиям различных влияющих факторов окружающей среды, т.к. неизвестный объект и эталон обычно реагируют одинаково (и

часто предсказуемо) на влияние таких переменных величин.

Ф.2.6.2 В некоторых ситуациях, встречающихся в практике измерений, выбор и подготовка образцов играют значительно более важную роль. Это часто наблюдается при химическом анализе природных материалов. В отличие от искусственно созданных материалов, которые могут обеспечить однородность в большей степени, чем это требуется для измерений, природные материалы часто бывают весьма неоднородными. Эта неоднородность приводит к двум дополнительным составляющим неопределенности. Оценивание первой из них требует определения того, насколько адекватно выбранный образец представляет исходный материал, подвергающийся анализу. Оценивание второй составляющей требует определения того, в какой степени вторичные (не подвергающиеся анализу) компоненты влияют на измерение и насколько адекватен для них применяемый метод измерения.

Ф.2.6.3 В некоторых случаях тщательное планирование эксперимента может позволить произвести статистическую оценку неопределенности, обусловленной образцом (см. Н.5 и Н.5.3.2). Однако, как правило, особенно в тех случаях, когда воздействие влияющих факторов окружающей среды на образец является существенным, для оценивания неопределенности необходимы мастерство и знания аналитика, полученные из практического опыта и всей доступной существующей информации.

Приложение G

Степени свободы и уровни доверия

G.1 Введение

G.1.1 В данном приложении рассматривается общий вопрос получения из оценки y измеряемой величины Y и из суммарной стандартной неопределенности $u_c(y)$ этой оценки расширенной неопределенности $U_p = k_p u_c(y)$, которая определяет интервал $y - U_p \leq Y \leq y + U_p$, имеющий высокую заданную вероятность охвата или уровень доверия p . Таким образом, этот раздел имеет дело с вопросом определения коэффициента охвата k_p , который создает интервал вокруг результата измерения, который предположительно охватывает большую заданную часть p распределения значений, которые обоснованно можно было бы приписать измеряемой величине Y (см. раздел 6).

G.1.2 В большинстве практических измерительных ситуаций расчет интервалов, имеющих заданные уровни доверия (т.е. оценивание наиболее индивидуальных составляющих неопределенности в таких ситуациях) - в лучшем случае, всего лишь приближенный. Даже экспериментальное стандартное отклонение среднего из 30 повторных наблюдений величины, описываемой нормальным распределением, имеет само по себе неопределенность, равную примерно 13 процентов (см. таблицу E.1 в приложении E).

В большинстве случаев не имеет смысла пытаться найти отличие между, например, интервалом, имеющим уровень доверия, равный 95 процентов (один шанс из 20, что значение измеряемой величины Y находится вне этого интервала), и либо 94 процентным, либо 96

процентным интервалом (один шанс из 17 и 25 соответственно). Получение обоснованных интервалов с уровнями доверия 99 процентов (1 шанс из 100) и выше особенно трудное дело, даже если допустить, что никаких систематических эффектов не просматривалось, т.к. обычно бывает доступно весьма мало информации о наиболее экстремальных участках или "хвостах" распределений вероятностей входных величин.

G.1.3 Чтобы получить значение коэффициента охвата k_p , который создает интервал, соответствующий заданному уровню доверия p , необходимы подробные сведения о распределении вероятностей, характеризующем результатом измерения и его суммарной стандартной неопределенностью. Например, для величины z , описываемой нормальным распределением с ожиданием μ_z и стандартным отклонением σ , можно легко рассчитать значение k_p , которое создает интервал $\mu_z \pm k_p \sigma$, включающий часть p этого распределения и, следовательно, имеющий вероятность охвата или уровень доверия p . Некоторые примеры приведены в таблице G.1.

Таблица G.1 - Значение коэффициента охвата k_p , который создает интервал, имеющий уровень доверия p при допущении нормального распределения

Уровень доверия p (проценты)	Коэффициент охвата k_p
68,27	1
90	1,645
95	1,960
95,45	2
99	2,576
99,73	3

ПРИМЕЧАНИЕ - Наоборот, если z описывается прямоугольным распределением вероятностей с ожиданием μ_z и стандартным отклонением $\sigma = a/\sqrt{3}$, где a - половина ширины этого распределения; то уровень доверия p равен 57,74 процентов для $k_p = 1$; 95 процентов для $k_p = 1,65$; 99 процентов для $k_p = 1,71$; и 100 процентов для $k_p \geq \sqrt{3} \approx 1,73$. Прямоугольное распределение "уже", чем нормальное распределение в том смысле, что оно обладает конечной протяженностью и не имеет "хвостов".

G.1.4 Если известны распределения вероятностей входных величин X_1, X_2, \dots, X_N , от которых зависит измеряемая величина Y [их ожидания, дисперсии и более высокие моменты (см. С.2.13 и С.2.22), если эти распределения не являются нормальными], и если Y является линейной функцией входных величин, $Y = c_1X_1 + c_2X_2 + \dots + c_NX_N$, тогда распределение вероятностей Y может быть получено путем свертки отдельных распределений вероятностей [10]. Значения k_p , которые создают интервалы, соответствующие заданным уровням доверия p могут, следовательно, быть рассчитаны по результирующему свернутому распределению.

G.1.5 Если функциональная зависимость между Y и его входными величинами нелинейна, а разложение в ряд Тейлора первого порядка этой зависимости не является допустимым приближением (см. 5.1.2 и 5.1.5), то распределение вероятностей Y не может быть получено путем свертывания распределений входных величин. В таких случаях необходимы другие аналитические или числовые методы.

G.1.6 На практике, поскольку параметры, характеризующие распределение вероятностей входных величин, обычно являются оценками, поскольку нереалистично ожидать, что уровень доверия, связанный с данным интервалом, может быть известен с большой точностью и поскольку свертывание распределений вероятностей дело - очень сложное, такие свертывания реализу-

ются редко, если вообще реализуются, когда есть потребность рассчитать интервалы, имеющие заданные уровни доверия. Вместо этого, используются приближения, которые обладают преимуществами Центральной Предельной Теоремы.

G.2 Центральная Предельная Теорема

G.2.1 Если $Y = c_1X_1 + c_2X_2 + \dots + c_NX_N = \sum_{i=1}^N c_i X_i$ и все X_i характеризуются нормальными распределениями, тогда результирующее свернутое распределение Y будет также нормальным. Однако даже если распределения X_i не являются нормальными, то распределение Y часто может быть аппроксимировано нормальным распределением, благодаря Центральной Предельной Теореме. Эта теорема гласит, что распределение Y будет *приблизительно нормальным* с ожиданием $E(Y) = \sum_{i=1}^N c_i E(X_i)$ и дисперсией $\sigma^2(Y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 \sigma^2(X_i)$, где $E(X_i)$ - математическое ожидание X_i , а $\sigma^2(X_i)$ - дисперсия X_i , если X_i - независимая случайная величина, а $\sigma^2(Y)$ много больше, чем любая отдельная составляющая $c_i^2 \sigma^2(X_i)$ от не нормально распределенной X_i .

G.2.2 Центральная Предельная Теорема имеет особое значение, т.к. она показывает очень важную роль, которую играют дисперсии распределений вероятностей входных величин, по сравнению с той ролью, которую играют моменты более высокого порядка, при определении формы результирующего свернутого распределения величины Y . Более того, она подразумевает, что свернутое распределение стремится к нормальному по мере увеличения числа входных величин, вносящих свой вклад в $\sigma^2(Y)$; что эта сходимость будет тем более быстрой, чем ближе значения величин $c_i^2 \sigma^2(X_i)$ друг к другу (это эквивалентно на практике тому, что каждая оценка входной величины x_i , вносит сравнимую неопределенность в неопределен-

ность оценки y измеряемой величины Y); и что чем ближе распределения X_i к нормальному, тем меньше этих X_i необходимо, чтобы получить нормальное распределение для Y .

ПРИМЕР - Прямоугольное распределение (см. 4.3.7 и 4.4.5) является экстремальным примером не нормального распределения, но свертка всего *трех* таких распределений равной ширины является приблизительно нормальной. Если полуширина каждого из трех прямоугольных распределений равняется a с тем, чтобы дисперсия каждого была $a^2/3$, то дисперсия свернутого распределения будет $\sigma^2 = a^2$. 95 и 99 процентные интервалы свернутого распределения определяются, как $1,937\sigma$ и $2,379\sigma$ соответственно, тогда как аналогичные интервалы для нормального распределения с таким же стандартным отклонением σ определяются, как $1,960\sigma$ и $2,576\sigma$ (см. таблицу G.1) [10].

ПРИМЕЧАНИЯ

1 Для каждого интервала с уровнем доверия p большим, чем примерно 91,7 процентов, значение k_p для нормального распределения больше соответствующего значения для распределения, возникающего в результате свертки любого количества и размера прямоугольных распределений.

2 Из Центральной Предельной Теоремы следует, что распределение вероятностей среднего арифметического \bar{q} из n наблюдений q_k случайной переменной q с ожиданием μ_q и конечным стандартным отклонением σ приближается к нормальному распределению со средним μ_q и стандартным отклонением σ/\sqrt{n} при $n \rightarrow \infty$, каким бы ни было распределение вероятностей q .

G.2.3 Практическое следствие применения Центральной Предельной Теоремы заключается в том, что когда может быть установлено, что ее требования приблизительно удовлетворены, в частности, если суммарная стандартная неопределенность $u_c(y)$ не доминируется составляющей стандартной неопределенности, полученной из оценивания по типу А на основе всего нескольких

наблюдений, или составляющей стандартной неопределенности, полученной из оценивания по типу В на основе предполагаемого равномерного распределения; тогда разумно в качестве первого приближения для расчета расширенной неопределенности $U_p = k_p u_c(y)$, которая обеспечивает уровень доверия p , использовать для k_p значение из нормального распределения. Значения, наиболее часто используемые для этой цели, приведены в таблице G.1.

G.3 t -распределение и степени свободы

G.3.1 Чтобы получить приближение лучшее, чем простое использование значения k_p из нормального распределения, как в G.2.3, следует признать, что расчет интервала, имеющего заданный уровень доверия, требует не распределения переменной $[Y - E(Y)]/\sigma(Y)$, а распределения переменной $(y - Y)/u_c(y)$. Это происходит потому, что на практике все, что обычно имеется в наличии, это: y - оценка Y , полученная из $y = \sum_{i=1}^N c_i x_i$, где x_i - оценка X_i ; и суммарная дисперсия, связанная с y , $u_c^2(y)$, вычисленная из $u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i)$, где $u(x_i)$ - стандартная неопределенность (оцененное стандартное отклонение) оценки x_i .

ПРИМЕЧАНИЕ - Строго говоря, в выражении $(y - Y)/u_c(y)$ Y следует понимать, как $E(Y)$. Для простоты такое различие было сделано только в нескольких местах данного *Руководства*. Вообще, один и тот же символ был использован для физической величины, случайной переменной, которая представляет эту величину, и для ожидания этой переменной (см. 4.1.1, примечания).

G.3.2 Если z - нормально распределенная случайная переменная с ожиданием μ_z и стандартным отклонением σ , а \bar{z} - среднее арифметическое n независимых наблюдений z_k величины z с $s(\bar{z})$ - экспериментальным стандартным отклонением от \bar{z} [см. уравнения (3) и (5) в

4.2], то распределение переменной $t = (\bar{z} - \mu_z)/s(\bar{z})$ есть t -распределение или распределение Стьюдента (С.3.8) с $\nu = n - 1$ степенями свободы.

Следовательно, если измеряемая величина Y есть просто единственная нормально распределенная величина X , $Y=X$; и если в качестве оценки X берется среднее арифметическое \bar{X} от n независимых наблюдений X_k величины X с экспериментальным стандартным отклонением среднего $s(\bar{X})$, то наилучшей оценкой Y является $y = \bar{X}$ и экспериментальное стандартное отклонение этой оценки есть $u_c(y) = s(\bar{X})$. Тогда $t = (\bar{z} - \mu_z)/s(\bar{z}) = (\bar{X} - X)/s(\bar{X}) = (y - Y)/u_c(y)$ распределена в соответствии с t -распределением с

$$\text{Pr}[-t_p(\nu) \leq t \leq t_p(\nu)] = p \quad (\text{G.1a})$$

или

$$\text{Pr}[-t_p(\nu) \leq (y - Y)/u_c(y) \leq t_p(\nu)] = p, \quad (\text{G.1b})$$

что можно переписать, как:

$$\text{Pr}[y - t_p(\nu)u_c(y) \leq Y \leq y + t_p(\nu)u_c(y)] = p. \quad (\text{G.1c})$$

В этих выражениях $\text{Pr}[]$ означает "вероятность []", а $t_p(\nu)$ есть значение t для данного значения ν - числа степеней свободы (см. G.3.3) - такое, что часть p t -распределения охвачена интервалом $[-t_p(\nu), +t_p(\nu)]$. Таким образом, расширенная неопределенность

$$U_p = k_p u_c(y) = t_p(\nu) u_c(y) \quad (\text{G.1d})$$

определяет интервал от $y - U_p$ до $y + U_p$, что удобно записывать, как $Y = y \pm U_p$, который, как можно ожидать, включает часть p распределения значений, которые обоснованно могли бы быть приписаны Y , а p - вероятность охвата или уровень доверия интервала.

G.3.3 Число степеней свободы ν равно $n - 1$ для единственной величины, оцененной средним арифметическим из n

независимых наблюдений, как указано в G.3.2. Если n независимых наблюдений используются для определения наклона и места пересечения прямой линии методом наименьших квадратов, то числом степеней свободы их стандартных неопределенностей будет $\nu = n - 2$. При вычислении методом наименьших квадратов m параметров по n наблюдениям число степеней свободы каждого параметра составит $\nu = n - m$ (см. [15] для дальнейшего рассмотрения числа степеней свободы).

G.3.4 Некоторые значения $t_p(\nu)$ для различных значений ν и различных значений p приведены в таблице G.2 в конце данного приложения. По мере того, как $\nu \rightarrow \infty$, t -распределение приближается к нормальному и $t_p(\nu) \approx (1+2/\nu)^{1/2} k_p$, где k_p - коэффициент охвата, необходимый для получения интервала с уровнем доверия p для нормально распределенной переменной. Таким образом, значение $t_p(\infty)$ в таблице G.2 для данного p равно значению k_p в таблице G.1 для того же p .

ПРИМЕЧАНИЕ - Часто t -распределение приводится в таблицах в квантилях; даются значения $t_{1-\alpha}$, где

$$1 - \alpha = \int_{-\infty}^{t_{1-\alpha}} f(t, \nu) dt$$

есть квантиль. Таким образом, $t_p(\nu)$ и $t_{1-\alpha}(\nu)$ связаны соотношением $p = 1 - 2\alpha$. Например, $t_{1-\alpha}(\nu)$, соответствующее $1 - \alpha = 0,975$ квантилю ($\alpha = 0,025$), - то же самое, что и $t_p(\nu)$ для $p = 0,95$.

G.4 Число эффективных степеней свободы

G.4.1 В общем случае t -распределение не будет описывать распределение переменной $(y - Y)/u_c(y)$, если $u_c^2(y)$ есть сумма двух или более оцененных составляющих дисперсии $u_c^2(y) = c_i^2 u^2(x_i)$ (см. 5.1.3), даже если каждое x_i - оценка нормально распределенной входной величины X_i . Однако распределение этой переменной может быть аппрок-

смировано t -распределением при числе *эффективных* степеней свободы ν_{eff} , полученном из формулы Велча - Саттерсвейта [16, 17, 18]:

$$\frac{u_c^2(y)}{\nu_{eff}} = \sum_{i=1}^N \frac{u_i^2(y)}{\nu_i} \quad (G.2a)$$

или

$$\nu_{eff} = \frac{u_c^2(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^2(y)}{\nu_i}} \quad (G.2b)$$

при

$$\nu_{eff} \leq \sum_{i=1}^N \nu_i, \quad (G.2c)$$

где $u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N u_i^2(y)$ (см. 5.1.3). Расширенная неопределенность $U_p = k_p u_c(y) = t_p(\nu_{eff}) u_c(y)$, таким образом, обеспечивает интервал $Y = y \pm U_p$, имеющий приблизительный уровень доверия p .

ПРИМЕЧАНИЯ

1 Если значение ν_{eff} , полученное из уравнения (G.2b), не является целым числом, что обычно будет иметь место на практике, то соответствующее значение t_p может быть найдено из таблицы G.2 путем интерполяции или путем уменьшения ν_{eff} до ближайшего целого числа.

2 Если входная оценка x_i сама получена из двух или более других оценок, то значение ν_i , которое следует использовать с $u_i^2(y) = [c_i^2 u^2(x_i)]^2$ в знаменателе уравнения (G.2b), есть число эффективных степеней свободы, рассчитанное из выражения, эквивалентного уравнению (G.2b).

3 В зависимости от нужд потенциальных пользователей результата измерения возможно полезно дополнительно к ν_{eff} рассчитать и сообщить также значения ν_{effA} и ν_{effB} , вычисленные из уравнения (G.2b) при отдельной обработке стандартных неопределенностей, полученных из оценивания по типу А и по типу В. Если вклады в $u_c^2(y)$ стандартных не-

определенностей, оцененных отдельно по типу А и В, обозначены, соответственно, как $u_{cA}^2(y)$ и $u_{cB}^2(y)$, то упомянутые величины связаны соотношениями:

$$u_c^2(y) = u_{cA}^2(y) + u_{cB}^2(y),$$

$$\frac{u_c^2(y)}{\nu_{eff}} = \frac{u_{cA}^2(y)}{\nu_{effA}} + \frac{u_{cB}^2(y)}{\nu_{effB}}.$$

ПРИМЕР - Допустим, что $Y = f(X_1, X_2, X_3) = bX_1X_2X_3$ и что оценки x_1, x_2, x_3 нормально распределенных входных величин X_1, X_2, X_3 суть арифметические средние от $n_1 = 10, n_2 = 5, n_3 = 15$ независимых повторных наблюдений соответственно, при относительных стандартных неопределенностях $u(x_1)/x_1 = 0,25\%$, $u(x_2)/x_2 = 0,57\%$, $u(x_3)/x_3 = 0,82\%$. В этом случае $c_i = \partial f / \partial x_i = Y/x_i$ (оцененные при x_1, x_2, x_3 - см. 5.1.3, примечание 1), $[u_c(y)/y]^2 = \sum_{i=1}^3 [u(x_i)/x_i]^2 = (1,03\%)^2$ (см. примечание 2 к 5.1.6) и уравнение (G.2b) становится:

$$\nu_{eff} = \frac{[u_c(y)/y]^4}{\sum_{i=1}^3 \frac{[u(x_i)/x_i]^4}{\nu_i}}$$

• Таким образом,

$$\nu_{eff} = \frac{1,03^4}{\frac{0,25^4}{10-1} + \frac{0,57^4}{5-1} + \frac{0,82^4}{15-1}} = 19,0.$$

Значение t_p для $p = 95\%$ и $\nu = 19$ (из таблицы G.2): $t_{95}(19) = 2,09$. Следовательно, относительная расширенная неопределенность для этого уровня доверия составляет $U_{95} = 2,09 \times (1,03\%) = 2,2$ процента. Можно, таким образом, утверждать, что $Y = y \pm U_{95} = y(1 \pm 0,022)$ (y определяется из $y = bx_1x_2x_3$), или, что $0,978 y \leq Y \leq 1,022 y$, или, что уровень доверия, связанный с этим интервалом, составляет приблизительно 95 процентов.

G.4.2 На практике $u_c(y)$ зависит от стандартных неопределенностей $u(x_i)$ входных оценок как нормально, так и не нормально распределенных входных величин, и $u(x_i)$ получают на основе

распределений вероятностей как основанных на частоте, так и *априорных* (т.е. как из оцененных по типу А, так и по типу В). Аналогичное утверждение применимо к оценке u и оценкам входных величин x_i , от которых u зависит. Тем не менее, распределение вероятностей функции $t = (y - Y)/u_c(y)$ может быть аппроксимировано t -распределением, если оно разложено в ряд Тейлора около ожидания. В действительности, это именно то, что достигается, в приближении самого низкого порядка по формуле Велча - Саттерсвейта, уравнение (G.2a) или уравнение (G.2b).

Возникает вопрос относительно числа степеней свободы, приписываемых стандартной неопределенности, оцененной по типу В, когда v_{eff} рассчитывается по уравнению (G.2b). Так как соответствующее определение числа степеней свободы предполагает, что v , как оно проявляется в t -распределении, является мерой неопределенности дисперсии $s^2(\bar{z})$, то уравнение (E.7) в E.4.3 может быть использовано для определения числа степеней свободы v_i :

$$v_i \approx \frac{1}{2} \frac{u^2(x_i)}{\sigma^2[u(x_i)]} \approx \frac{1}{2} \left[\frac{\Delta u(x_i)}{u(x_i)} \right]^{-2}. \quad (G.3)$$

Величина в больших скобках есть относительная неопределенность $u(x_i)$; для оценивания стандартной неопределенности по типу В - это субъективная величина, значение которой получают путем научного суждения, основанного на всей сумме доступной информации.

ПРИМЕР - Допустим, что кто-то знание о том, как определялась входная величина x_i и как оценивалась стандартная неопределенность $u(x_i)$, приводит к тому, что он считает, что значение $u(x_i)$ надежно примерно на 25 процентов. Это может означать, что относительная неопределенность составляет $\Delta u(x_i)/u(x_i) = 0,25$ и, следовательно, из уравнения (G.3) $v_i = (0,25)^{-2}/2 = 8$. Если вместо этого некто решил, что значение $u(x_i)$ надежно только примерно на 50 процен-

тов, тогда $v_i = 2$ (см. также таблицу E.1 в приложении E).

G.4.3 При обсуждении в 4.3 и 4.4 оценивания стандартной неопределенности по типу В на основе *априорного* распределения вероятностей в неявной форме допускалось, что значение $u(x_i)$, полученное в результате такого оценивания, известно точно. Например, когда $u(x_i)$ получают из прямоугольного распределения вероятностей с полушириной $a = (a_+ - a_-)/2$, как в 4.3.7 и 4.4.5, то $u(x_i) = a/\sqrt{3}$ рассматривается в качестве константы без неопределенности, т.к. a_+ и a_- , а, следовательно, и a рассматриваются именно так (но см. 4.3.9, примечание 2). Это означает, в соответствии с уравнением (G.3), что $v_i \rightarrow \infty$ или $1/v_i \rightarrow 0$, но это не создает никаких трудностей при оценивании по уравнению (G.2b). Кроме того, допущение, что $v_i \rightarrow \infty$ не является неизбежно нереалистичным; общей практикой является выбор a_- и a_+ таким образом, чтобы вероятность нахождения величины, представляющей интерес, вне интервала от a_- до a_+ была исчезающе малой.

G.5 Другие соображения

G.5.1 Выражение, встречаемое в литературе по вопросам оценивания неопределенности измерения и часто используемое для получения неопределенности, обеспечивающей 95 процентный интервал доверия, может быть записано, как:

$$U'_{95} = \left[t_{95}^2(v'_{eff})s^2 + 3u^2 \right]^{1/2}. \quad (G.4)$$

Здесь $t_{95}(v'_{eff})$ взято из t -распределения для числа степеней свободы v'_{eff} и $p = 95$ процентов; v'_{eff} - число эффективных степеней свободы, рассчитанное из формулы Велча-Саттерсвейта [уравнение (G.2b)] с учетом *только* тех составляющих стандартной неопределенности s_i , которые были оценены статистически на основе повторных наблюдений в осуществляемом измерении; $s^2 =$

$\sum c_i^2 s_i^2$; $c_i \equiv \partial/\partial x_i$; и $u^2 = \sum u^2(y) = \sum c_j^2 (a/3)$ оценивают все другие составляющие неопределенности, где предполагается, что $+a_j$ и $-a_j$ - точно известные верхняя и нижняя границы X_j относительно ее наилучшей оценки x_j (т.е. $x_j - a_j \leq X_j \leq x_j + a_j$).

ПРИМЕЧАНИЕ - Составляющая неопределенности, основанная на повторных наблюдениях, сделанных вне осуществляемого измерения, оценивается таким же образом как и любая другая составляющая, включенная в u^2 . Следовательно, для того, чтобы сделать содержательное сравнение уравнений (G.4) и (G.5) следующего подраздела, предполагается, что такие составляющие, если они присутствуют, пренебрежимо малы.

G.5.2 Если расширенная неопределенность, которая обеспечивает интервал с 95 процентным уровнем доверия, оценивается согласно методам, рекомендованным в G.3 и G.4, то результирующее выражение вместо уравнения (G.4) будет:

$$U_{95} = t_{95}(v_{eff}) \left[s^2 + u^2 \right]^{1/2}, \quad (G.5)$$

где v_{eff} рассчитывается из уравнения (G.2b) и расчет включает все составляющие неопределенности.

В большинстве случаев значение U_{95} из уравнения (G.5) будет больше, чем значение U'_{95} из уравнения (G.4), если предполагать, что при расчете по уравнению (G.5) все дисперсии по типу В получены из *априорных* прямоугольных распределений с такими же полуширинами, что и границы a_j , используемые для расчета u^2 из уравнения (G.4). Это можно понять, имея в виду, что, хотя $t_{95}(v'_{eff})$ в большинстве случаев будет несколько больше, чем $t_{95}(v_{eff})$, оба коэффициента близки к 2; и в уравнении (G.5) u^2 умножается на $t^2_p(v_{eff}) \approx 4$, тогда как в уравнении (G.4) оно умножается на 3. Хотя два эти выражения дают одинаковые значения U'_{95} и U_{95}

для $u^2 \ll s^2$, U'_{95} будет на 13 % меньше, чем U_{95} , если $u^2 \gg s^2$. Таким образом, в общем случае уравнение (G.4) дает неопределенность, обеспечивающую уровень доверия меньше, чем у интервала, заданного расширенной неопределенностью, рассчитанной из уравнения (G.5).

ПРИМЕЧАНИЯ

1 При предельном переходе $u^2/s^2 \rightarrow \infty$ и $v_{eff} \rightarrow \infty$ $U'_{95} \rightarrow 1,732 u$, тогда как $U_{95} \rightarrow 1,960 u$. В этом случае U'_{95} обеспечивает интервал, имеющий всего 91,7 процентный уровень доверия, в то время как U_{95} дает 95 процентный интервал. Этот случай приблизительно осуществляется на практике, когда составляющие, полученные из оценок верхней и нижней границ, доминируют, являются численно большими и имеют значения $u_j^2(y) = c_j^2 a_j^2 / 3$ сравнимого размера.

2 Для нормального распределения коэффициент охвата $k = \sqrt{3} \approx 1,732$ обеспечивает интервал с уровнем доверия $p = 91,673$ процента. Это значение p является устойчивым в том смысле, что оно в сравнении с любыми другими значениями оптимальным образом независимо от небольших отклонений распределения входных величин от нормального.

G.5.3 Бывает, что входная величина X_i распределена асимметрично - отклонения от ее ожидаемого значения одного знака более вероятны, чем отклонения другого знака (см. 4.3.8). Хотя это не имеет никакого значения при оценивании стандартной неопределенности $u(x_i)$ оценки x_i величины X_i и, значит, при оценивании $u_c(y)$, это, тем не менее, может повлиять на расчет U .

Обычно бывает удобно давать симметричный интервал $Y = y \pm U$, если интервал не такой, что существует значительная разница между отклонениями разных знаков. Если асимметрия X_i вызывает только небольшую асимметрию в распределении вероятностей, характеризуемом результатом измерения y и его суммарной стандартной

неопределенностью $u_c(y)$, то вероятность, потерянная на одной стороне при установлении симметричного интервала, компенсируется вероятностью, полученной на другой стороне. Альтернатива состоит в том, чтобы давать интервал, симметричный по вероятности (и, следовательно, асимметричный по U): вероятность того, что Y лежит ниже нижней границы $y - U_-$, равна вероятности того, что Y лежит выше верхней границы $y + U_+$. Но для того, чтобы устанавливать такие границы, потребуется больше информации, чем простые оценки y и $u_c(y)$ [и, следовательно, больше информации, чем просто оценки x_i и $u(x_i)$ каждой входной величины X_i].

G.5.4 Оценивание расширенной неопределенности U_p , данное здесь в значениях $u_c(y)$, v_{eff} и коэффициента $t_p(v_{eff})$ из t -распределения, является только аппроксимацией, и она имеет свои ограничения. Распределение $(y - Y)/u_c(y)$ дается t -распределением, только если распределение Y нормально, оценка y и ее суммарная стандартная неопределенность $u_c(y)$ являются независимыми и если распределение $u_c^2(y)$ есть χ^2 распределение. Введение v_{eff} [уравнение (G.2b)], имеет дело только с последней проблемой и обеспечивает приблизительное χ^2 распределение для $u_c^2(y)$; другая часть проблемы, возникающая из-за не нормальности распределения Y , требует рассмотрения более высоких моментов в дополнение к дисперсии.

G.6 Резюме и выводы

G.6.1 Коэффициент охвата k_p , который обеспечивает интервал с уровнем доверия p , близким к заданному, может быть найден, лишь когда имеются обширные знания о распределении вероятностей каждой входной величины, и эти распределения "объединены" для получения распределения выходной величины. Входные оценки x_i и их стандартные неопределенности $u(x_i)$

сами по себе являются недостаточными для этой цели.

G.6.2 Поскольку громоздкие вычисления, необходимые для "объединения" распределений вероятностей, редко оправдываются количеством и надежностью имеющейся информации, то допускается аппроксимация распределения выходной величины. Благодаря Центральной Предельной Теореме, обычно бывает достаточно допустить, что распределение вероятностей $(y - Y)/u_c(y)$ есть t -распределение, и принять $k_p = t_p(v_{eff})$ с коэффициентом t , основанном на числе эффективных степеней свободы v_{eff} для $u_c(y)$, полученном из формулы Велча - Саттерсвейта, уравнение (G.2b).

G.6.3 Чтобы получить v_{eff} из уравнения (G.2b), необходимо знать число степеней свободы v_i для каждой составляющей стандартной неопределенности. Для составляющей, оцененной по типу А, v_i получают из ряда независимых повторных наблюдений, на основе которых сделана оценка соответствующей входной величины, и из числа независимых величин, определяемых по этим наблюдениям (см. G.3.3). Для составляющей, оцененной по типу В, v_i получают из суждения о надежности значения этой составляющей [см. G.4.2 и уравнение (G.3)].

G.6.4 Таким образом, ниже приводится резюме предлагаемого метода расчета расширенной неопределенности $U_p = k_p u_c(y)$, предназначенной для обеспечения интервала $Y = y \pm U_p$, имеющего уровень доверия, приблизительно равный p :

- 1) Получите y и $u_c(y)$, как описано в разделах 4 и 5.
- 2) Вычислите v_{eff} из формулы Велча - Саттерсвейта, т.е. по уравнению (G.2b) (повторяемому здесь для удобства):

$$v_{eff} = \frac{u_c^2(y)}{\sum_{i=1}^n \frac{u_c^2(y)}{v_i}} \quad (G.2b)$$

Если $u(x_i)$ получено из оценивания по типу А, определите v_i , как указано в G.3.3. Если $u(x_i)$ получено из оценивания по типу В и его можно считать точно известным, что часто бывает на практике, то $v_i \rightarrow \infty$; в ином случае оцените v_i из уравнения (G.3).

3) Найдите t -коэффициент $t_p(v_{eff})$ для требуемого уровня доверия p из таблицы G.2. Если v_{eff} не целое число, то или интерполируйте, или уменьшите его до ближайшего целого числа.

4) Примите $k_p = t_p(v_{eff})$ и рассчитайте $U_p = k_p u_c(y)$.

G.6.5 В некоторых ситуациях, которые не должны слишком часто встречаться на практике, условия Центральной Предельной Теоремы могут быть выполнены не очень хорошо, и подход раздела G.6.4 может привести к неприемлемому результату. Например, если в $u_c(y)$ доминирует составляющая неопределенности, оцененная из прямоугольного распределения, границы которого по допущению точно известны, возможно [если $t_p(v_{eff}) > \sqrt{3}$], что $y + U_p$ и $y - U_p$, т.е. верхняя и нижняя границы интервала, определенного U_p , могли бы лежать вне границ распределения вероятностей выходной величины Y . С такими случаями следует иметь дело на индивидуальной основе, но часто они поддаются приближительному анализу (включая, например, свертывание нормального распределения с прямоугольным [10]).

G.6.6 Для многих практических случаев измерений в широком диапазоне областей преобладают следующие условия:

- оценку y измеряемой величины Y получают из оценок x_i значительного числа входных величин X_i , которые описываются хорошо ведущими се-

бя распределениями вероятностей (такими, как нормальное и прямоугольное);

- стандартные неопределенности $u(x_i)$ этих оценок, которые могут быть получены как из оценивания по типу А, так и из оценивания по типу В, дают сопоставимые вклады в суммарную стандартную неопределенность $u_c(y)$ результата измерения y ;
- линейная аппроксимация, предполагаемая законом распространения неопределенностей, - адекватна (см. 5.1.2 и E.3.1);
- неопределенность $u_c(y)$ достаточно мала, так как число эффективных степеней свободы v_{eff} имеет значительную величину, скажем - больше 10.

При таких обстоятельствах можно допустить, что распределение вероятностей, характеризующее результатом измерения и его суммарной стандартной неопределенностью, может считаться нормальным, благодаря Центральной Предельной Теореме; и $u_c(y)$ может быть принята как разумно надежная оценка стандартного отклонения этого нормального распределения из-за значительной величины v_{eff} . Следовательно, принимая во внимание обсуждение, проведенное в данном приложении, и подчеркивая рассуждения о приближительном характере процедуры оценивания неопределенности и непрактичности попыток различать интервалы с разницей уровней доверия в 1 или 2 процента, можно поступать следующим образом:

Примите $k = 2$ и предположите, что $U = 2u_c(y)$ определяет интервал, имеющий уровень доверия приблизительно 95 процентов; или, для более критических приложений, $k = 3$ и $U = 3u_c(y)$ определяет интервал, имеющий уровень доверия приблизительно 99 процентов.

Хотя этот подход пригоден для многих практических измерений, его применимость к каждому конкретному измерению будет зависеть от того, насколько

близко $k = 2$ к $t_{95}(v_{eff})$ или $k = 3$ к $t_{99}(v_{eff})$; то есть, насколько близок уровень доверия для интервала, определенного $U = 2u_c(y)$ или $U = 3u_c(y)$ к 95 или 99 процентам соответственно. Хотя для $v_{eff} = 11$ $k = 2$ и $k = 3$ недооценивает $t_{95}(11)$ и $t_{99}(11)$ всего на 10 и 4 процента соответственно (см. таблицу G.2), в некоторых случаях это может быть неприемлемо. Далее, для всех значений v_{eff} , больших 13, $k = 3$ определяет интервал с уровнем доверия, большим, чем 99

процентов (см. таблицу G.2, которая также показывает, что для $v_{eff} \rightarrow \infty$ уровни доверия для интервалов, определяемых $k = 2$ и $k = 3$, суть 95,45 и 99,73 процентов соответственно). Таким образом, на практике то, какого размера v_{eff} и что требуется от расширенной неопределенности, будет определять, может ли быть использован данный подход.

Таблица G.2 - Значения $t_p(\nu)$ из t -распределения для числа степеней свободы ν , которые определяют интервал от $-t_p(\nu)$ до $+t_p(\nu)$, покрывающий часть p этого распределения

Число степеней свободы ν	Часть p в процентах					
	68,27 ^(a)	90	95	95,45 ^(a)	99	99,73 ^(a)
1	1,84	6,31	12,71	13,97	63,66	235,80
2	1,32	2,92	4,30	4,53	9,92	19,21
3	1,20	2,35	3,18	3,31	5,84	9,22
4	1,14	2,13	2,78	2,87	4,60	6,62
5	1,11	2,02	2,57	2,65	4,03	5,51
6	1,09	1,94	2,45	2,52	3,71	4,90
7	1,08	1,89	2,36	2,43	3,50	4,53
8	1,07	1,86	2,31	2,37	3,36	4,28
9	1,06	1,83	2,26	2,32	3,25	4,09
10	1,05	1,81	2,23	2,28	3,17	3,96
11	1,05	1,80	2,20	2,25	3,11	3,85
12	1,04	1,78	2,18	2,23	3,05	3,76
13	1,04	1,77	2,16	2,21	3,01	3,69
14	1,04	1,76	2,14	2,20	2,98	3,64
15	1,03	1,75	2,13	2,18	2,95	3,59
16	1,03	1,75	2,12	2,17	2,92	3,54
17	1,03	1,74	2,11	2,16	2,90	3,51
18	1,03	1,73	2,10	2,15	2,88	3,48
19	1,03	1,73	2,09	2,14	2,86	3,45
20	1,03	1,72	2,09	2,13	2,85	3,42
25	1,02	1,71	2,06	2,11	2,79	3,33
30	1,02	1,70	2,04	2,09	2,75	3,27
35	1,01	1,70	2,03	2,07	2,72	3,23
40	1,01	1,68	2,02	2,06	2,70	3,20
45	1,01	1,68	2,01	2,06	2,69	3,18
50	1,01	1,68	2,01	2,05	2,68	3,16
100	1,005	1,660	1,984	2,025	2,626	3,077
∞	1,000	1,645	1,960	2,000	2,576	3,000

^(a) Для величины z , описываемой нормальным распределением с ожиданием μ_z и стандартным отклонением σ , интервал $\mu_z \pm k\sigma$ покрывает $p = 68,27; 95,45$ и $99,73$ процентов распределения для $k = 1, 2$ и 3 соответственно.

Приложение Н

Примеры

В этом приложении приводятся 6 примеров от Н.1 до Н.6, которые детально проработаны, чтобы проиллюстрировать основные принципы, представленные в этом *Руководстве* для оценивания и выражения неопределенности измерения. Вместе с примерами, включенными в основной текст, а также в некоторые другие приложения, они должны дать возможность пользователям данного *Руководства* внедрить эти принципы в практику своей собственной работы.

Поскольку примеры даются в качестве иллюстрации, то по необходимости они были упрощены. Кроме того, так как сами примеры и числовые данные, используемые в них, выбирались, в основном, таким образом, чтобы продемонстрировать основные принципы этого *Руководства*, то ни приведенные примеры, ни эти данные необязательно должны интерпретироваться как описывающие реальные измерения. Хотя данные используются в том виде, как приведены, чтобы предотвратить погрешности округления, в промежуточных вычислениях сохраняется больше цифр, чем обычно показывают. Таким образом, указанный результат вычисления, включающий несколько величин, может слегка отличаться от результата, вытекающего из численных значений, приведенных в тексте для этих величин.

Ранее в этом *Руководстве* указывалось, что классификация методов вычисления составляющих неопределенности по типу А и В используется только для удобства; она не требуется для определения суммарной стандартной неопределенности или расширенной неопределенности результата измерения, так

как все составляющие неопределенности, как бы они не оценивались, рассматриваются одним и тем же образом (см. 3.3.4, 5.1.2 и Е 3.7). Таким образом, в примерах метод, используемый для оценивания конкретной составляющей неопределенности, не идентифицирует составляющую специально по ее типу. Однако из обсуждения будет ясно, получена составляющая из оценивания по типу А или В.

Н.1 Калибровка концевой меры длины

Этот пример показывает, что даже явно простая задача измерения может включать тонкие аспекты оценивания неопределенности.

Н.1.1 Измерительная задача

Длину концевой меры номинальной длиной 50 мм определяют путем сравнения ее с известным эталоном той же самой номинальной длины. Прямой результат сличения этих двух концевых мер длины есть разница d в их длинах:

$$d = l(1 + \alpha\theta) - l_s(1 + \alpha_s\theta_s), \quad (\text{Н.1})$$

где

l - измеряемая величина, т.е. длина при 20°C калибруемой концевой меры длины;

l_s - длина эталона при 20°C, приведенная в сертификате о калибровке;

α и α_s - коэффициенты теплового расширения калибруемой концевой меры длины и эталона соответственно;

θ и θ_S - отклонения температуры от исходной 20° С концевой меры длины и эталона соответственно.

Н.1.2 Математическая модель

Исходя из уравнения (Н.1), измеряемая величина дается уравнением:

$$l = \frac{l_S(1 + \alpha_S \theta_S) + d}{1 + \alpha \theta} \quad (\text{Н.2})$$

$$= l_S + d + l_S(\alpha_S \theta_S - \alpha \theta) + \dots$$

Если разность температуры между калибруемой концевой мерой и эталоном записать в виде $\delta\theta = \theta - \theta_S$, а разность их коэффициентов теплового расширения, как $\delta\alpha = \alpha - \alpha_S$, то уравнение (Н.2) принимает вид:

$$l = f(l_S, d, \alpha_S, \theta, \delta\alpha, \delta\theta) \quad (\text{Н.3})$$

$$= l_S + d - l_S[\delta\alpha \cdot \theta + \alpha_S \delta\theta].$$

Результаты оценивания показали, что разности $\delta\theta$ и $\delta\alpha$ равны нулю, но не их неопределенности; предполагается, что $\delta\alpha$, α_S , $\delta\theta$, θ являются некоррелированными (если бы измеряемая величина была выражена через переменные θ , θ_S , α и α_S , то было бы необходимо включить корреляцию между θ и θ_S и между α и α_S).

Таким образом, из уравнения (Н.3) следует, что оценку значения измеряемой величины l можно получить из простого выражения $l_S + \bar{d}$, где l_S - длина эталона при 20°С, приведенная в сертификате о калибровке, а \bar{d} - оценена по \bar{d} , среднему арифметическому из $n = 5$ независимых повторных наблюдений. Суммарную стандартную неопределенность $u_c(l)$ значения l получают, подставив уравнение (10), приведенное в 5.1.2, в уравнение (Н.3), как описано ниже.

ПРИМЕЧАНИЕ - В этом и других примерах для простоты обозначения один и

тот же символ используется для величины и ее оценки.

Н.1.3 Влияющие дисперсии

Соответствующие аспекты этого примера, описанные здесь и в следующих подразделах, суммированы в таблице Н.1.

Так как предполагается, что $\delta\alpha = 0$ и $\delta\theta = 0$, то подстановка уравнения (10) из 5.1.2 в уравнение (Н.3) дает

$$u_c^2(l) = c_S^2 u^2(l_S) + c_d^2 u^2(d) + c_{\alpha_S}^2 u^2(\alpha_S) + c_{\theta}^2 u^2(\theta) + c_{\delta\alpha}^2 u^2(\delta\alpha) + c_{\delta\theta}^2 u^2(\delta\theta), \quad (\text{Н.4})$$

где

$$c_S = \partial f / \partial l_S = 1 - (\delta\alpha \cdot \theta + \alpha_S \cdot \delta\theta) = 1,$$

$$c_d = \partial f / \partial d = 1,$$

$$c_{\alpha_S} = \partial f / \partial \alpha_S = -l_S \delta\theta = 0,$$

$$c_{\theta} = \partial f / \partial \theta = -l_S \delta\alpha = 0,$$

$$c_{\delta\alpha} = \partial f / \partial \delta\alpha = -l_S \theta,$$

$$c_{\delta\theta} = \partial f / \partial \delta\theta = -l_S \alpha_S$$

и, таким образом,

$$u_c^2(l) = u^2(l_S) + u^2(d) \quad (\text{Н.5})$$

$$+ l_S^2 \theta^2 u^2(\delta\alpha) + l_S^2 \alpha_S^2 u^2(\delta\theta).$$

Н.1.3.1 Неопределенность калибровки эталона, $u(l_S)$

Сертификат о калибровке дает в качестве расширенной неопределенности эталона $U = 0,075$ мкм и указывает, что это значение было получено с использованием коэффициент охвата $k=3$. Тогда стандартная неопределенность есть:

$$u(l_S) = (0,075 \text{ мкм}) / 3 = 25 \text{ нм}.$$

Н.1.3.2 Неопределенность измеренной разности длин, $u(l_S)$

Суммарное экспериментальное стандартное отклонение, характеризующее

сличение l и l_s , определялось из изменчивости 25 независимых повторных наблюдений разности длин двух концевых мер и составило 13 нм. При сличениях в этом примере проводилось 5 повторных наблюдений. Стандартная неопределенность, связанная со средним арифметическим этих показаний, тогда есть (см. 4.2.4):

$$u(\bar{d}) = s(\bar{d}) = (13 \text{ нм}) / \sqrt{5} = 5,8 \text{ нм}.$$

Согласно свидетельству о калибровке компаратора, используемого для сличения l и l_s , его неопределенность, "обусловленная случайными погрешностями", составляет $\pm 0,01$ мкм при уровне доверия 95 процентов и основана на 6 повторных измерениях; таким образом, стандартная неопределенность, с использованием t -коэффициента $t_{95}(5) = 2,57$ для $\nu = 6 - 1 = 5$ степеней свободы (см. приложение G, таблица G.2), будет:

$$u(d_1) = (0,01 \text{ мкм}) / 2,57 = 3,9 \text{ нм}.$$

Неопределенность компаратора, "обусловленная систематическими погрешностями", в сертификате дается равной 0,02 мкм на "уровне трех сигма". Поэтому стандартную неопределенность, вызванную этой причиной, можно принять, как:

$$u(d_2) = (0,02 \text{ мкм}) / 3 = 6,7 \text{ нм}.$$

Общий вклад получают из суммы оцененных дисперсий:

$$u^2(d) = u^2(\bar{d}) + u^2(d_1) + u^2(d_2) = 93 \text{ нм}^2$$

или

$$u(d) = 9,7 \text{ нм}.$$

Н.1.3.3 Неопределенность коэффициента теплового расширения, $u(\alpha_s)$

Коэффициент теплового расширения эталонной концевой меры длины дается, как $\alpha_s = 11,5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ с неопределенностью, представленной прямоугольным распределением с границами $\pm 2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$. Тогда стандартная неопределенность (см. уравнение (7) в 4.3.7):

$$\begin{aligned} u(\alpha_s) &= (2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}) / \sqrt{3} = \\ &= 1,2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}. \end{aligned}$$

Поскольку $c_{\alpha_s} = \partial l / \partial \alpha_s = -l_s \delta \theta = 0$, как указано в Н.1.3, эта неопределенность ничего не вносит в неопределенность l первого порядка. Однако она вносит в нее вклад второго порядка, что обсуждается в Н.1.7.

Н.1.3.4 Неопределенность отклонения температуры концевой меры длины, $u(\theta)$

Утверждается, что температура испытательной ванны поддерживается $(19,9 \pm 0,5) \text{ } ^\circ\text{C}$; при этом температура в момент отдельного наблюдения не записывается. Говорится, что указанное максимальное отклонение $\Delta = 0,5 \text{ } ^\circ\text{C}$ представляет собой амплитуду приблизительно циклического изменения температуры в термостатической системе, а не неопределенность средней температуры. Значение отклонения средней температуры

$$\bar{\theta} = 19,9 \text{ } ^\circ\text{C} - 20 \text{ } ^\circ\text{C} = -0,1 \text{ } ^\circ\text{C}$$

само имеет стандартную неопределенность, обусловленную неопределенностью средней температуры испытательной ванны:

$$u(\bar{\theta}) = 0,2 \text{ } ^\circ\text{C},$$

Таблица Н.1 - Сводная таблица составляющих стандартной неопределенности

Составляющая стандартной неопределенности $u(x_i)$	Источник неопределенности	Значение стандартной неопределенности $u(x_i)$	$c_i \equiv \partial f / \partial x_i$	$u_i(l) \equiv c_i u(x_i)$ (нм)	Степени свободы
$u(l_s)$	Калибровка эталонной концевой меры	25 нм	1	25	18
$u(d)$	Измеренное расхождение между концевыми мерами длины	9,7 нм	1	9,7	25,6
$u(\bar{d})$	повторные наблюдения	5,8 нм			24
$u(d_1)$	случайные эффекты компаратора	3,9 нм			5
$u(d_2)$	систематические эффекты компаратора	6,7 нм			8
$u(\alpha_s)$	Коэффициент теплового расширения эталонной концевой меры длины	$1,2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	0	0	
$u(\theta)$	Температура испытательной ванны	0,41 $^\circ\text{C}$	0	0	
$u(\bar{\theta})$	Средняя температура ванны	0,2 $^\circ\text{C}$			
$u(\Delta)$	Циклическое изменение температуры в комнате	0,35 $^\circ\text{C}$			
$u(\delta\alpha)$	Разность коэффициентов расширения концевых мер длины	$0,58 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	$-l_s\theta$	2,9	50
$u(\delta\theta)$	Разность температур концевых мер длины	0,029 $^\circ\text{C}$	$-l_s\alpha_s$	16,6	2
$u_c^2(l) = \sum u_i^2(l) = 1002 \text{ нм}^2$ $u_c(l) = 32 \text{ нм}$ $\nu_{eff}(l) = 16$					

в то время как циклическое изменение во времени создает U - образное (арксинусное) распределение температур, дающее в результате стандартную неопределенность

$$u(\Delta) = (0,5^\circ\text{C}) / \sqrt{2} = 0,35^\circ\text{C}.$$

Отклонение температуры θ можно взять равным $\bar{\theta}$, и стандартная неопределенность получается из уравнения:

$$u^2(\theta) = u^2(\bar{\theta}) + u^2(\Delta) = 0,165^\circ\text{C}^2,$$

которое дает

$$u(\theta) = 0,41^\circ\text{C}.$$

Так как $c_\theta = \partial f / \partial \theta = -l_s \delta\alpha = 0$, как указано в Н.1.3, то эта неопределенность также не вносит никакого вклада в неопределенность l в первом порядке, но она вносит вклад второго порядка, что описано в Н.1.7.

Н.1.3.5 Неопределенность разности коэффициентов расширения, $u(\delta\alpha)$

Оцененные границы для изменчивости $\delta\alpha$ следующие: $\pm 1 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ с равной вероятностью того, что $\delta\alpha$ будет иметь любое значение в пределах этих границ. Стандартная неопределенность равняется

$$u(\delta\alpha) = (1 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}) / \sqrt{3} = 0,58 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}.$$

Н.1.3.6 Неопределенность разности температур концевых мер длины, $u(\delta\theta)$

Предполагают, что эталонная и испытываемая концевые меры длины находятся при одной и той же температуре, но разность температур с одинаковой вероятностью может иметь любое значение в оцененном интервале от $-0,05 \text{ }^\circ\text{C}$ до $+0,05 \text{ }^\circ\text{C}$. Стандартная неопределенность равняется:

$$u(\delta\theta) = (0,05 \text{ }^\circ\text{C}) / \sqrt{3} = 0,029 \text{ }^\circ\text{C}.$$

Н.1.4 Суммарная стандартная неопределенность

Суммарную стандартную неопределенность $u_c(l)$ вычисляют из уравнения (Н.5). Собирают отдельные члены, подставляют в это выражение и получают:

$$\begin{aligned} u_c^2(l) &= (25 \text{ нм})^2 + (9,7 \text{ нм})^2 \quad (\text{Н.6a}) \\ &+ (0,05 \text{ м})^2 (-0,1 \text{ }^\circ\text{C})^2 (0,58 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1})^2 \\ &+ (0,05 \text{ м})^2 (11,5 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1})^2 (0,029 \text{ }^\circ\text{C})^2 \\ &= (25 \text{ нм})^2 + (9,7 \text{ нм})^2 \quad (\text{Н.6b}) \\ &+ (2,9 \text{ нм})^2 + (16,6 \text{ нм})^2 = 1002 \text{ нм}^2 \end{aligned}$$

или

$$u_c(l) = 32 \text{ нм}. \quad (\text{Н.6c})$$

Очевидно, что доминирующей составляющей неопределенности является неопределенность эталона, $u(l_s) = 25 \text{ нм}$.

Н.1.5 Окончательный результат

Сертификат о калибровке эталонной концевой меры длины дает $l_s = 50,000623 \text{ мм}$ как ее длину при 20°C . Среднее арифметическое \bar{d} пяти повторных наблюдений разности длин неизвестной и эталонной концевых мер составляет 215 нм . Таким образом, т.к. $l = l_s + \bar{d}$ (см. Н.1.2), то длина l неизвестной концевой меры длины при 20°C составляет $50,000838 \text{ мм}$. Исходя из 7.2.2, окончательный результат можно представить в следующем виде:

$l = 50,000838 \text{ мм}$ с суммарной стандартной неопределенностью $u_c = 32 \text{ нм}$. Соответствующая относительная суммарная стандартная неопределенность составляет $u_c/l = 6,4 \times 10^{-7}$.

Н.1.6 Расширенная неопределенность

Предположим, что требуется получить расширенную неопределенность $U_{99} = k_{99}u_c(l)$, которая обеспечивает интервал с уровнем доверия приблизительно 99 процентов. Процедура, которую надо использовать, та же самая, что обобщена в Г.6.4, а требуемые степени свободы указаны в таблице Н.1. Они были получены следующим образом:

- 1) *Неопределенность калибровки эталона, $u(l_s)$* [Н.1.3.1]. В сертификате о калибровке указывается, что число эффективных степеней свободы суммарной стандартной неопределенности, для которого была получена указанная расширенная неопределенность, составляет $\nu_{\text{eff}}(l_s) = 18$.
- 2) *Неопределенность измеренной разности длин, $u(d)$* [Н.1.3.2]. Хотя \bar{d} было получено из пяти повторных наблюдений, потому что $u(\bar{d})$ получено из суммарного экспериментального стандартного отклонения, основанного на 25 наблюдениях,

число степеней свободы $u(\bar{d})$ составляет $\nu(\bar{d})=25-1=24$ (см. Н.3.6, примечание). Число степеней свободы $u(d_1)$ неопределенности, обусловленной случайными эффектами на компараторе, составляет $\nu(d_1)=6-1=5$, так как d_1 было получено из шести повторных измерений. Можно предположить, что значение неопределенности $\pm 0,02$ мкм для систематических эффектов, обусловленных компаратором, является надежным на 25 процентов и, таким образом, число степеней свободы из уравнения (G.3) в G.4.2 есть $\nu(d_2)=8$ (см. пример в G.4.2). Тогда число эффективных степеней свободы $u(d)$, $\nu_{eff}(d)$, получают из уравнения (G.2b), приведенного в G.4.1:

$$\nu_{eff}(d) = \frac{[u^2(\bar{d}) + u^2(d_1) + u^2(d_2)]^2}{\frac{u^4(\bar{d})}{\nu(\bar{d})} + \frac{u^4(d_1)}{\nu(d_1)} + \frac{u^4(d_2)}{\nu(d_2)}} = \frac{(9,7\text{нм})^4}{\frac{(5,8\text{нм})^4}{24} + \frac{(3,9\text{нм})^4}{5} + \frac{(6,7\text{нм})^4}{8}} = 25,6$$

- 3) *Неопределенность разности коэффициентов расширения, $u(\delta\alpha)$ [Н.1.3.5].* Оцененные границы $\pm 1 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ для изменчивости $\delta\alpha$ полагают надежными на 10 процентов. Это дает из уравнения (G.3) в G.4.2 $\nu(\delta\alpha)=50$.
- 4) *Неопределенность разности температур концевых мер длины, $u(\delta\theta)$ [Н.1.3.6].* Предполагается, что оцененный интервал от $-0,05^\circ\text{C}$ до $+0,05^\circ\text{C}$ для разности температур $\delta\theta$ является надежным только на 50 процентов, что из уравнения (G.3) в G.4.2 дает $\nu(\delta\theta)=2$.

Вычисление $\nu_{eff}(l)$ из уравнения (G.2b) в G.4.1 осуществляется точно таким же образом, как и вычисление $\nu_{eff}(d)$ в 2),

описанном выше. Таким образом, из уравнения (Н.6b) и (Н.6с) и значений для ν , данных в 1)÷4),

$$\nu_{eff}(l) = \frac{(32\text{нм})^4}{\frac{(25\text{нм})^4}{18} + \frac{(9,7\text{нм})^4}{25,6} + \frac{(2,9\text{нм})^4}{50} + \frac{(16,6\text{нм})^4}{2}} = 16,7.$$

Для получения требуемой расширенной неопределенности это значение уменьшается до следующего меньшего целого числа, $\nu_{eff}(l)=16$. Затем, из таблицы G.2 в приложении G следует, что $t_{99}(16) = 2,92$, и поэтому $U_{99} = t_{99}(16)u_c(l) = 2,92 \times (32 \text{ нм}) = 93 \text{ нм}$. Согласно 7.2.4 окончательный результат измерения может быть указан, как:

$l = (50,000\ 838 \pm 0,000\ 093) \text{ мм}$, где число, следующее за символом \pm , есть численное значение расширенной неопределенности $U = ku_c$, а U определяется из суммарной стандартной неопределенности $u_c = 32 \text{ нм}$ и коэффициента охвата $k = 2,92$, основанного на t -распределении для $\nu = 16$ степеней свободы, и определяет оцененный интервал с уровнем доверия 99 процентов. Соответствующая относительная расширенная неопределенность составляет $U/l = 1,9 \times 10^{-6}$.

Н.1.7 Члены второго порядка

В примечании к 5.1.2 указывается, что уравнение (10), которое используется в этом примере для получения суммарной стандартной неопределенности $u_c(l)$, должно быть дополнено, когда нелинейность функции $Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$ настолько значительна, что членами второго порядка в разложении в ряд Тейлора нельзя пренебречь. Именно такой является ситуация в этом примере и поэтому оценка $u_c(l)$, описанная выше, не является полной. Применение выражения, данного в примечании к 5.1.2, в уравнении (Н.3) добавляет два

члена второго порядка, которыми нельзя пренебречь, к уравнению (Н.5). Эти члены, которые возникают из члена второй степени в выражении, приведенном в примечании, следующие:

$$l_s^2 u^2(\delta\alpha) u^2(\theta) + l_s^2 u^2(\alpha_s) u^2(\delta\theta),$$

но только первый из этих членов вносит значимый вклад в $u_c(l)$:

$$l_s u(\delta\alpha) u(\theta) = (0,05 \text{ м}) (0,58 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}) \times (0,41 \text{ }^\circ\text{C}) = 11,7 \text{ нм},$$

$$l_s u(\alpha_s) u(\delta\theta) = (0,05 \text{ м}) (1,2 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}) \times (0,029 \text{ }^\circ\text{C}) = 1,7 \text{ нм}.$$

Члены второго порядка увеличивают $u_c(l)$ с 32 нм до 34 нм.

Н.2 Одновременное измерение активного и реактивного сопротивлений

Этот пример демонстрирует обработку множества измеряемых величин или выходных величин, определяемых одновременно при одном и том же измерении, и корреляцию их оценок. В примере рассматриваются только случайные изменения наблюдений; в действительной практике неопределенности поправок на систематические эффекты также будут вносить вклад в неопределенность результатов измерения. Данные анализируются двумя различными способами, но оба дают, по существу, одни и те же цифровые значения.

Н.2.1 Измерительная задача

Активное сопротивление R и реактивное сопротивление X элемента цепи определяют путем измерения амплитуды V синусоидально изменяющейся разности потенциалов на его выводах, амплитуды I переменного тока, проходящего через него, и угла сдвига фаз Φ переменной разности потенциалов относительно переменного тока. Таким образом, тремя входными величинами являются V , I и Φ , а тремя выходными (измеряемыми) величинами являются три составляющие импеданса: R , X и Z . Так как $Z^2 = R^2 + X^2$, то имеется только две независимые выходные величины.

Н.2.2 Математическая модель и данные

Измеряемые величины связаны с входными величинами законом Ома:

$$R = \frac{V}{I} \sin \Phi; X = \frac{V}{I} \cos \Phi; Z = \frac{V}{I} \quad (\text{Н.7})$$

Предполагается, что пять независимых рядов одновременных наблюдений этих трех входных величин V , I и Φ получены в одинаковых условиях (см. В.2.15), а результаты этих наблюдений приведены в таблице Н.2. Здесь же даны

средние арифметические наблюдений и экспериментальные стандартные отклонения этих средних, вычисленные из уравнений (3) и (5) в 4.2. Средние значения берутся в качестве наилучших оценок ожидаемых значений входных величин, а экспериментальные стандартные отклонения являются стандартными неопределенностями этих средних.

Вследствие того, что средние значения \bar{V} , \bar{I} и $\bar{\Phi}$ получают из одновременных наблюдений, они коррелированы, и эти корреляции должны приниматься во внимание при вычислении стандартных неопределенностей измеряемых величин R , X и Z . Требуемые коэффициенты корреляции легко получают из уравнения (14) в 5.2.2, используя значения $s(\bar{V}, \bar{I})$, $s(\bar{V}, \bar{\Phi})$ и $s(\bar{I}, \bar{\Phi})$, вычисленные из уравнения (17) в 5.2.3. Результаты включены в таблицу Н.2, где следует помнить, что $r(x_i, x_j) = r(x_j, x_i)$ и $r(x_i, x_i) = 1$.

Н.2.3 Результаты: первый способ анализа

Результаты анализа данных первым способом сведены в таблицу Н.3.

Значения трех измеряемых величин R , X и Z получают из зависимостей, данных в уравнении (Н.7), используя средние значения \bar{V} , \bar{I} и $\bar{\Phi}$, приведенные в таблице Н.2 для V , I и Φ . Стандартные неопределенности R , X и Z получают из уравнения (16) в 5.2.2, т.к., как указывалось выше, входные величины \bar{V} , \bar{I} и $\bar{\Phi}$ коррелированы. В качестве примера рассмотрим $Z = \bar{V}/\bar{I}$. При отождествлении \bar{V} с x_1 , \bar{I} с x_2 и f с $Z = \bar{V}/\bar{I}$ уравнение (16) в 5.2.2 для суммарной неопределенности Z дает:

$$u_c^2(Z) = \left[\frac{1}{\bar{I}} \right]^2 u^2(\bar{V}) + \left[\frac{\bar{V}}{\bar{I}^2} \right]^2 u^2(\bar{I}) \quad (\text{Н.8a}) \\ + 2 \left[\frac{1}{\bar{I}} \right] \left[- \frac{\bar{V}}{\bar{I}^2} \right] u(\bar{V}) u(\bar{I}) r(\bar{V}, \bar{I})$$

$$= Z^2 \left[\frac{u(\bar{V})}{\bar{V}} \right]^2 + Z^2 \left[\frac{u(\bar{I})}{\bar{I}} \right]^2 \quad (\text{H.8b})$$

$$- 2Z^2 \left[\frac{u(\bar{V})}{\bar{V}} \right] \left[\frac{u(\bar{I})}{\bar{I}} \right] r(\bar{V}, \bar{I})$$

или

$$u_{c,r}^2(\bar{Z}) = u_r^2(\bar{V}) + u_r^2(\bar{I}) \quad (\text{H.8c})$$

$$- 2u_r(\bar{V})u_r(\bar{I})r(\bar{V}, \bar{I}),$$

где $u(\bar{V}) = s(\bar{V})$, $u(\bar{I}) = s(\bar{I})$, а подстрочный индекс "r" в последнем выражении показывает, что u является относительной неопределенностью. Подставив соответствующие числовые

значения из таблицы Н.2 в уравнение (H.8a), получаем $u_c(\bar{Z})=0,236 \Omega$.

Поскольку эти три измеряемые или выходные величины зависят от тех же самых входных величин, то они тоже коррелированы. Элементы ковариационной матрицы, которая описывает эту корреляцию, можно записать, в общем случае, как:

$$u(y_l, y_m) = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \frac{\partial y_l}{\partial x_i} \frac{\partial y_m}{\partial x_j} u(x_i)u(x_j)r(x_i, x_j), \quad (\text{H.9})$$

Таблица Н.2 - Значения входных величин V , I и Φ , полученные из пяти рядов наблюдений

Номер ряда k	Входные величины		
	V (В)	I (мА)	Φ (рад)
1	5,007	19,663	1,0456
2	4,994	19,639	1,0438
3	5,005	19,640	1,0468
4	4,990	19,685	1,0428
5	4,999	19,678	1,0433
Среднее арифметическое	$\bar{V} = 4,9990$	$\bar{I} = 19,6610$	$\bar{\Phi} = 1,04446$
Экспериментальное стандартное отклонение среднего	$s(\bar{V}) = 0,0032$	$s(\bar{I}) = 0,0095$	$s(\bar{\Phi}) = 0,00075$
Коэффициенты корреляции			
$r(\bar{V}, \bar{I}) = -0,36$			
$r(\bar{V}, \bar{\Phi}) = 0,86$			
$r(\bar{I}, \bar{\Phi}) = -0,65$			

где $y_l = f_l(x_1, x_2, \dots, x_N)$ и $y_m = f_m(x_1, x_2, \dots, x_N)$. Уравнение (H.9) является обобщением уравнения (F.2) в F.1.2.3, когда q_l в этом выражении коррелированы. Оцененные коэффициенты корреляции выходных величин, как указано в уравнении (14) в 5.2.2, определяются следующим образом: $r(y_l, y_m) = u(y_l, y_m) / (u(y_l)u(y_m))$. Следует признать, что диагональные

элементы ковариационной матрицы $u(y_l, y_l) = u^2(y_l)$ являются оценками дисперсий выходных величин y_l (см. 5.2.2, примечание 2) и что для $m=l$ уравнение (H.9) идентично уравнению (16) в 5.2.2.

Чтобы применить уравнение (H.9) к настоящему примеру, принимаются следующие обозначения:

$$y_l = R \quad x_1 = \bar{V} \quad u(x_i) = s(x_i)$$

$$y_2=X \quad x_2=\bar{I} \quad N=3$$

$$y_3=Z \quad x_3=\bar{\Phi}$$

Результаты вычислений R , X и Z , оценок их дисперсий и коэффициентов корреляции даны в таблице Н.3.

Н.2.4 Результаты: второй способ анализа

Результаты анализа данных вторым способом сведены в таблицу Н.4.

Так как данные были получены в виде пяти рядов наблюдений трех входных величин V , I и Φ , то можно вычислить значения R , X и Z из *каждого* ряда входных данных, а затем взять среднее арифметическое этих пяти значений для получения наилучших оценок R , X и Z . Экспериментальное стандартное отклонение каждого среднего значения (которое является его суммарной стандартной неопределенностью) затем вычисляются из пяти отдельных значений обычным способом [уравнение (5) в 4.2.3]; и оцененные ковариации этих трех средних значений вычисляют, используя уравнение (17) в 5.2.3 непосредственно к пяти отдельным значениям, из которых получают каждое среднее значение. В результатах, полученных этими двумя способами, нет расхождений в значениях выходных величин, стандартных неопределенностей и оценок ковариаций, за исключением эффектов второго порядка, связанных с заменой таких членов как \bar{V}/\bar{I} или $\cos \bar{\Phi}$ на $\sqrt{\bar{V}/\bar{I}}$ или $\overline{\cos \Phi}$.

Чтобы продемонстрировать этот способ, в таблице Н.4 даны значения R , X и Z , вычисленные в каждом из пяти рядов наблюдений. Затем средние арифметические, стандартные неопределенности и оцененные коэффициенты корреляции непосредственно вычислялись из этих отдельных значений. Числовые результаты, полученные таким образом,

незначительно отличаются от результатов, данных в таблице Н.3.

По терминологии примечания к 4.1.4 второй способ является примером получения оценки y из $\bar{Y} = (\sum_{k=1}^n Y_k) / n$, в то время как первый способ является примером получения y из $y = f(\bar{X}_1, \bar{X}_2, \dots, \bar{X}_N)$. Как указывается в этом примечании, обычно эти два способа дают *одинаковые* результаты, если f является линейной функцией своих входных величин (при условии, что экспериментально наблюдаемые коэффициенты корреляции принимаются во внимание, когда применяется первый способ). Если f не является линейной функцией, тогда результаты, полученные первым способом, будут отличаться от результатов, полученных вторым способом, в зависимости от степени нелинейности, оцененных дисперсий и ковариаций X_i . Это можно видеть из выражения:

$$y = f(\bar{X}_1, \bar{X}_2, \dots, \bar{X}_N) \quad (\text{Н.10})$$

$$+ \frac{1}{2} \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \frac{\partial^2 f}{\partial \bar{X}_i \partial \bar{X}_j} u(\bar{X}_i, \bar{X}_j) + \dots,$$

где второй член справа является членом второго порядка при разложении в ряд Тейлора величины f по \bar{X}_i (см. также 5.1.2, примечание). В данном случае предпочтение отдается второму способу, т.к. данный способ избегает аппроксимации $y = f(\bar{X}_1, \bar{X}_2, \dots, \bar{X}_N)$ и лучше отражает использованную процедуру измерения - то, что данные фактически были собраны в ряды.

С другой стороны, второй способ будет неподходящим, если данные таблицы Н.2 представляют $n_1=5$ наблюдений разности потенциалов V , за которыми следуют $n_2=5$ наблюдений тока I , затем $n_3=5$ наблюдений фазы Φ ; и невозможным если $n_1 \neq n_2 \neq n_3$ (фактически это плохая измерительная процедура - проводить измерение таким способом, т.к. разность потенциалов на полном со-

противлении и ток, идущий через него, непосредственно взаимосвязаны).

Если данные, приведенные в таблице Н.2 истолковать заново таким образом, чтобы второй способ оказался неприемлемым, и если предположить, что корреляции между величинами V , I и Φ отсутствуют, то коэффициенты наблюдаемых корреляций не будут значимыми и их следует установить равными нулю. Если это сделать в таблице Н.2, то уравнение (Н.9) сводится к эквиваленту уравнения (F.2) в F.1.2.3, а именно:

$$u(y_l, y_m) = \sum_{i=1}^N \frac{\partial y_l}{\partial x_i} \frac{\partial y_m}{\partial x_i} u^2(x_i), \quad (\text{Н.11})$$

и его применение к данным таблицы Н.2 приведет к изменениям в таблице Н.3, показанным в таблице Н.5.

Таблица Н.5 - Изменения в таблице Н.3 в предположении, что коэффициентов корреляции таблицы Н.2 равны нулю

Суммарная стандартная неопределенность результата измерения $u_c(y_l)$	
$u_c(R)=0,195 \Omega$	$u_c(R)/R=0,15 \times 10^{-2}$
$u_c(X)=0,201 \Omega$	$u_c(X)/X=0,09 \times 10^{-2}$
$u_c(Z)=0,204 \Omega$	$u_c(Z)/Z=0,08 \times 10^{-2}$
Коэффициенты корреляции $r(y_l, y_m)$	
$r(y_1, y_2)=r(R, X)=0,056$	
$r(y_1, y_3)=r(R, Z)=0,527$	
$r(y_2, y_3)=r(X, Z)=0,878$	

Таблица Н.3 - Вычисленные значения выходных величин R , X и Z : первый способ

Номер измеряемой величины l	Соотношения между оценкой измеряемой величины y_l и входными величинами x_i	Значение оценки y_l , являющейся результатом измерения,	Суммарная стандартная неопределенность $u_c(y_l)$ результата измерения
1	$y_1=R=(\bar{V}/\bar{I})\cos\bar{\Phi}$	$y_1=R=127,732 \Omega$	$u_c(R)=0,071 \Omega$ $u_c(R)/R=0,06 \times 10^{-2}$
2	$y_2=X=(\bar{V}/\bar{I})\sin\bar{\Phi}$	$y_2=X=219,847 \Omega$	$u_c(X)=0,295 \Omega$ $u_c(X)/X=0,13 \times 10^{-2}$
3	$y_3=Z=\bar{V}/\bar{I}$	$y_3=Z=254,260 \Omega$	$u_c(Z)=0,236 \Omega$ $u_c(Z)/Z=0,09 \times 10^{-2}$
Коэффициенты корреляции $r(y_l, y_m)$			
$r(y_1, y_2)=r(R, X)=-0,588$			
$r(y_1, y_3)=r(R, Z)=-0,485$			
$r(y_2, y_3)=r(X, Z)=0,993$			

Таблица Н.4 - Вычисленные значения выходных величин R , X и Z : второй способ

Номер ряда k	Индивидуальные значения измеряемых величин		
	$R=(V/I)\cos \Phi$ (Ω)	$X=(V/I)\sin \Phi$ (Ω)	$Z=V/I$ (Ω)
1	127,67	220,32	254,64
2	127,89	219,79	254,29
3	127,51	220,64	254,84
4	127,71	218,97	253,49
5	127,88	219,51	254,04
Среднее арифметическое Экспериментальное стандартное отклонение среднего	$y_1 = \bar{R} = 127,732$ $s(\bar{R}) = 0,071$	$y_2 = \bar{X} = 219,847$ $s(\bar{X}) = 0,295$	$y_3 = \bar{Z} = 254,260$ $s(\bar{Z}) = 0,236$
Коэффициенты корреляции $r(y_i, y_m)$			
$r(y_1, y_2) = r(\bar{R}, \bar{X}) = -0,588$ $r(y_1, y_3) = r(\bar{R}, \bar{Z}) = -0,485$ $r(y_2, y_3) = r(\bar{X}, \bar{Z}) = 0,993$			

Н.3 Калибровка термометра

Этот пример иллюстрирует использование метода наименьших квадратов для получения линейной градуировочной кривой, а также: как параметры аппроксимации - пересечение и наклон, их оцененные дисперсии и ковариации, используются для получения из кривой значений и стандартной неопределенности предсказанной поправки.

Н.3.1 Измерительная задача

Термометр калибруется путем сравнения $n = 11$ показаний температуры t_k термометра, каждое из которых имеет незначительную неопределенность, с соответствующими известными опорными температурами $t_{R,k}$ в диапазоне температур от 21 °С до 27 °С для получения поправок $b_k = t_{R,k} - t_k$ в показаниях. Измеренные поправки b_k и измеренные температуры t_k являются входными величинами при оценивании. Линейная градуировочная кривая

$$b(t) = y_1 + y_2(t - t_0) \quad (\text{H.12})$$

аппроксимирует измеренные поправки и температуры методом наименьших квадратов. Параметры y_1 и y_2 , которые являются, соответственно, пересечением и наклоном калибровочной кривой, представляют собой две измеряемые или выходные величины, подлежащие определению. Температура t_0 является удобно выбранной точной опорной температурой; она не является независимым параметром, который надо определять методом наименьших квадратов. После того, как найдены y_1 и y_2 вместе с их оцененными дисперсиями и ковариациями, уравнение (H.12) может быть использовано для предсказания значения поправки и ее стандартной неопределенности, которую надо внести в показания термометра для любого значения температуры t .

Н.3.2 Определение параметров аппроксимации методом наименьших квадратов

Основываясь на методе наименьших квадратов и при выполнении предположений, сделанных в Н.3.1, выходные величины y_1 и y_2 и их оцененные дисперсии и ковариации получают путем минимизации суммы

$$S = \sum_{k=1}^n [b_k - y_1 - y_2(t_k - t_0)]^2$$

Это дает следующие уравнения для y_1 , y_2 , их экспериментальных дисперсий $s^2(y_1)$ и $s^2(y_2)$ и их оцененного коэффициента корреляции $r(y_1, y_2) = s(y_1, y_2) / (s(y_1) s(y_2))$, где $s(y_1, y_2)$ является их оцененной ковариацией:

$$y_1 = \frac{(\sum b_k)(\sum \theta_k^2) - (\sum b_k \theta_k)(\sum \theta_k)}{D}, \quad (\text{H.13a})$$

$$y_2 = \frac{n \sum b_k \theta_k - (\sum b_k)(\sum \theta_k)}{D}, \quad (\text{H.13b})$$

$$s^2(y_1) = \frac{s^2 \sum \theta_k^2}{D}, \quad (\text{H.13c})$$

$$s^2(y_2) = n \frac{s^2}{D}, \quad (\text{H.13d})$$

$$r(y_1, y_2) = - \frac{\sum \theta_k}{\sqrt{n \sum \theta_k^2}}, \quad (\text{H.13e})$$

$$s^2 = \frac{\sum [b_k - b(t_k)]^2}{n - 2}, \quad (\text{H.13f})$$

$$D = n \sum \theta_k^2 - (\sum \theta_k)^2 \quad (\text{H.13g})$$

$$= n \sum (\theta_k - \bar{\theta})^2 = n \sum (t_k - \bar{t})^2,$$

где все суммы по k от 1 до n , $\theta_k = t_k - t_0$, $\bar{\theta} = (\sum \theta_k)/n$ и $\bar{t} = (\sum t_k)/n$; $[b_k - b(t_k)]$ - разность между измеренной или наблюдаемой поправкой b_k при температуре t_k и поправкой $b(t_k)$, предсказанной аппроксимирующей кривой $b(t) = y_1 + y_2 (t - t_0)$ при t_k . Дисперсия s^2 является мерой общей неопределенности аппроксимации, где коэффициент $n - 2$ отражает тот факт, что поскольку два параметра y_1 и y_2 определяются на основе n наблюдений, то число степеней свободы s^2 есть $\nu = n - 2$ (см. G.3.3).

Н.3.3 Вычисление результатов

Данные, которые надо аппроксимировать, даны во 2-ой и 3-ей колонках в таблице Н.6. Принимая $t_0 = 20$ °C в качестве опорной температуры, применение уравнения (Н.13а) к (Н.13д) дает:

$$y_1 = -0,1712 \text{ °C} \quad s(y_1) = 0,0029 \text{ °C},$$

$$y_2 = 0,00218 \quad s(y_2) = 0,00067,$$

$$r(y_1, y_2) = -0,930 \quad s = 0,0035 \text{ °C}.$$

Таблица Н.6 Данные, используемые для получения линейной градуировочной кривой термометра методом наименьших квадратов

Номер показания k	Показания термометр а t_k (°C)	Наблюдаемая поправка $b_k = t_{R,k} - t_k$ (°C)	Предсказанная поправка $b(t_k)$ (°C)	Разность между наблюдаемой и предсказанной поправками $b_k - b(t_k)$ (°C)
1	21,521	-0,171	-0,1679	-0,0031
2	22,012	-0,169	-0,1668	-0,0022
3	22,512	-0,166	-0,1657	-0,0003
4	23,003	-0,159	-0,1646	+0,0056
5	23,507	-0,164	-0,1635	-0,0005
6	23,999	-0,165	-0,1625	-0,0025
7	24,513	-0,156	-0,1614	+0,0054
8	25,002	-0,157	-0,1603	+0,0033
9	25,503	-0,159	-0,1592	+0,0002
10	26,010	-0,161	-0,1581	-0,0029
11	26,511	-0,160	-0,1570	-0,0030

Тот факт, что наклон y_2 более, чем в 3 раза, превосходит его стандартную неопределенность, служит показанием того, что требуется градуировочная кривая, а не фиксированная усредненная поправка.

Тогда градуировочную кривую можно представить в виде:

$$b(t) = -0,1712(29) \text{ °C} \quad (\text{Н.14})$$

$$+ 0,00218(67)(t - 20 \text{ °C}),$$

где числа в скобках представляют собой численные значения стандартных неопределенностей, отнесенные к соответствующим последним цифрам указанных результатов для пересечения и наклона (см. 7.2.2). Это уравнение дает предсказанное значение поправки $b(t)$ при любой температуре t , и, в частности, значение $b(t_k)$ при $t = t_k$. Эти значения даны в 4-ом столбце таблицы, тогда как в последнем столбце даны разности между измеренными и предсказанными значениями $b_k - b(t_k)$. Анализ этих разностей можно использовать для про-

верки неопределенностей, отнесенные к соответствующим последним цифрам указанных результатов для пересечения и наклона (см. 7.2.2). Это уравнение дает предсказанное значение поправки $b(t)$ при любой температуре t , и, в частности, значение $b(t_k)$ при $t = t_k$. Эти значения даны в 4-ом столбце таблицы, тогда как в последнем столбце даны разности между измеренными и предсказанными значениями $b_k - b(t_k)$. Анализ этих разностей можно использовать для про-

верки обоснованности линейной модели; существуют формальные тесты (см. [8]), но в этом примере они не рассматриваются.

Н.3.4 Неопределенность предсказанного значения

Выражение для суммарной стандартной неопределенности предсказанного значения поправки можно легко получить, применяя закон распространения неопределенности, уравнение (16) в 5.2.2, к уравнению (Н.12). Отметив, что $b(t) = f(y_1, y_2)$ и записав $u(y_1) = \alpha(y_1)$ и $u(y_2) = \alpha(y_2)$, получим:

$$u_c^2[b(t)] = u^2(y_1) + (t_1 - t_0)^2 u^2(y_2) + 2(t - t_0)u(y_1)u(y_2)r(y_1, y_2). \quad (\text{Н.15})$$

Оцененная дисперсия $u_c^2[b(t)]$ является минимальной при $t_{\min} = t_0 - u(y_1)r(y_1, y_2)/u(y_2)$, которая в данном случае равна $t_{\min} = 24,0085$ °C.

В качестве примера использования уравнения (Н.15) предположим, что требуется поправка на показания термометра и ее неопределенность при $t = 30$ °C, которая находится за пределами температурного диапазона, в котором термометр был в действительности откалиброван. Подстановка $t = 30$ °C в уравнение (Н.14) дает:

$$b(30 \text{ °C}) = -0,1494 \text{ °C},$$

а уравнение (Н.15) становится

$$\begin{aligned} u_c^2[b(30 \text{ °C})] &= (0,0029 \text{ °C})^2 + \\ &+ (10 \text{ °C})^2(0,00067)^2 + \\ &+ 2(10 \text{ °C})(0,0029 \text{ °C})(0,00067)(-0,930) = \\ &= 17,1 \times 10^{-6} \text{ °C}^2 \end{aligned}$$

или

$$u_c[b(30 \text{ °C})] = 0,0041 \text{ °C}.$$

Таким образом, поправка при 30 °C равняется -0,1494 °C с суммарной стандартной неопределенностью $u_c = 0,0041$ °C и $\nu = n - 2 = 9$ степенями свободы.

Н.3.5 Исключение корреляции между наклоном и пересечением

Уравнение (Н.13е) для коэффициента корреляции $r(y_1, y_2)$ подразумевает, что, если t_0 выбрано таким образом, что $\sum_{k=1}^n \theta_k = \sum_{k=1}^n (t_k - t_0) = 0$, то $r(y_1, y_2) = 0$ и y_1 и y_2 будут некоррелированы, тем самым упрощая вычисление стандартной неопределенности предсказанной поправки. Поскольку $\sum_{k=1}^n \theta_k = 0$, когда $t_0 = \bar{t} = (\sum_{k=1}^n t_k) / n$, и в данном случае $\bar{t} = 24,0085$ °C, то повторная аппроксимация методом наименьших квадратов при $t_0 \rightarrow \bar{t} = 24,0085$ °C приведет к значениям y_1 и y_2 , которые являются некоррелированными (температура \bar{t} является также температурой, при которой $u^2[b(t)]$ минимальна - см. Н.3.4). Однако повторная аппроксимация не является необходимой, потому что это может быть показано уравнениями

$$b(t) = y_1' + y_2(t - \bar{t}), \quad (\text{Н.16a})$$

$$u_c^2[b(t)] = u^2(y_1') + (t - \bar{t})^2 u^2(y_2), \quad (\text{Н.16b})$$

$$r(y_1', y_2) = 0, \quad (\text{Н.16c})$$

где

$$y_1' = y_1 + y_2(\bar{t} - t_0),$$

$$\bar{t} = t_0 - s(y_1)r(y_1, y_2) / s(y_2),$$

$$s^2(y_1') = s^2(y_1)[1 - r^2(y_1, y_2)],$$

а при записи уравнения (Н.16b) были сделаны подстановки $u(y_1') = s(y_1')$ и $u(y_2) = s(y_2)$ [см. уравнение (Н.15)].

Применяя эти зависимости к результатам, приведенным в Н.3.3, получаем:

$$b(t) = -0,1625(11) \quad (\text{Н.17a})$$

$$+0,00218(67)(t - 24,0085 \text{ }^\circ\text{C}),$$

$$u_c^2[b(t)] = (0,0011)^2 + \quad (\text{Н.17b})$$

$$+(t - 24,0085 \text{ }^\circ\text{C})^2(0,000067)^2.$$

Тот факт, что эти выражения дают те же самые результаты, что и уравнения (Н.14) и (Н.15), можно проверить, повторив вычисление $b(30 \text{ }^\circ\text{C})$ и $u_c[b(30 \text{ }^\circ\text{C})]$. Подставив $t = 30 \text{ }^\circ\text{C}$ в уравнения (Н.17a) и (Н.17b), получим:

$$b(30 \text{ }^\circ\text{C}) = -0,1494 \text{ }^\circ\text{C},$$

$$u_c[b(30 \text{ }^\circ\text{C})] = 0,0041 \text{ }^\circ\text{C},$$

что идентично результатам, полученным в Н.3.4. Оцененную ковариацию между двумя предсказанными поправками $b(t_1)$ и $b(t_2)$ можно получить из уравнения (Н.9) в Н.2.3.

Н.3.6 Другие соображения

Метод наименьших квадратов можно использовать для аппроксимации кривых более высокого порядка по точкам данных; этот метод также применим для случаев, когда точки отдельных данных имеют неопределенности. Для более подробного ознакомления с этим вопросом, следует ознакомиться с [8]. Тем не менее, здесь можно указать следующие два случая, где не предполагается, что измеренные поправки b_k известны точно.

1) Предположим, что каждая t_k имеет пренебрежимо малую неопределенность, пусть каждое из n значений $t_{R,k}$ получают из рядов m повторных показаний и суммарная оценка дисперсии для таких показаний, определенная на основе большого количества данных, полученных в течении нескольких месяцев, есть s_p^2 . Тогда оцененная дисперсия каждого $t_{R,k}$ есть $s_p^2/m = u_0^2$, и каждая наблюдаемая поправка $b_k = t_{R,k} - t_k$ имеет ту же самую стандартную неопределенность u_0 . В этих условиях (и если нет причин предполагать не-

корректность линейной модели) u_0^2 заменяет s^2 в уравнениях (Н.13c) и (Н.13d).

ПРИМЕЧАНИЕ - Оценка суммарной дисперсии s_p^2 , основанной на ряде из N независимых наблюдений той же случайной переменной, получается из:

$$s_p^2 = \frac{\sum_{i=1}^N \nu_i s_i^2}{\sum_{i=1}^N \nu_i},$$

где s_i^2 - экспериментальная дисперсия i -того ряда n_i независимых повторных наблюдений [уравнение (4) в 4.2.2] и имеет число степеней свободы $\nu_i = n_i - 1$. Число степеней свободы s_p^2 есть $\nu = \sum_{i=1}^N \nu_i$. Экспериментальная дисперсия s_p^2/m (и экспериментальное стандартное отклонение s_p / \sqrt{m}) среднего арифметического m независимых наблюдений, характеризуемых оценкой суммарной дисперсии s_p^2 , также имеет ν степеней свободы.

2) Предположим, что каждая t_k имеет пренебрежимо малую неопределенность, что поправка ε_k применяется для каждого из n значений $t_{R,k}$ и что каждая поправка имеет одинаковую стандартную неопределенность u_a . Тогда стандартная неопределенность каждого $b_k = t_{R,k} - t_k$ также является u_a , а $s^2(y_1)$ заменяется на $s^2(y_1) + u_a^2$ и $s^2(y_1')$ - на $s^2(y_1') + u_a^2$.

Н.4 Измерение активности

Этот пример похож на пример Н.2 об одновременном измерении активного и реактивного сопротивления тем, что данные можно анализировать двумя разными способами, но каждый из них дает существенно одинаковый численный результат. Первый подход еще раз демонстрирует необходимость принимать в расчет наблюдаемые корреляции между входными величинами.

Н.4.1 Измерительная задача

Неизвестная концентрация активности радона (^{222}Rn) в образце воды определяется жидкостно - сцинтилляционным счетом по стандартному образцу радона в воде с известной концентрацией активности. Неизвестную концентрацию активности получают путем измерения трех источников счета, состоящих приблизительно из 5 г воды и 12 г сцинтиллятора из органической эмульсии в ампулах объемом 22 мл:

Источник (а) - *стандартный образец*, состоящий из стандартного раствора массой m_s с известной концентрацией активности;

Источник (б) - подобранный *чистый образец* воды, не содержащий радиоактивных веществ, используемый для получения фоновой скорости счета;

Источник (с) - *образец*, состоящий из аликвотной массы m_x с неизвестной концентрацией активности.

Выполняется шесть циклов измерений трех источников счета в следующем порядке: стандартный образец - чистый образец - образец; и каждый интервал счета T_0 с поправкой на мертвое время для каждого источника во время всех шести циклов составляет 60 минут. Хотя нельзя предположить, что фоновая скорость счета остается постоянной на протяжении полного интервала счета

(65 часов), предполагается, что числа счета, полученные для каждого чистого образца, можно использовать как представительные для фоновой скорости счета во время измерений стандартного образца и образца в одном и том же цикле. Данные приведены в таблице Н.7, где:

t_s, t_b, t_x - значения времени от момента отсчета $t = 0$ до середины интервалов счета $T_0 = 60$ мин (с поправкой на мертвое время) для ампул, соответственно, со стандартным образцом, чистым образцом и образцом; хотя t_b указывается для полноты картины, оно не требуется для анализа;

C_s, C_b, C_x - число импульсов, зарегистрированных во время интервалов счета $T_0 = 60$ мин с поправкой на мертвое время для ампул, соответственно, со стандартным образцом, чистым образцом и образцом.

Наблюдаемые счетные импульсы можно выразить, как:

$$C_s = C_b + \varepsilon A_s T_0 m_s e^{-\lambda_s}, \quad (\text{Н.18a})$$

$$C_x = C_b + \varepsilon A_x T_0 m_x e^{-\lambda_x}, \quad (\text{Н.18b})$$

где

ε - эффективность обнаружения ^{222}Rn с использованием жидкой сцинтилляции для данного состава источника, предполагаемая независимой от уровня активности;

A_s - концентрация активности стандартного образца на момент отсчета $t = 0$;

A_x - *измеряемая величина*, определяемая как неизвестная концентрация активности образца на момент отсчета $t = 0$;

m_s - масса стандартного раствора;

m_x - масса аликвотного образца;

λ - постоянная распада для ^{222}Rn : $\lambda = (\ln 2)/T_{1/2} = 1,25894 \times 10^{-4} \text{ мин}^{-1}$ ($T_{1/2} = 5505,8 \text{ мин}$).

Уравнения (Н.18а) и (Н.18б) показывают, что для шести индивидуальных значений ни C_s , ни C_x , приведенные в таблице Н.7, нельзя усреднить непосредственно из-за экспоненциального

распада активности стандартного образца и небольших изменений фонового счета от цикла к циклу. Вместо этого необходимо обратиться к счету с поправками на распад и фон (или к скорости счета, определяемой как число импульсов, деленное на $T_0 = 60 \text{ мин}$). Это предполагает объединение уравнений (Н.18а) и (Н.18б) для получения следующего выражения для неизвестной концентрации через известные величины:

Таблица Н.7 - Счетные данные для определения концентрации активности неизвестного образца

Цикл k	Стандартный образец		Чистый образец		Образец	
	t_s (мин)	C_s (число)	t_b (мин)	C_b (число)	t_x (мин)	C_x (число)
1	243,74	15 380	305,56	4054	367,37	41 432
2	984,53	14 978	1046,10	3922	1107,66	38 706
3	1723,87	14 394	1785,43	4200	1846,99	35 860
4	2463,17	13 254	2524,73	3830	2586,28	32 238
5	3217,56	12 516	3279,12	3956	3340,68	29 640
6	3956,83	11 058	4018,38	3980	4079,94	26 356

$$A_x = f(A_s, m_s, m_x, C_s, C_x, C_b, t_s, t_x, \lambda)$$

$$= A_s \frac{m_s (C_x - C_b) e^{\lambda t_x}}{m_x (C_s - C_b) e^{\lambda t_s}} \quad (\text{Н.19})$$

$$= A_s \frac{m_s}{m_x} \frac{C_x - C_b}{C_s - C_b} e^{\lambda(t_x - t_s)},$$

где $(C_x - C_b) e^{\lambda t_x}$ и $(C_s - C_b) e^{\lambda t_s}$ являются счетом с поправкой на фон, соответственно, для образца и стандартного образца на момент отсчета $t = 0$ для временного интервала $T_0 = 60 \text{ мин}$. С другой стороны, можно просто записать:

$$A_x = f(A_s, m_s, m_x, R_s, R_x) \quad (\text{Н.20})$$

$$= A_s \frac{m_s}{m_x} \frac{R_x}{R_s},$$

где скорости счета R_x и R_s с поправкой на фон и распад даны формулами:

$$R_x = [(C_x - C_b) / T_0] e^{\lambda t_x}, \quad (\text{Н.21а})$$

$$R_s = [(C_s - C_b) / T_0] e^{\lambda t_s}. \quad (\text{Н.21б})$$

Н.4.2 Анализ данных

Таблица Н.8 суммирует значения скоростей счета R_s и R_x с поправками на фон и распад, рассчитанные по уравнениям (Н.21а) и (Н.21б), с использованием данных таблицы Н.7 и $\lambda = 1,25894 \times 10^{-4} \text{ мин}^{-1}$, как указано выше. Следует отметить, что отношение $R = R_x/R_s$ наиболее легко рассчитать из выражения:

$$[(C_x - C_b) / (C_s - C_b)] e^{\lambda(t_x - t_s)}.$$

Средние арифметические \bar{R}_s , \bar{R}_x и \bar{R} , а также их экспериментальные стандартные отклонения $s(\bar{R}_s)$, $s(\bar{R}_x)$ и $s(\bar{R})$ рассчитываются обычным способом

[уравнения (3) и (5) в 4.2]. Коэффициент корреляции $r(\bar{R}_x, \bar{R}_y)$ рассчитывается из уравнения (17) в 5.2.3 и уравнения (14) в 5.2.2.

Из-за относительно небольшой изменчивости значений \bar{R}_x и \bar{R}_y отношение средних \bar{R}_x/\bar{R}_y и стандартная неопределенность $u(\bar{R}_x/\bar{R}_y)$ этого отношения практически совпадают, соответственно, со средним отношением \bar{R} и его экспериментальным стандартным отклонением $s(\bar{R})$, как приведено в последнем столбце таблицы Н.8 [см. Н.2.4 и уравнение (Н.10) в нем]. Однако при расчете стандартной неопределенности $u(\bar{R}_x/\bar{R}_y)$ необходимо учитывать корреляцию между R_x и R_y , представленную коэффициентом корреляции $r(\bar{R}_x, \bar{R}_y)$, используя уравнение (16) в 5.2.2 [это уравнение дает для относительной оцененной дисперсии \bar{R}_x/\bar{R}_y последние три члена уравнения (Н.22b).]

Следует признать, что соответствующие экспериментальные стандартные отклонения R_x и R_y , $\sqrt{6}s(\bar{R}_x)$ и $\sqrt{6}s(\bar{R}_y)$, показывают изменчивость этих величин, которое от 2 до 3 раз больше, чем изменчивость, подразумеваемая статистикой Пуассона для счетного процесса; последняя включена в наблюдаемую изменчивость счета, и ее не нужно учитывать отдельно.

Н.4.3 Вычисление окончательных результатов

Получение неизвестной концентрации активности A_x и ее суммарной стандартной неопределенности $u_c(A_x)$ из уравнения (Н.20) требует знания A_s , m_s и m_x , а также их стандартных неопределенностей. Они даны, как:

$$\begin{aligned} A_s &= 0,1368 \text{ Бк/г}, \\ u(A_s) &= 0,0018 \text{ Бк/г}, \\ u(A_s)/A_s &= 1,32 \times 10^{-2}; \end{aligned}$$

$$m_s = 5,0192 \text{ г},$$

$$u(m_s) = 0,005 \text{ г}, \quad u(m_s)/m_s = 0,10 \times 10^{-2};$$

$$\begin{aligned} m_x &= 5,0571 \text{ г}, \\ u(m_x) &= 0,0010 \text{ г}; \quad u(m_x)/m_x = 0,02 \times 10^{-2}. \end{aligned}$$

Другие возможные источники неопределенности оцениваются как пренебрежимо малые:

- стандартные неопределенности времени распада: $u(t_{s,k})$ и $u(t_{x,k})$;
- стандартная неопределенность постоянной распада ^{222}Rn : $u(\lambda) = 1 \times 10^{-7} \text{ мин}^{-1}$. (Значимой величиной является коэффициент распада $\exp[\lambda(t_x - t_s)]$, который меняется от 1,01563 для циклов $k = 4$ и 6 до 1,01570 для цикла $k = 1$. Стандартная неопределенность этих значений составляет $u = 1,2 \times 10^{-5}$);
- неопределенность, связанная с возможной зависимостью эффективности детектирования сцинтилляционного счетчика от используемого источника (стандартный образец, чистый образец и образец);
- неопределенность поправки на мертвое время счетчика и поправки на зависимость эффективности счета от уровня активности.

Н.4.3.1 Результаты: подход 1

Как указано выше, A_x и $u_c(A_x)$ могут быть получены двумя различными путями из уравнения (Н.20). При первом подходе A_x вычисляется из средних арифметических \bar{R}_x и \bar{R}_y , что дает:

$$A_x = A_s \frac{m_s}{m_x} \frac{\bar{R}_x}{\bar{R}_y} = 0,43000 \text{ Бк/г}. \quad (\text{Н.22a})$$

Применение уравнения (16) из 5.2.2 к этому выражению дает суммарную дисперсию $u_c^2(A_x)$:

$$\frac{u_c^2(A_X)}{A_X^2} = \frac{u^2(A_S)}{A_S^2} + \frac{u^2(m_S)}{m_S^2} + \frac{u^2(m_X)}{m_X^2} + \frac{u^2(\bar{R}_X)}{\bar{R}_X^2} + \frac{u^2(\bar{R}_S)}{\bar{R}_S^2} - 2r(\bar{R}_X, \bar{R}_S) \frac{u(\bar{R}_X)u(\bar{R}_S)}{\bar{R}_X \bar{R}_S}, \quad (\text{H.22b})$$

где, как указано в Н.4.2, последние три члена дают $u^2(\bar{R}_X/\bar{R}_S)/(\bar{R}_X/\bar{R}_S)^2$ - оцененную относительную дисперсию \bar{R}_X/\bar{R}_S . Согласно Н.2.4, результаты в таблице 8 показывают, что \bar{R} не точно равно \bar{R}_X/\bar{R}_S и что стандартная неопределенность $u(\bar{R}_X/\bar{R}_S)$ для \bar{R}_X/\bar{R}_S не точно равно стандартной неопределенности $s(\bar{R})$ для \bar{R} .

Подстановка значений соответствующих величин в уравнения (Н.22а) и (Н.22b) дает:

$$\frac{u_c(A_X)}{A_X} = 1,93 \times 10^{-2},$$

$$u_c(A_X) = 0,0083 \text{ Бк/г.}$$

Результат измерения тогда можно записать, как:

$$A_X = 0,4300 \text{ Бк/г с суммарной стандартной неопределенностью } u_c = 0,0083 \text{ Бк/г.}$$

Н.4.3.2 Результаты: подход 2

При втором подходе, который избегает корреляцию между \bar{R}_X и \bar{R}_S , A_X вычисляется, используя среднее арифметическое \bar{R} . Таким образом,

$$A_X = A_S \frac{m_S}{m_X} = 0,4304 \text{ Бк/г.} \quad (\text{H.23a})$$

Выражение для $u_c^2(A_X)$ является просто:

$$\frac{u_c^2(A_X)}{A_X^2} = \frac{u^2(A_S)}{A_S^2} + \frac{u^2(m_S)}{m_S^2} + \frac{u^2(m_X)}{m_X^2} + \frac{u^2(\bar{R})}{\bar{R}^2}, \quad (\text{H.23b})$$

что дает

$$\frac{u_c(A_X)}{A_X} = 1,95 \times 10^{-2},$$

$$u_c(A_X) = 0,0084 \text{ Бк/г.}$$

Результат измерения можно указать, как:

$$A_X = 0,4304 \text{ Бк/г с суммарной стандартной неопределенностью } u_c = 0,0084 \text{ Бк/г.}$$

Эффективные степени свободы u_c можно оценить, используя формулу Велча - Саттерсвейта, как показано в Н.1.6.

Как и в Н.2, из двух результатов предпочтительнее второй, так как он избегает замены среднего значения отношения двух величин на отношение средних значений этих величин; он лучше отражает использованную процедуру измерений - данные, на самом деле, были собраны в различные циклы.

Тем не менее, расхождение между значениями A_X , получающееся при двух подходах, явно мало по сравнению со стандартной неопределенностью, приписываемой каждому из них, и расхождением между двумя стандартными неопределенностями можно полностью пренебречь. Такое соответствие показывает, что два подхода эквивалентны, когда наблюдаемые корреляции учтены должным образом.

Таблица Н.8 - Расчет скоростей счета с поправками на распад и фон

Цикл <i>k</i>	R_X (мин ⁻¹)	R_S (мин ⁻¹)	$t_X - t_S$ (мин)	$R = R_X / R_S$
1	652,46	194,65	123,63	3,3520
2	666,48	208,58	123,13	3,1953
3	665,80	211,08	123,12	3,1543
4	655,68	214,17	123,11	3,0615
5	651,87	213,92	123,12	3,0473
6	623,31	194,13	123,11	3,2107
	$\bar{R}_X = 652,60$ $s(\bar{R}_X) = 6,42$ $s(\bar{R}_X) / \bar{R}_X = 0,98 \times 10^{-2}$	$\bar{R}_S = 206,09$ $s(\bar{R}_S) = 3,79$ $s(\bar{R}_S) / \bar{R}_S = 1,84 \times 10^{-2}$		$\bar{R} = 3,170$ $s(\bar{R}) = 0,046$ $s(\bar{R}) / \bar{R} = 1,44 \times 10^{-2}$
	$\bar{R}_X / \bar{R}_S = 3,167$ $u(\bar{R}_X / \bar{R}_S) = 0,045$ $u(\bar{R}_X / \bar{R}_S) / (\bar{R}_X / \bar{R}_S) = 1,42 \times 10^{-2}$			
Коэффициент корреляции				
$r(\bar{R}_X, \bar{R}_S) = 0,646$				

Н.5 Анализ дисперсии

Этот пример кратко знакомит с методами анализа дисперсии ANOVA. Эти статистические методы используются для идентификации и определения значений отдельных *случайных эффектов* в измерениях, чтобы эти эффекты могли быть правильно приняты во внимание при оценивании неопределенности результата измерения. Хотя методы ANOVA применимы к широкому диапазону измерительных задач, например, к градуировке эталонов, таких как эталон вольты на диодах Зенера и эталоны массы, сертификации стандартных образцов, методы ANOVA сами по себе не могут идентифицировать систематические эффекты, которые могут присутствовать.

Существует множество различных моделей, используемых под общим названием ANOVA. В этом примере рассматривается, вследствие ее важности, специфическая модель, которая является уравновешенной гнездовой структурой. Численная иллюстрация этой модели включает в себя градуировку эталона напряжения на диодах Зенера; анализ должен соответствовать разнообразию практических измерительных ситуаций.

Методы ANOVA имеют особую важность при сертификации стандартных образцов (СО) веществ и материалов путем межлабораторных испытаний: эта тема подробно рассмотрена в Руководстве ИСО 35 [19] (см. Н.5.3.2 для краткого описания такой сертификации СО). Поскольку большая часть материала, содержащегося в Руководстве ИСО 35, имеет действительно широкое применение, к этой публикации можно обращаться за дополнительными подробностями относительно ANOVA, включая неуравновешенные гнездовые структуры. Также можно обратиться к [15] и [20].

Н.5.1 Измерительная задача

Предположим, что эталон вольты на диодах Зенера с номинальным значением 10 В калибруется с помощью стабильного источника опорного напряжения в течение двух недель. В каждый из J дней проводятся K независимых повторных наблюдений разности потенциалов V_S . Если V_{jk} обозначает k -ого наблюдения разности потенциалов V_S эталона ($k = 1, 2, \dots, K$) в j -й день ($j = 1, 2, \dots, J$), то наилучшей оценкой разности потенциалов эталона является среднее арифметическое всех наблюдений V_{jk} [см. уравнение (3) в 4.2.1]:

$$V_S = \frac{1}{JK} \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K V_{jk} = \bar{V}. \quad (\text{H.24a})$$

Экспериментальное стандартное отклонение среднего арифметического $s(\bar{V})$, которое является мерой неопределенности \bar{V} в качестве оценки разности потенциалов эталона, получают из [см. уравнение (5) в 4.2.3]:

$$s^2(\bar{V}) = \frac{1}{JK(KJ-1)} \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K (V_{jk} - \bar{V})^2 \quad (\text{H.24b})$$

ПРИМЕЧАНИЕ - Повсюду в этом примере предполагается, что все поправки на систематические эффекты, вносимые в наблюдения, имеют незначительные неопределенности или их неопределенности такого характера, что могут быть включены в расчет в самом конце анализа. Поправка этой последней категории и та, которая сама по себе может быть введена в среднее арифметическое наблюдений в конце анализа, является разностью между значением, указанным в сертификате (в котором, как предполагается, указана и неопределенность), и рабочим значением опорного напряжения стабильного источника, по которому градуируется эталон напряжения на диодах Зенера. Таким образом, оценка разности потенциалов эталона, полученная статистическим способом из наблюдений, не обязательно является окончательным результатом измерения; и экспериментальное стандартное отклонение такой оценки не обязательно является

суммарной стандартной неопределенностью окончательного результата.

Экспериментальное стандартное отклонение среднего арифметического $s(\bar{V})$, полученное из уравнения (Н.24b), является подходящей мерой неопределенности \bar{V} только в том случае, если межсуточная изменчивость наблюдений такая же, как и изменчивость наблюдений, сделанных в один день. Если существует свидетельство того, что межсуточная вариация значительно больше, чем можно ожидать от вариации в течение одного дня, то использо-

вание этого выражения может привести к значительному преуменьшению неопределенности \bar{V} . Таким образом, возникают два вопроса: как следует определять, является ли межсуточная изменчивость (характеризующаяся межсуточной составляющей дисперсии) значительной по сравнению с вариацией в течение одного дня (характеризующаяся однодневной составляющей дисперсии) и, если это так, то как следует оценивать неопределенность этого среднего арифметического?

Таблица Н.9 - Сводка данных о калибровке эталона напряжения, полученных за $J = 10$ дней с ежедневным средним арифметическим \bar{V}_j и экспериментальным стандартным отклонением $s(V_{jk})$, основанном на $K = 5$ независимых повторных наблюдениях

День, j	1	2	3	4	5
Количество					
\bar{V}_j/V	10,000 172	10,000 116	10,000 013	10,000 144	10,000 106
$s(V_{jk})/\mu V$	60	77	111	101	67
День, j	6	7	8	9	10
Количество					
\bar{V}_j/V	10,000 031	10,000 060	10,000 125	10,000 163	10,000 041
$s(V_{jk})/\mu V$	93	80	73	88	86
$\bar{V} = 10,000\ 097\ В$		$s(\bar{V}_j) = 57\ мкВ$			
$s_a^2 = Ks^2(\bar{V}_j) = 5(57\ мкВ)^2 = (128\ мкВ)^2$		$s_b^2 = s^2(V_{jk}) = (85\ мкВ)^2$			

Н.5.2 Числовой пример

Н.5.2.1 Данные, которые позволяют обратиться к вышеупомянутым вопросам, приведены в таблице Н.9, где:

$J = 10$ - число дней, в которые наблюдалась разность потенциалов;

$K = 5$ - число наблюдений разности потенциалов, проводимых каждый день;

$$\bar{V} = \frac{1}{K} \sum_{k=1}^K V_{jk} \quad (\text{Н.25a})$$

- среднее арифметическое $K = 5$ наблюдений разности потенциалов, сделанных в j -тый день (имеется $J =$

10 таких ежедневных средних арифметических);

$$\bar{V} = \frac{1}{J} \sum_{j=1}^J \bar{V}_j = \frac{1}{JK} \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K V_{jk} \quad (\text{Н.25b})$$

- среднее арифметическое ежедневных средних ($J = 10$) и, таким образом, общее среднее арифметическое наблюдений $JK = 50$;

$$s^2(V_{jk}) = \frac{1}{K-1} \sum_{k=1}^K (V_{jk} - \bar{V}_j)^2 \quad (\text{Н.25c})$$

- экспериментальная дисперсия $K = 5$ наблюдений, сделанных в j -тый день (имеется $J = 10$ таких оценок дисперсии); и

$$s^2(\bar{V}_j) = \frac{1}{J-1} \sum_{j=1}^J (\bar{V}_j - \bar{V})^2 \quad (\text{H.25d})$$

- экспериментальная дисперсия ежедневных $J = 10$ средних арифметических (имеется лишь одна такая оценка дисперсии).

Н.5.2.2 Сопоставимость изменчивости в течение одного дня и межсуточной изменчивости наблюдений можно исследовать, сравнив две независимые оценки σ_w^2 однодневной составляющей дисперсии (т.е. дисперсии наблюдений, сделанных в один и тот же день).

Первая оценка σ_w^2 , обозначенная как s_a^2 , получается из наблюдаемых отклонений ежедневных средних арифметических \bar{V}_j . Поскольку \bar{V}_j есть среднее арифметическое K наблюдений, его оцененная дисперсия $s^2(\bar{V}_j)$ при допущении, что межсуточная составляющая дисперсии равна нулю, оценивается, как σ_w^2/K . Тогда из уравнения (H.25d) следует:

$$s_a^2 = K s^2(\bar{V}_j) = \frac{K}{J-1} \sum_{j=1}^J (\bar{V}_j - \bar{V})^2, \quad (\text{H.26a})$$

что является оценкой σ_w^2 , имеющей $\nu_a = J-1 = 9$ степеней свободы.

Вторая оценка σ_w^2 , обозначенная как s_b^2 , является суммарной оценкой дисперсии, полученной из $J = 10$ индивидуальных значений $s^2(V_{jk})$ с использованием уравнения из примечания к Н.3.6, где десять индивидуальных значений вычисляются из уравнения (H.25c). Поскольку степени свободы каждого из этих значений суть $\nu_i = K-1$, то получающееся в результате выражение для s_b^2 , есть просто их среднее арифметическое. Таким образом:

$$s_b^2 = \overline{s^2(V_{jk})} = \frac{1}{J} \sum_{j=1}^J s^2(V_{jk}) \quad (\text{H.26b})$$

$$= \frac{1}{J(K-1)} \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K (V_{jk} - \bar{V}_j)^2,$$

что является оценкой σ_w^2 , имеющей $\nu_b = J(K-1) = 40$ степеней свободы.

Оценки σ_w^2 , данные уравнениями (H.26a) и (H.26b), являются $s_a^2 = (128 \text{ мкВ})^2$ и $s_b^2 = (85 \text{ мкВ})^2$ соответственно (см. таблицу Н.9). Поскольку оценка s_a^2 основывается на изменчивости ежедневных средних арифметических, в то время как оценка s_b^2 основывается на изменчивости ежедневных наблюдений, их разность показывает возможное присутствие эффекта, который изменяется день ото дня, но остается относительно постоянным, когда наблюдения проводятся в любой один из дней. Для проверки такой возможности используют F -тест и, таким образом, предполагают, что межсуточная составляющая дисперсии равна нулю.

Н.5.2.3 F -распределение является распределением вероятностей отношения $F(\nu_a, \nu_b) = s_a^2(\nu_a)/s_b^2(\nu_b)$ двух независимых оценок $s_a^2(\nu_a)$ и $s_b^2(\nu_b)$ дисперсии σ^2 нормально распределенной случайной переменной [15]. Параметры ν_a и ν_b являются соответствующими степенями свободы двух оценок и $0 \leq F(\nu_a, \nu_b) < \infty$. Значения F внесены в таблицу для разных значений ν_a и ν_b и различных квантилей F -распределения. Значение $F(\nu_a, \nu_b) > F_{0,95}$ или $F(\nu_a, \nu_b) > F_{0,975}$ (критическое значение) обычно истолковывается как показывающее, что $s_a^2(\nu_a)$ больше $s_b^2(\nu_b)$ на статистически значимую величину и что вероятность значения F (такая же большая как наблюдаемая, если две оценки были оценками одной и той же дисперсии) меньше, чем 0,05 и 0,025 соответственно (можно выбрать также и другие критические значения, например, такое, как $F_{0,99}$).

Н.5.2.4 Использование F -теста для данного числового примера дает:

$$F(v_a, v_b) = \frac{s_a^2}{s_b^2} = \frac{Ks^2(\bar{V}_j)}{s^2(V_{jk})} \quad (\text{H.27})$$

$$= \frac{5(57\mu V)^2}{(85\mu V)^2} = 2,25$$

при $v_a = J - 1 = 9$ степеней свободы в числителе и $v_b = J(K - 1) = 40$ степеней свободы в знаменателе. Поскольку $F_{0,95}(9,40) = 2,12$ и $F_{0,975}(9,40) = 2,45$, то делается вывод, что существует статистически значимая межсуточная погрешность на уровне 5 процентов, но не на уровне 2,5 процентов.

H.5.2.5 Если существование межсуточной погрешности отрицается, так как разница между s_a^2 и s_b^2 не рассматривается как статистически значимая (неразумное решение, так как оно может привести к недооценке неопределенности), оцененную дисперсию $s^2(\bar{V})$ для \bar{V} следует рассчитать из уравнения (H.24b). Это отношение эквивалентно суммированию оценок s_a^2 и s_b^2 (т.е. принятию средневзвешенного значения s_a^2 и s_b^2 , каждое из которых взвешено по соответствующим степеням свободы v_a и v_b - см. H.3.6, примечание) для получения наилучшей оценки дисперсии наблюдений; и делению этой оценки на число наблюдений JK для получения наилучшей оценки $s^2(\bar{V})$ дисперсии среднего арифметического наблюдений. Следуя этой процедуре, получают:

$$s^2(\bar{V}) = \frac{(J-1)s_a^2 + J(K-1)s_b^2}{JK(JK-1)} \quad (\text{H.28a})$$

$$= \frac{9(128\mu V)^2 + 40(85\mu V)^2}{(10)(5)(49)} = (13 \text{ мкВ})^2$$

$$\text{или } s(\bar{V}) = 13 \text{ мкВ} \quad (\text{H.28b})$$

с $s(\bar{V})$, имеющей $JK - 1 = 49$ степеней свободы.

Если предположить, что все поправки на систематические эффекты учтены и что все другие составляющие неопределенности незначительны, то результат калибровки можно указать, как $V_S =$

$\bar{V} = 10,000\ 0097$ В (см. Таблицу H.9) с суммарной стандартной неопределенностью $s(\bar{V}) = u_c = 13$ мкВ и с u_c , имеющей 49 степеней свободы.

ПРИМЕЧАНИЯ

1. На практике было бы вероятно, что существуют дополнительные составляющие неопределенности, которые были бы значительными и поэтому должны были бы быть объединены с составляющей неопределенности, полученной статистически из наблюдений (см. H.5.1, Примечание).

2. Можно показать, что уравнение (H.28a) для $s^2(\bar{V})$ эквивалентно уравнению (H.24b), записав двойную сумму, обозначенную как S , в это уравнение:

$$S = \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K [(V_{jk} - \bar{V}_j) + (\bar{V}_j - \bar{V})]^2$$

$$= (J-1)s_a^2 + J(K-1)s_b^2.$$

H.5.2.6 Если существование межсуточной погрешности принимается (разумное решение, так как оно позволяет избежать возможной недооценки неопределенности) и предполагается, что она случайна, то дисперсия $s^2(\bar{V}_j)$, рассчитанная из $J = 10$ ежедневных средних значений в соответствии с уравнением (H.25d), оценивает не σ_w^2 / K , как указано в п.5.2.2, а $\sigma_w^2 / K + \sigma_B^2$, где σ_B^2 - межсуточная случайная составляющая дисперсии. Это подразумевает, что

$$s^2(\bar{V}_j) = s_w^2 / K + s_B^2, \quad (\text{H.29})$$

где s_w^2 оценивает σ_w^2 , а s_B^2 оценивает σ_B^2 . Поскольку $s^2(V_{jk})$, рассчитанное из уравнения (H.26b), зависит только от изменчивости наблюдений в течение одного дня, можно принять $s_w^2 = s^2(V_{jk})$. Таким образом, отношение $Ks^2(\bar{V}_j) / s^2(V_{jk})$, используемое для F -теста в H.5.2.4, становится:

$$F = \frac{Ks^2(\bar{V}_j)}{s^2(V_{jk})} = \frac{s_W^2 + Ks_B^2}{s_W^2} \quad (\text{H.30})$$

$$= \frac{5(57\mu V)^2}{(85\mu V)^2} = 2,25,$$

которое затем ведет к:

$$s_B^2 = \frac{Ks^2(\bar{V}_j) - \overline{s^2(V_{jk})}}{K} \quad (\text{H.31a})$$

$$= (43 \text{ мкВ})^2 \quad \text{или} \quad s_B = 43 \text{ мкВ},$$

$$s_W^2 = \overline{s^2(V_{jk})} = (85\mu V)^2$$

$$\text{или} \quad s_W = 85 \text{ мкВ}. \quad (\text{H.31b})$$

Оцененная дисперсия \bar{V} получается из $s^2(\bar{V}_j)$, уравнение (H.25d), так как $s^2(\bar{V}_j)$ должным образом отражает как однодневную, так и межсуточную случайные составляющие дисперсии [см. уравнение (H.29)]. Таким образом,

$$s^2(\bar{V}) = s^2(\bar{V}_j) / J \quad (\text{H.32})$$

$$= (57 \text{ мкВ})^2 / 10 \quad \text{или} \quad s(\bar{V}) = 85 \text{ мкВ}$$

при $s(\bar{V})$, имеющем $J - 1 = 9$ степеней свободы.

Степени свободы s_W^2 (и, таким образом, s_W) составляют $J(K - 1) = 40$ [см. уравнение (H.26b)]. Степени свободы s_B^2 (и, таким образом, s_B) являются эффективными степенями свободы разности $s_B^2 = s^2(\bar{V}_j) - \overline{s^2(V_{jk})} / K$ [уравнение (H.31a)], но их оценивание проблематично.

Н.5.2.7 Наилучшая оценка разности потенциалов эталона напряжения составляет тогда $V_s = \bar{V} = 10,000\ 097$ В при $s(\bar{V}) = u_c = 18$ мкВ, как дано в уравнении (H.32). Это значение u_c и его 9 степеней свободы должны сравниваться с $u_c = 13$ мкВ и его 49 степенями свободы - результатом, полученным в Н.5.2.5 [уравнение (H.28b)], когда существование межсуточного эффекта отрицалось.

При реальном измерении очевидный межсуточный эффект должен исследо-

ваться дальше, если возможно, для того, чтобы определить его причину и то, существует ли систематический эффект, который отвергает использование методов ANOVA. Как было указано в начале этого примера, методы ANOVA предназначены для идентификации и оценивания составляющих неопределенности, возникающих из-за случайных эффектов; они не могут предоставить информацию о составляющих, возникающих из-за систематических эффектов.

Н.5.3 Роль ANOVA в измерении

Н.5.3.1 Этот пример с эталоном напряжения иллюстрирует то, что обычно называют уравновешенной одноэтапной гнездовой структурой. Эта гнездовая структура одноэтапна, потому что существует один уровень "гнездования" наблюдений с одним фактором - день, в который проводятся наблюдения, меняется при измерении. Она уравновешена, потому что каждый день проводится одинаковое число наблюдений. Анализ, представленный в примере, можно использовать для того, чтобы определить, существует ли "эффект оператора", "инструментальный эффект", "лабораторный эффект", "эффект образца" или даже "методический эффект" в конкретном измерении. Таким образом, в этом примере можно представить себе замену наблюдений, сделанных в разные дни J , на наблюдения, сделанные в один и тот же день, но J разными операторами; межсуточная составляющая дисперсии становится тогда составляющей дисперсии, связанной с разными операторами.

Н.5.3.2 Как указано в Н.5, методы ANOVA широко используются при сертификации стандартных образцов (СО) путем межлабораторных испытаний. Такая сертификация обычно подразумевает участие ряда независимых, одинаково компетентных лабораторий, измеряющих образцы вещества на свойство, по которому это вещество должно быть сертифицировано. Обыч-

но предполагается, что расхождения между отдельными результатами как внутри одной лаборатории, так и между лабораториями, являются статистическими по природе, независимо от причин. Каждое лабораторное среднее значение считается несмещенной оценкой свойства вещества, и обычно невзвешенное среднее лабораторных средних значений предполагается наилучшей оценкой этого свойства.

Сертификация СО может включать I разных лабораторий, каждая из которых измеряет требуемое свойство J разных образцов вещества, причем каждое измерение образца состоит из K независимых повторных наблюдений. Таким образом, общее число наблюдений равно IJK , а общее число образцов равно IJ . Это пример уравновешенной двухэтапной гнездовой структуры, аналогичной одноэтапному примеру для эталона напряжения, описанному выше. В этом случае существуют два уровня "гнездования" наблюдений с двумя различными факторами - образец и лаборатория, которые изменяются при измерении. Структура является уравновешенной, так как каждый образец наблюдается одинаковое число раз (K) в каждой лаборатории, и каждая лаборатория измеряет одинаковое число образцов (J). Далее, по аналогии с примером эталона напряжения, в случае с СО целью анализа данных является исследование возможного существования межобразцовых и межлабораторных эффектов и определение соответствующей неопределенности, которую можно приписать наилучшей оценке значения свойства, подлежащего сертификации. В соответствии с предыдущим параграфом предполагается, что эта оценка является средним из J лабораторных средних значений, которая также является средним значением IJK наблюдений.

Н.5.3.3 В 3.4.2 указана важность изменения входных величин, от которых зависит результат измерения, так как его неопределенность зависит от дан-

ных наблюдений, оцениваемых статистически. Гнездовые структуры и анализ результатов методами ANOVA можно с успехом использовать во многих измерительных ситуациях, встречающихся на практике.

Тем не менее, как указано в 3.4.1, изменение всех входных величин редко является возможным из-за ограниченности во времени и ресурсах; в лучшем случае, в большинстве измерительных ситуаций на практике можно оценить только несколько составляющих неопределенности, используя методы ANOVA. Как указано в п.4.3.1, многие составляющие должны оцениваться с помощью научного суждения, используя всю имеющуюся информацию о возможной изменчивости рассматриваемых входных величин; во многих случаях такая составляющая неопределенности, как та, которая возникает из-за межобразцовых, межлабораторных, межприборных или межоператорных эффектов, не может быть оценена путем статистического анализа ряда наблюдений, а должна оцениваться из совокупности имеющейся информации.

Н.6 Измерения по эталонной шкале: твердость

Твердость является примером физического свойства, которое нельзя количественно определить без ссылки на метод измерения; она не имеет единицы, которая независима от такого метода. Величина "твердость" непохожа на классические измеряемые величины тем, что она не может войти в алгебраические уравнения для определения других измеряемых величин (хотя она иногда используется в эмпирических уравнениях, которые относят "твердость" к другому свойству для некоторой категории веществ). Ее величина определяется путем условного измерения, которое имеет линейную размерность отпечатка на плитке интересующего вещества, или на *образцовой плитке*. Измерение проводится в соответствии с изданным стандартом, который включает описание "наконечника", конструкцию машины, с помощью которой вдавливаются наконечник, и способ, каким управляется машина. Существует более одного изданного стандарта, поэтому существует более одной шкалы твердости.

Указываемая твердость является функцией (зависящей от шкалы) линейного размера, который измеряют. В примере, данном в этом подразделе, она является линейной функцией от среднего арифметического или среднего значения глубин пяти повторных отпечатков, но для некоторых других шкал функция нелинейна.

Реализации эталонной машины считаются национальными эталонами (не существует международной эталонной реализации); сличение между конкретной машиной и *национальной эталонной машиной* производится с помощью *образца сравнения твердости*.

Н.6.1 Измерительная задача

В этом примере твердость образца твердости материала определяется по шкале твердости "Роквелл С", используя установку, которая была откалибрована по национальной эталонной установке. Деление шкалы твердости Роквелл С составляет 0,002 мм, причем твердость на этой шкале определяется, как $100 \times (0,002 \text{ мм})$ минус среднее арифметическое глубин пяти отпечатков, измеренных в мм. Значение этой величины, деленное на единицу шкалы Роквелл С 0,002 мм, называется "показателем твердости HRC". В этом примере величина называется просто "твердость" с обозначением $h_{\text{Роквелл С}}$, и численное значение твердости, выраженное в единицах длины шкалы Роквелл С, называется "показателем твердости" с обозначением $H_{\text{Роквелл С}}$.

Н.6.2 Математическая модель

К среднему арифметическому глубин оттисков, сделанных в образце твердости установкой для ее определения или *калибровочной установкой* необходимо добавить поправки для определения среднего арифметического глубин оттисков, которые были бы сделаны в том же самом образце национальной эталонной установкой. Таким образом,

$$h_{\text{Роквелл С}} = f(\bar{d}, \Delta_c, \Delta_b, \Delta_s) \\ = 100(0,002 \text{ мм}) - \bar{d} - \Delta_c - \Delta_b - \Delta_s, \quad (\text{Н.33а})$$

$$H_{\text{Роквелл С}} = h_{\text{Роквелл С}} / (0,002 \text{ мм}), \quad (\text{Н.33б})$$

где \bar{d} - среднее арифметическое глубин пяти оттисков, сделанных калибровочной установкой в образце твердости;

Δ_c - поправка, полученная из сличения калибровочной установки с национальной эталонной установкой, используя образец эталона сравнения, равная среднему арифметическому глубин $5m$ оттисков, сделанных национальной

эталонной установкой в этом образце, минус среднее арифметическое глубин $5n$ оттисков, сделанных в том же самом образце калибровочной установкой;

Δ_b - разница в твердости (выраженная как разность средней глубины оттисков) между двумя частями образца эталона сравнения, использованных, соответственно, для оттисков двумя установками, предполагаемая равной нулю; и

Δ_s - погрешность, обусловленная недостаточной воспроизводимостью национальной эталонной установки и неполным количественным определением твердости. Хотя Δ_s должна предположительно быть равной нулю, она имеет стандартную неопределенность $u(\Delta_s)$, связанную с ней.

Поскольку частные производные $\partial f/\partial \bar{d}$, $\partial f/\partial \Delta_c$, $\partial f/\partial \Delta_b$ и $\partial f/\partial \Delta_s$ функции уравнения (Н.33а) все равны -1 , суммарная стандартная неопределенность $u_c^2(h)$ твердости образца, измеренная калибровочной установкой, просто дается формулой:

$$u_c^2(h) = u^2(\bar{d}) + u^2(\Delta_c) + u^2(\Delta_b) + u^2(\Delta_s), \quad (\text{Н.34})$$

где для простоты записи $h \equiv h_{\text{Роквелл С}}$.

Н.6.3 Составляющие дисперсии

Н.6.3.1 Неопределенность средней глубины оттисков \bar{d} образца твердости, $u(\bar{d})$

Неопределенность повторных наблюдений. Строгое повторение наблюдения невозможно, так как новый отпечаток нельзя сделать на месте предыдущего. Поскольку каждый отпечаток должен быть сделан в новом месте, любое изменение в результатах включает эффект изменения твердости между различными мес-

тами. Таким образом, $u(\bar{d})$, стандартная неопределенность среднего арифметического глубин пяти оттисков в образце твердости, сделанных калибровочной установкой, берется, как $s_p(d_k)/\sqrt{5}$, где $s_p(d_k)$ есть суммарное экспериментальное стандартное отклонение глубин оттисков, определенных "повторными" измерениями на образце, о котором известно, что он имеет весьма однородную твердость (см. 4.2.4).

Неопределенность показания. Хотя поправка к \bar{d} , обусловленная дисплеем калибровочной установки, равна нулю, существует неопределенность в \bar{d} , обусловленная неопределенностью показания глубины из-за разрешения δ дисплея, которая дана формулой $u^2(\delta) = \delta^2/12$ (см. F.2.2.1). Оцененная дисперсия \bar{d} , таким образом, равна:

$$u^2(\bar{d}) = s^2(d_k)/5 + \delta^2/12. \quad (\text{Н.35})$$

Н.6.3.2 Неопределенность поправки на расхождение между двумя установками, $u(\Delta_c)$

Как указано в Н.6.2, Δ_c является поправкой на расхождение между национальной эталонной и калибровочной установками. Эта поправка может быть выражена, как $\Delta_c = Z_s - Z'$, где $Z_s = (\sum_{i=1}^m \bar{z}_{s,i})/m$ есть средняя глубина $5m$ оттисков, сделанных национальной эталонной установкой в образце эталона сравнения; и $Z' = \sum_{i=1}^n \bar{z}_i/n$ - средняя глубина $5n$ оттисков, сделанных в том же самом образце калибровочной установкой. Таким образом, предполагая, что для сличения неопределенность, обусловленная разрешением дисплея каждой установки, пренебрежимо мала, оцененная дисперсия Δ_c составляет:

$$u^2(\Delta_c) = \frac{s_{cp}^2(\bar{z}_s)}{m} + \frac{s_{cp}^2(\bar{z})}{n}, \quad (\text{Н.36})$$

где:

$s_{cp}^2(\bar{Z}_s) = \left[\sum_{i=1}^m s^2(\bar{Z}_{s,i}) \right] / m$ - среднее арифметическое экспериментальных дисперсий средних значений каждой из m рядов оттисков $Z_{s,ik}$, сделанных эталонной установкой;

$s_{cp}^2(\bar{Z}) = \left[\sum_{i=1}^n s^2(\bar{Z}_i) \right] / n$ - среднее арифметическое экспериментальных дисперсий средних значений каждой из n рядов оттисков $Z_{i,k}$, сделанных калибровочной установкой.

Примечание - Дисперсии $s_{cp}^2(\bar{Z}_s)$ и $s_{cp}^2(\bar{Z})$ являются суммарными оценками дисперсии - см. обсуждение уравнения (Н.26.б) в Н.5.2.2.

Н.6.3.3 Неопределенность поправки, обусловленной изменениями твердости образца эталона сравнения, $u(\Delta_b)$

Международная рекомендация МОЗМ R12 *Проверка и калибровка эталонных образцов твердости по Роквеллу С* требует, чтобы максимальная и минимальная глубины оттисков, полученных из пяти измерений на образце эталона сравнения, не должны отличаться больше, чем на долю x средней глубины отпечатка, где x - функция уровня твердости. Пусть тогда максимальное расхождение в глубинах отпечатка на всем образце будет xz' , где z' определено в Н.6.3.2 с $n = 5$. Пусть также максимальное расхождение будет описано

Таблица Н.10 - Сводные данные для определения твердости образца по шкале Роквелла С

Источник неопределенности	Значение
Средняя глубина \bar{d} пяти оттисков, сделанных калибровочной установкой в образце: 0,072 мм	36,0 единиц по шкале Роквелла
Указанный показатель твердости образца из 5 оттисков: $H_{\text{Роквелл С}} = h_{\text{Роквелл С}} / (0,002 \text{ мм}) = [100(0,002 \text{ мм}) - 0,072 \text{ мм}] / (0,002 \text{ мм})$ (см. Н.6.1)	64,0 HRC
Суммарное экспериментальное стандартное отклонение $s_p(d_k)$ глубин оттисков, сделанных калибровочной установкой в образце, имеющем однородную твердость	0,45 единиц по шкале Роквелла
Разрешение δ дисплея калибровочной установки	0,1 единиц по шкале Роквелла
$s_{cp}(\bar{Z}_s)$, квадратный корень из среднего арифметического экспериментальных дисперсий средних значений m рядов оттисков, сделанных национальной эталонной установкой в образце эталона сравнения	0,10 единиц по шкале Роквелла, $m = 6$
$s_{cp}(\bar{Z})$, квадратный корень из среднего арифметического экспериментальных дисперсий средних значений n рядов оттисков, сделанных калибровочной установкой в образце эталона сравнения	0,11 единиц по шкале Роквелла, $n = 6$
Допустимое изменение x глубины проникновения в образец эталона сравнения	$1,5 \times 10^{-2}$
Стандартная неопределенность $u(\Delta_s)$ национальной эталонной установки и определения твердости	0,5 единиц по шкале Роквелла

треугольным распределением вероятностей вокруг значения $xz'/2$ (при по-

хожем предположении, что значения, близкие к центральному значению, бо-

лее вероятны, чем экстремальные значения - см. 4.3.9). Тогда, если в уравнении (9b) в 4.3.9 $a = xz'/2$, то оцененная дисперсия поправки к средней глубине оттисков, обусловленная расхождениями в твердости и представленная, соответственно, для эталонной и калибровочной установок, составляет:

$$u^2(\Delta_b) = (xz')^2/24. \quad (\text{H.37})$$

Как указано в Н.6.2, предполагается, что наилучшая оценка поправки самого Δ_b равна нулю.

Н.6.3.4 Неопределенность национальной эталонной установки и определения твердости, $u(\Delta_S)$

Неопределенность национальной эталонной установки вместе с неопределенностью, обусловленной неполным количественным определением твердости, приводится в отчете как оценка стандартного отклонения $u(\Delta_S)$ (величина с размерностью длины).

Н.6.4 Суммарная стандартная неопределенность, $u_c(h)$

Собирание отдельных членов, рассмотренных в пунктах с Н.6.3.1 по Н.6.3.4, и их подстановка в уравнение (Н.34) дает оценку дисперсии измерения твердости

$$u_c^2(h) = \frac{s^2(d_k)}{5} + \frac{\delta^2}{12} + \frac{s_{cp}^2(\bar{z}_S)}{m} \quad (\text{H.38})$$

$$+ \frac{s_{cp}^2(\bar{z})}{n} + \frac{(xz')^2}{24} + u^2(\Delta_S)$$

и суммарной стандартной неопределенности - $u_c(h)$.

Н.6.5 Числовой пример

Данные для этого примера приведены в таблице Н.10.

В качестве шкалы используется шкала Роквелла С, обозначаемая HRC. Единица шкалы Роквелла составляет 0,002 мм, и, таким образом, в таблице Н.10 и

далее понимается, что (например) "36,0 единиц по шкале Роквелла" означает $36,0 \times (0,002 \text{ мм}) = 0,072 \text{ мм}$, и это является просто удобным способом для выражения данных и результатов.

Если значения для соответствующих величин, приведенные в таблице Н.10, подставить в уравнение (Н.38), то получим следующие два выражения:

$$u_c^2(h) = \left[\frac{0,45^2}{5} + \frac{0,1^2}{12} + \frac{0,10^2}{6} + \frac{0,11^2}{6} + \frac{(0,015 \times 36,0)^2}{24} + 0,5^2 \right] \text{ (единиц по шкале Роквелла)}^2$$

$$= 0,307 \text{ (единиц по шкале Роквелла)}^2,$$

$$u_c(h) = 0,55 \text{ единиц по шкале Роквелла} = 0,0011 \text{ мм},$$

где в целях расчета неопределенности будет допустимо принять $z' = \bar{d} = 36,0$ единиц по шкале Роквелла.

Таким образом, если предположить, что $\Delta_c = 0$, то твердость образца составляет:

$$h_{\text{Роквелл С}} = 64,0 \text{ единиц по шкале Роквелла или } 0,1280 \text{ мм при суммарной стандартной неопределенности } u_c = 0,55 \text{ единиц по шкале Роквелла или } 0,0011 \text{ мм}.$$

Показатель твердости образца составляет $h_{\text{Роквелл С}}/(0,002 \text{ мм}) = (1280 \text{ мм})/(0,002 \text{ мм})$ или:

$$H_{\text{Роквелл С}} = 64,0 \text{ HRC при суммарной стандартной неопределенности } u_c = 0,55 \text{ HRC}.$$

Кроме составляющей неопределенности, обусловленной национальной эталонной установкой и определением твердости $u(\Delta_S) = 0,5$ единиц по шкале Роквелла, значительными составляющими неопределенности являются воспроизводимость установки $s_p(d_k)/\sqrt{5} = 0,20$ единиц по шкале Роквелла и изменение твердости образца эталона срав-

нения, которое составляет $(xz')^2/24 = 0,11$ единиц по шкале Роквелла. Число эффективных степеней свободы u_c можно оценить, используя формулу Велча - Саттерсвейта так, как показано в Н.1.6.

Приложение J

Словарь основных символов

a	Половина ширины прямоугольного распределения возможных значений входной величины X_i : $a = (a_+ - a_-)/2$	$y \pm U$, имеющий высокий уровень доверия
a_+	Верхняя граница или верхний предел входной величины X_i	k_p Коэффициент охвата, применяемый для вычисления расширенной неопределенности $U_p = k_p u_c(y)$ оценки выходной величины y по ее суммарной стандартной неопределенности $u_c(y)$, где U_p определяет интервал $Y = y \pm U_p$, имеющий высокий заданный уровень доверия
a_-	Нижняя граница или нижний предел входной величины X_i	n Число повторных наблюдений
b_+	Верхняя граница или верхний предел отклонения входной величины X_i от ее оценки x_i : $b_+ = a_+ - x_i$	N Число входных величин X_i , от которых зависит измеряемая величина Y
b_-	Нижняя граница или нижний предел отклонения входной величины X_i от ее оценки x_i : $b_- = x_i - a_-$	p Вероятность; уровень доверия: $0 \leq p \leq 1$
c_i	Частная производная или коэффициент чувствительности: $c_i \equiv \frac{\partial f}{\partial x_i}$	q Случайно изменяющаяся величина, описываемая распределением вероятностей
f	Функциональная зависимость между измеряемой величиной Y и входными величинами X_i , от которых зависит Y , и между оценкой выходной величины y и оценками входных величин x_i	\bar{q} Среднее арифметическое или среднее значение n независимых повторных наблюдений q_k случайно изменяющейся величины q ; оценка математического ожидания или среднего μ_q распределения вероятностей q
$\frac{\partial f}{\partial x_i}$	Частная производная по входной величине X_i функциональной зависимости между измеряемой величиной Y и входными величинами X_i , от которых зависит Y , выраженная в оценках x_i для X_i : $\frac{\partial f}{\partial x_i} = \frac{\partial f}{\partial X_i} \Big _{x_1, x_2, \dots, x_N}$	q_k k -ое независимое повторное наблюдение случайно изменяющейся величины q
k	Коэффициент охвата, применяемый для вычисления расширенной неопределенности $U = k u_c(y)$ оценки выходной величины y из ее суммарной стандартной неопределенности $u_c(y)$, где U определяет интервал $Y =$	$r(x_i, x_j)$ Оцененный коэффициент корреляции, связанный с оценками x_i и x_j входных величин X_i и X_j : $r(x_i, x_j) = u(x_i, x_j) / u(x_i)u(x_j)$
		$r(\bar{X}_i, \bar{X}_j)$ Оцененный коэффициент корреляции между средними значениями входных величин \bar{X}_i и \bar{X}_j , определенными по n независимым парам наблюдений $X_{i,k}$ и $X_{j,k}$ вели-

- чин X_i и X_j : $r(\bar{X}_i, \bar{X}_j) = s(\bar{X}_i, \bar{X}_j) / (s(\bar{X}_i) s(\bar{X}_j))$
- $r(y_i, y_j)$ Оцененный коэффициент корреляции, связанный с оценками y_i и y_j выходных величин, когда в рамках одного измерения определяются две или более измеряемых или выходных величин
- s_p^2 Суммарная или объединенная оценка дисперсии
- s_p Суммарное экспериментальное стандартное отклонение, равное положительному квадратному корню из s_p^2
- $s^2(\bar{q})$ Экспериментальная дисперсия среднего значения \bar{q} ; оценка дисперсии σ^2/n среднего значения \bar{q} : $s^2(\bar{q}) = s^2(q_k)/n$; оцененная дисперсия, полученная из оценивания по типу А
- $s(\bar{q})$ Экспериментальное стандартное отклонение среднего значения \bar{q} , равное положительному квадратному корню из $s^2(\bar{q})$; $s(\bar{q})$ - смещенная оценка $\sigma(\bar{q})$ (см. С.2.21, Примечание); стандартная неопределенность, оцененная по типу А
- $s^2(q_k)$ Экспериментальная дисперсия, полученная по n независимым повторным наблюдениям q_k величины q ; оценка дисперсии σ^2 распределения вероятностей величины q
- $s(q_k)$ Экспериментальное стандартное отклонение, равное положительному квадратному корню из $s^2(q_k)$; $s(q_k)$ - смещенная оценка стандартного отклонения σ распределения вероятностей величины q
- $s^2(\bar{X}_i)$ Экспериментальная дисперсия среднего значения \bar{X}_i входной величины, полученная по n независимым повторным наблюдениям $X_{i,k}$ величины X_i ; оцененная дисперсия, полученная из оценивания по типу А
- $s(\bar{X}_i)$ Экспериментальное стандартное отклонение среднего значения \bar{X}_i входной величины, равное положительному квадратному корню из $s^2(\bar{X}_i)$; стандартная неопределенность, оцененная по типу А
- $s(\bar{q}, \bar{r})$ Оценка ковариации средних значений \bar{q} и \bar{r} , оценивающих математические ожидания μ_r и μ_q двух случайно изменяющихся величин q и r , полученная по n независимым парам одновременных повторных наблюдений r_k и q_k величин r и q ; оцененная ковариация, полученная из оценивания по типу А
- $s(\bar{X}_i, \bar{X}_j)$ Оценка ковариации средних значений входных величин \bar{X}_i и \bar{X}_j , полученная по n независимым парам одновременных повторных наблюдений $X_{i,k}$ и $X_{j,k}$ величин X_i и X_j ; оцененная ковариация, полученная из оценивания по типу А
- $t_p(\nu)$ t -фактор из t -распределения при числе степеней свободы ν , отвечающей заданной вероятности p
- $t_p(\nu_{eff})$ t -фактор из t -распределения при числе степеней свободы ν_{eff} , отвечающей заданной вероятности p и используемый для вычисления расширенной неопределенности U_p
- $u^2(x_i)$ Оцененная дисперсия, связанная с оценкой x_i входной величины X_i
- Примечание - Когда x_i определяют из среднего арифметического или среднего n независимых повторных наблюдений, $u^2(x_i) = s^2(\bar{X}_i)$ является оцененной дисперсией, полученной из оценивания по типу А
- $u(x_i)$ Стандартная неопределенность оценки x_i входной величины X_i

- равная положительному квадратному корню из $u^2(x_i)$.
- Примечание - Когда x_i определяют из среднего арифметического или среднего n независимых повторных наблюдений, то $u(x_i) = s(\bar{X}_i)$ - стандартная неопределенность, полученная из оценивания по типу А
- $u(x_i, x_j)$ Оцененная ковариация, связанная с двумя оценками x_i и x_j входных величин X_i и X_j
- Примечание - Когда x_i и x_j определяют из n независимых пар одновременных повторных наблюдений, то $u(x_i, x_j) = s^2(\bar{X}_i, \bar{X}_j)$ является оцененной ковариацией, полученной из оценивания по типу А
- $u_c^2(y)$ Суммарная дисперсия, связанная с оценкой y выходной величины
- $u_c(y)$ Суммарная стандартная неопределенность оценки y выходной величины, равная положительному квадратному корню из $u_c^2(y)$
- $u_{cA}(y)$ Суммарная стандартная неопределенность оценки y выходной величины, определенная по стандартным неопределенностям и оцененным только по типу А ковариациям
- $u_{cB}(y)$ Суммарная стандартная неопределенность оценки y выходной величины, определенная по стандартным неопределенностям и оцененным только по типу В ковариациям
- $u_c(y_i)$ Суммарная стандартная неопределенность оценки y_i выходной величины, когда две или более измеряемых или выходных величин определяются в ходе одного и того же измерения
- $u_i^2(y)$ Составляющая суммарной дисперсии $u_c^2(y)$, связанная с оценкой y выходной величины и обусловленная наличием оцененной дисперсии $u^2(x_i)$ оценки входной величины x_i : $u_i^2(y) \equiv [c_i u(x_i)]^2$
- $u_i(y)$ Составляющая суммарной стандартной неопределенности $u_c(y)$ оценки y выходной величины, обусловленная стандартной неопределенностью оценки входной величины x_i : $u_i(y) \equiv |c_i| u(x_i)$
- $u(y_i, y_j)$ Оцененная ковариация, связанная с оценками y_i и y_j выходных величин, определенных в ходе одного и того же измерения
- $u(x_i)/|x_i|$ Относительная стандартная неопределенность оценки x_i входной величины
- $u_c(y)/|y|$ Относительная суммарная стандартная неопределенность оценки y выходной величины
- $[u(x_i)/x_i]^2$ Оцененная относительная дисперсия, связанная с оценкой x_i входной величины
- $[u_c(y)/y]^2$ Относительная суммарная дисперсия, связанная с оценкой y выходной величины
- $\frac{u(x_i, x_j)}{|x_i x_j|}$ Оцененная относительная ковариация, связанная с оценками x_i и x_j входных величин
- U Расширенная неопределенность оценки y выходной величины, определяющая интервал $Y = y \pm U$, имеющий высокий уровень доверия, равная суммарной стандартной неопределенности $u_c(y)$ величины y , умноженной на коэффициент охвата k : $U = k u_c(y)$
- U_p Расширенная неопределенность оценки y выходной величины, определяющая интервал $Y = y \pm U_p$, имеющий высокий заданный уровень доверия p , равная суммарной стандартной неопределенности $u_c(y)$ величины y , умноженной на коэффициент охвата k_p : $U_p = k_p u_c(y)$
- x_i Оценка входной величины X_i

	Примечание - Когда x_i определяют из среднего арифметического или среднего n независимых повторных наблюдений, то $x_i = \bar{X}_i$	v_{eff}	Число эффективных степеней свободы $u_c(y)$, используемых, чтобы получить $t_p(v_{eff})$ для вычисления расширенной неопределенности U_p
X_i	i -ая входная величина, от которой зависит измеряемая величина Y	v_{effA}	Число эффективных степеней свободы суммарной стандартной неопределенности, определенной по стандартным неопределенностям, оцененным только по типу А
	Примечание - X_i может быть как физической величиной, так и случайной переменной (см. 4.1.1, Примечание 1)	v_{effB}	Число эффективных степеней свободы суммарной стандартной неопределенности, определенной по стандартным неопределенностям, оцененным только по типу В
\bar{X}_i	Оценка значения входной величины X_i , равная среднему арифметическому или среднему n независимых повторных наблюдений $X_{i,k}$ величины X_i	σ^2	Дисперсия распределения вероятностей (например) случайно изменяющейся величины q , оцененная с помощью $s^2(q_k)$
$X_{i,k}$	k -ое независимое повторное наблюдение величины X_i	σ	Стандартное отклонение распределения вероятностей, равное положительному квадратному корню из σ^2 ; $s(q_k)$ - смещенная оценка σ
y	Оценка измеряемой величины Y ; результат измерения; оценка выходной величины	$\sigma^2(\bar{q})$	Дисперсия \bar{q} , равная σ^2/n , оцененная с помощью $s^2(\bar{q}) = s^2(q_k) / n$
y_i	Оценка измеряемой величины Y_i , когда две или более измеряемых величин определяются в ходе одного и того же измерения	$\sigma(\bar{q})$	Стандартное отклонение \bar{q} , равное положительному квадратному корню из $\sigma^2(\bar{q})$; $s(\bar{q})$ - смещенная оценка $\sigma(\bar{q})$
Y	Измеряемая величина	$\sigma^2[s(\bar{q})]$	Дисперсия экспериментального стандартного отклонения $s(\bar{q})$ величины \bar{q}
$\frac{\Delta u(x_i)}{u(x_i)}$	Оцененная относительная неопределенность стандартной неопределенности $u(x_i)$ оценки x_i входной величины	$\sigma[s(\bar{q})]$	Стандартное отклонение экспериментального стандартного отклонения $s(\bar{q})$ величины \bar{q} , равное положительному квадратному корню из $\sigma^2[s(\bar{q})]$
μ_q	Математическое ожидание или среднее распределения вероятностей случайно изменяющейся величины q		
ν	Число степеней свободы (в общем случае)		
ν_i	Число степеней свободы или число эффективных степеней свободы стандартной неопределенности $u(x_i)$ оценки x_i входной величины		

Приложение К

Библиография

- [1] CIPM (1980), *BIPM Proc.-Verb. Com. Int. Poids et Mesures* **48**, C1-C30 (in French); BIPM (1980), *Rapport BIPM-80/3, Report on the BIPM enquiry on error statements*, Bur. Intl. Poids et Mesures (Sèvres, France) (in English).

- [2] Kaarls, R. (1981), *BIPM Proc.-Verb. Com. Int. Poids et Mesures* **49**, A1-A12 (in French); Giacomo, P. (1981), *Metrologia* **17**, 73-74 (in English).

ПРИМЕЧАНИЕ - Английский перевод Рекомендации INC-1 (1980), приведенный во Введении к данному *Руководству* (см. 0.7), представляет собой окончательный вариант Рекомендации и взят из внутреннего отчета МБМВ. Он не противоречит авторизованному французскому тексту, представленному в *BIPM Proc.-Verb. Com. Int. Poids et Mesures* **49**, и воспроизведен в А.1 приложения А настоящего *Руководства*. Английский перевод Рекомендации INC-1 (1980), приведенный в журнале *Metrologia* **17**, представляет собой проект и слегка отличается от перевода, приведенного во внутреннем отчете МБМВ и, следовательно, в 0.7.

- [3] CIPM (1981), *BIPM Proc.-Verb. Com. Int. Poids et Mesures* **49**, 8-9, 26 (in French); Giacomo, P. (1982), *Metrologia* **18**, 43-44 (in English).

- [4] CIPM (1986), *BIPM Proc.-Verb. Com. Int. Poids et Mesures* **54**, 14, 35 (in French); Giacomo, P. (1987), *Metrologia* **24**, 49-50 (in English).

- [5] ISO 5725: 1986, *Точность методов испытаний - Определение сходимости и воспроизводимости образцового метода испытаний по результатам межлабораторных сличений*, Международная организация по стандартизации (Женева, Швейцария).

ПРИМЕЧАНИЕ - Данный стандарт в настоящее время пересматривается. Исправленное издание имеет новое название "Точность (достоверность и прецизионность) методов и результатов измерений" и состоит из 6 частей.

- [6] *International vocabulary of basic and general terms in metrology, Международный словарь основных и общих терминов в метрологии*, второе издание, 1993, Международная организация по стандартизации (Женева, Швейцария).

Аббревиатура заглавия этого словаря - VIM.

ПРИМЕЧАНИЯ

1 Определения терминов, приведенных в приложении В, взяты из пересмотренного английского текста словаря VIM в его окончательной форме перед публикацией.

2 Вторая редакция VIM опубликована Международной организацией по стандартизации (ИСО) от имени следующих семи организаций, участвующих в работе Технической Консультативной Группы 4 ИСО (TAG 4), группы, содействовавшей созданию VIM:

- Международного бюро мер и весов (МБМВ), Международной электротехнической комиссии (МЭК), Международной федерации клинической химии (IFCC), ИСО, Международного союза чистой и прикладной химии (IUPAC), Международного союза чистой и прикладной физики (IUPAP) и Международной организации по законодательной метрологии (МОЗМ).
- 3 Первая редакция VIM опубликована ИСО в 1984 г. от имени МБМВ, МЭК, ИСО и МОЗМ.
- [7] ISO 3534-1:1993, *Статистика - Словарь и обозначения - Часть 1: Вероятность и общие статистические термины*, Международная организация по стандартизации (Женева, Швейцария).
- [8] Fuller, W. A. (1987), *Measurement error models (Модели погрешностей измерения)*, John Wiley (New York, N.Y.).
- [9] Allan, D. W. (1987), *IEEE Trans. Instrum. Meas.* **IM-36**, 646-654.
- [10] Dietrich, C.F. (1991), *Uncertainty, calibration and probability (Неопределенность, калибровка и вероятность)*, вторая редакция, Adam-Hilger (Bristol).
- [11] Muller, J.W. (1979), *Nucl. Instrum. Meth.* **163**, 241-251.
- [12] Muller, J.W. (1984), in *Precision measurement and fundamental constants II (Прецизионные измерения и фундаментальные константы II)*, Taylor, B. N., and Phillips, W. D., eds., Natl. Bur. Stand. (U.S.) Spec. Publ. 617, US GPO (Washington, D.C.), 375-381.
- [13] Jeffreys, H. (1983), *Theory of probability (Теория вероятностей)*, третья редакция, Oxford University Press (Oxford).
- [14] Press, S. J. (1989), *Bayesian statistics: principles, models, and applications (Байесовская статистика: принципы, модели и приложения)*, John Wiley (New York, N.Y.).
- [15] Vox, G. E. P., Hunter, W. G. and Hunter, J. S. (1978), *Statistics for experimenters (Статистика для экспериментаторов)*, John Wiley (New York, N.Y.).
- [16] Welch, B. L. (1936), *J. R. Stat. Soc. Suppl.* **3**, 29-48; (1938), *Biometrika* **29**, 350-362; (1947), *ibid.* **34**, 28-35.
- [17] Fairfield-Smith, H. (1936), *J. Counc. Sci. Indust. Res. (Australia)* **9**(3), 211.
- [18] Satterthwaite, F. E. (1941), *Psychometrika* **6**, 309-316; (1946) *Biometrics Bull.* **2**(6), 110-114.
- [19] ISO Guide 35:1989, *Certification of reference materials - General and statistical principles (Сертификация стандартных образцов - Общие и статистические принципы)*, Международная организация по стандартизации (Женева, Швейцария).
- [20] Barker, T. B. (1985), *Quality by experimental design (Качество планированием эксперимента)*, Marcel Dekker (New York, N.Y.).

доверительные интервалы, их распространение Е.3.3
 допуск, безопасный см. безопасный допуск
 допустимый интервал, статистический
 С.2.30, Примечание 2

Е

единица, использование для нее значения, принятого для эталона 3.4.6, 4.2.8,
 Примечание

З

заимствованное входное значение или величина F.2.3, F.2.3.1
 законодательная метрология 3.4.5
 значение величины 3.1.1, В.2.2

И

иерархия измерений 7.1.1
 измерение 3.1, 3.1.1, В.2.5
 измерение, его математическая модель
 3.1.6, 3.4.1, 3.4.2, 4.1, 4.1.1, 4.1.2
 измерение, его результат см. результат измерения
 измерение, его точность см. точность измерения
 измерение, метод см. метод измерения
 измерение, принцип см. принцип измерения
 измерение, роль ANOVA в нем Н.5.3 и следующие
 измерения, их спектр, к которому относятся принципы данного *Руководства* 1.1
 измеримая величина В.2.1
 измерительная процедура 3.1.1, 7.1.2,
 В.2.8, F.1.1.2
 измеряемая величина 1.2, 3.1.1, 3.1.3,
 В.2.19, D.1, D.1.1, D.1.2, D.3.4
 измеряемая величина, ее наилучшее измерение D.3.4
 измеряемая величина, значение . 3.1.1-3.1.3
 измеряемая величина, много значений
 D.6.2
 измеряемая величина, неопределенность, обусловленная неполным определением . см. неопределенность из-за неполного определения измеряемой величины

измеряемая величина, определение или спецификация . см. измеряемая величина
 измеряемые величины, ковариация связанных см. коррелированные выходные оценки и величины
 информация, ее фонд для оценивания по типу В 3.3.5, Примечание; 4.3.1, 4.3.2,
 5.2.5

ИСО (ISO), Международная Организация по Стандартизации i, ii, v, А.3, В.1
 ИСО 3534-1 2.1, С.1
 исправленный результат В.2.13,
 D.3.1, D.3.4, D.4
 истинное значение величины . . 2.2.4, 3.1.1,
 Примечание; В.2.3, D, D.3, D.3.1, D.3.4,
 D.3.5, E.5.1-E.5.4
 истинное значение величины, общепринятое см. действительное значение величины

К

калибровка, сличение F.1.2.3,
 Примечание
 ковариация 3.3.6, 5.2.2, С.3.4,
 F.1.2.1-F.1.2.4
 ковариация двух средних арифметических . 5.2.3, С.3.4, Н.2.2, Н.2.4, Н.4.2
 ковариация, ее экспериментальное оценивание . . 5.2.5, С.3.6, Примечание 3
 ковариация связанных измеряемых величин см. коррелированные выходные оценки и величины
 ковариационная матрица 3.1.7, 5.2.2,
 Примечание 2, 7.2.5, С.3.5, Н.2.3
 конкретная величина 3.1.1, В.2.1,
 Примечание 1
 коррелированные входные оценки и величины см. корреляция
 коррелированные выходные оценки и величины 3.1.7, 7.2.5, Н.2.3, Н.2.4,
 Н.3.2, Н.4.2
 корреляция 5.1, 5.2 и следующие,
 С.2.8, F.1.2, F.1.2.1-F.1.2.4
 корреляция, ее устранение 5.2.4, 5.2.5,
 F.1.2.4, Н.3.5
 коэффициент доверия С.2.29
 коэффициент корреляции 5.2.2, 5.2.3,
 С.3.6, F.1.2.3, Н.2.3, Н.2.4, Н.3.2, Н.4.2
 коэффициент корреляции, значащие цифры для него 7.2.6
 коэффициент охвата 2.3.6, 3.3.7, 4.3.4,
 Примечание; 6.2.1, 6.3 и следующие,

G.1.3, G.2.3, G.3.4; G.6.1 и следующие
коэффициент- t E.3.3, G.3.2, G.3.4,
G.4.1, G.5.4, G.6.2, G.6.4-G.6.6
коэффициенты чувствительности 5.1.3,
5.1.4
коэффициенты чувствительности, их экс-
периментальное определение 5.1.4
кривая, ее калибровка . . . см. градуировоч-
ная кривая
кривая погрешности поверенного прибора .
F.2.4.2

Л

лаборатории, национальной метрологии
или эталонов V

М

максимальная энтропия, принцип
4.3.8, Примечание 2
максимальные границы см. границы
для входной величины
математическое ожидание (или
ожидаемое значение 3.2.2, 3.2.3,
4.1.1, Примечание 3; 4.2.1, 4.3.7-4.3.9,
С.2.9, С.3.1, С.3.2
матрица коэффициентов корреляции
7.2.5, С.3.6, Примечание 2
МБМВ (BIPM), Международное Бюро
Мер и Весов. i, ii, v, 0.5, 7.1.1, A.1,
A.2
Международная Система Единиц (СИ)
0.3, 3.4.6
Международный словарь основных и об-
щих терминов в метрологии (VIM)
2.1, 2.2.3, 2.2.4, B.1
Международный Союз по Чистой и При-
кладной Физике (IUPAP) i, ii, v, B.1
Международный Союз по Чистой и При-
кладной Химии (IUPAC) i, ii, v, B.1
метод измерения 3.1.1, B.2.7
метод измерения, его неопределенность . . .
см. неопределенность метода измерения
метод измерения, единица, от него завися-
щая H.6
метод наименьших квадратов 4.2.5,
G.3.3, H.3, H.3.1, H.3.2
метрология, законодательная см.
законодательная метрология
минимальная неопределенность см.
неопределенность, минимальная

МКМВ (CIPM), Международный Комитет
Мер и Весов. i, v, 6.1.1, 6.1.2, A.1, A.2,
A.3
модель, математическая, измерения . . . см.
измерение, его математическая модель
МОЗМ (OIML), Международная Организа-
ция Законодательной Метрологии
i, ii, v, A.3, B.1
МЭК (IEC), Международная Электротехни-
ческая Комиссия i, ii, v, A.3, B.1
МФКХ (IFCC), Международная Федерация
Клинической Химии i, ii, v, B.1

Н

наблюдения, независимые пары одновре-
менных 5.2.3, С.3.4, F.1.2.2, H.2.2, H.2.4,
H.4.2
наблюдения, повторные 3.1.4-3.1.6,
3.2.2, 3.3.5, 4.2.1, 4.2.3, 4.3.1, 4.4.1,
4.4.3, 5.2.3, E.4.2, E.4.3, F.1, F.1.1,
F.1.1.4, F.1.1.2, G.3.2
независимость 5.1, С.3.7
независимые повторения F.1.1.2
неисправленный результат B.2.12
нелинейная функциональная зависимость .
см. функциональная зависимость,
нелинейная
неопределенности, их значимые цифры
7.2.6
неопределенности, их округление 7.2.6
неопределенность, безопасная E.1.1,
E.1.2, E.2.1, E.2.3, E.4.1, F.2.3.2
неопределенность, внутренне
согласующаяся величина для выражения . . .
0.4
неопределенность, группирование ее
составляющих 3.3.3, Примечание;
3.4.3, E.3.7
неопределенность, допускающая передачу
величины при выражении 0.4
неопределенность единичного наблюдения
откалиброванного средства измерений . . .
F.2.4.1
неопределенность единичного наблюдения
поверенного средства измерений . F.2.4.2
неопределенность, ее источники 3.3.2
неопределенность, ее качество и ценность .
3.4.8
неопределенность, закон ее
распространения 3.3.6, 3.4.1, 5.1.2,
E.3, E.3.1, E.3.2, E.3.6, G.6.6

неопределенность, идеальный метод для
 оценивания и выражения 0.4
 неопределенность из-за вычислений с огра-
 ниченной точностью F.2.2.3
 неопределенность из-за гистерезиса .F.2.2.2
 неопределенность из-за неполного
 определения измеряемой величины . . .
 .3.1.3, Примечание; D.1.1, D.3.4, D.6.2
 неопределенность из - за ограниченной
 выборки4.3.2, Примечание; E.4.3
 неопределенность из-за разрешения цифро-
 вого показания F.2.2.1
 неопределенность измерения 0.1, 0.2,
 1.1, 2.2, 2.2.1-2.2.4, 3.3, 3.3.1, 3.3.2,
 B.2.18, D, D.5, D.5.1-D.5.3, D.6.1, D.6.2
 неопределенность, когда поправка не
 внесена3.4.4, 6.3.1, Примечание;
 F.2.4.5
 неопределенность контролируемой
 величины F.2.4.3
 неопределенность, краткое описание
 процедуры оценивания и выражения
 8
 неопределенность, максимально
 допускаемая F.2.4.2
 неопределенность метода измерения
 F.2.5, F.2.5.1
 неопределенность, минимальная D.3.4
 неопределенность образца F.2.6 и
 следующие
 неопределенность, общая 2.3.5,
 Примечание 3
 неопределенность, определение термина . .
 см. неопределенность измерения
 неопределенность, отнесение к
 категории или классификация
 составляющих
 3.3.3, 3.3.4, E.3.6, E.3.7
 неопределенность, отсутствие развернутых
 отчетов о ней 7.1.3
 неопределенность, повторный счет ее
 составляющих 4.3.10
 неопределенность поправки 3.2.3,
 Примечание; 3.3.1, 3.3.3, D.6.1, E.1.1, E.3
 неопределенность, пренебрежение ее
 составляющей 3.4.4
 неопределенность, собственная D.3.4
 неопределенность, составление отчета
 7 и следующие

неопределенность, сравнение двух
 взглядов
 на нее E.5 и следующие
 неопределенность, стандартные
 отклонения как ее меры E.3.2,
 E.4, E.4.1-E.4.4
 неопределенность, статистическое ее
 оценивание изменением входных величин
 3.4.1, 3.4.2, 4.2.8, F.2.1, H.5.3.3
 неопределенность, универсальный метод
 для оценивания и выражения 0.4
 неопределенность
 экспериментального стандартного
 отклонения среднего
 4.3.2, Примечание; E.4.3
 нормальное распределение 4.2.3,
 Примечание 1; 4.3.2, Примечание; 4.3.4-
 4.3.6, 4.3.9, Примечание 1; 4.4.2, 4.4.6,
 C.2.14, E.3.3, F.2.3.3, G.1.3, G.1.4, G.2.1-
 G.2.3, G.5.2, Примечание 2

О

образец, его неопределенность
 см.
 неопределенность образца
 общая неопределенность см.
 неопределенность, общая
 односторонний доверительный интервал . .
 C.2.28
 ожидание C.2.9, C.3.1
 относительная погрешность B.2.20
 оценивание C.2.24
 оценивание ковариации по типу А . . . 5.2.3
 оценивание ковариации по типу В . . . 5.2.5
 оценивание неопределенности по типу А . .
 2.3.2, 3.3.3-3.3.5, 4.1.6, 4.2, 4.2.1-4.2.8, 4.3.2,
 4.4.1-4.4.3, E.3.7, F.1, F.1.1.1-F.1.2.4
 оценивание неопределенности по типу В . .
 2.3.3, 3.3.3-3.3.5, 4.1.6, 4.3, 4.3.1-4.3.11,
 4.4.4-4.4.6, E.3.7, F.2 и следующие
 оценивания неопределенности, оправдание
 их реалистичности E.2, E.2.1-E.2.3
 оценивания по типу В, их необходимость . .
 F.2.1
 оцениватель 4.2.7, C.2.25
 оценка 3.1.2, C.2.26
 оценка, входная см. входная оценка
 оценка, выходная см. выходная оценка

П

параметр C.2.7

переменная С.2.2
 поверочная схема 4.2.8, Примечание
 повторения, независимые см.
 независимые повторения
 повторные наблюдения ... см. наблюдения,
 повторные
 погрешность измерения 0.2, 2.2.4, 3.2,
 3.2.1, Примечание; 3.2.2, Примечание 2;
 3.2.3, Примечание; 3.3.1, Примечание;
 3.3.2, В.2.19, D, D.4, D.6.1, D.6.2, E.5.1
 и следующие
 погрешность, максимально допускаемая ...
 F.2.4.2
 погрешность, определение 3.4.5
 погрешность и неопределенность,
 путаница
 между ними 3.2.2, Примечание 2;
 3.2.3, Примечание, E.5.4
 погрешность, относительная см.
 относительная погрешность
 погрешность, случайная см. случайная
 погрешность
 погрешность, систематическая см.
 систематическая погрешность
 поправка 3.2, 3.2.3, 3.2.4,
 Примечание 2, В.2.23
 поправочный коэффициент ... 3.2.3, В.2.24
 поправка, пренебрежение ею 3.2.4,
 Примечание 2; 3.4.4, 6.3.1,
 Примечание; F.2.4.5
 поправка, ее неопределенность см.
 неопределенность поправки
 пределы, верхний и нижний, для входной
 величины ... см. границы для входной
 величины
 принцип измерения В.2.6

Р

Рабочая Группа по определению неопределенностей i, v, 0.5, 3.3.3, 6.1.1, 6.1.2,
 А.1, А.2, А.3
 Рабочая Группа 3 (ISO/TAG 4/WG 3) v
 Рабочая Группа ISO/TAG 4/WG 3, компетенция v
 распределение, *априорное* 4.1.6, 4.3.1,
 Примечание; 4.4.4 и следующие,
 D.6.1, E.3.4, E.3.5, G.4.2, G.4.3
 распределение, асимметричное 4.3.8,
 F.2.4.4, G.5.3
 распределение вероятностей 3.3.4,
 4.1.1, Примечание 1; 4.1.6, 4.2.3,

Примечание 1; 4.4.1-4.4.4, С.2.3, E.4.2,
 G.1.4, G.1.5
 распределение вероятностей, свертка
 4.3.9, Примечание 2, G.1.4-G.1.6, G.2.2,
 G.6.5
 распределение Лапласа-Гаусса С.2.14
 распределение, нормальное см.
 нормальное распределение
 распределение прямоугольное 4.3.7,
 4.3.9, 4.4.5, F.2.2.1-F.2.2.3, G.2.2,
 Примечание; G.4.3
 распределение, математически
 детерминированное F.2.2
 распределение Стьюдента G.3.8, G.3.2
 распределение-*t* 4.2.3, Примечание;
 С.3.8, G.3, G.3.2, G.3.4, G.4.1, G.4.2,
 G.5.4, G.6.2
 распределение-*t*, его квантили
 G.3.4, Примечание
 распределение, трапецеидальное 4.3.9
 распределение, треугольное ... 4.3.9, 4.4.6,
 F.2.3.3
 распределение *F* H.5.2.3
 распределение, частота см. частотное
 распределение
 распространение неопределенности, закон .
 см. неопределенность, закон
 распространения
 распространение погрешностей, общий
 закон 5.2.2, Примечание 1, E.3.2
 расширенная неопределенность 2.3.5,
 3.3.7, 6, 6.2.1-6.2.3, G.1.1, G.2.3, G.3.2,
 G.4.1, G.5.1-G.5.4, G.6.4-G.6.6
 расширенная неопределенность для несимметричного
 распределения G.5.3
 расширенная неопределенность, относительная
 7.2.3
 расширенная неопределенность, указание .
 7.2.3, 7.2.4
 результат измерения 1.3, 3.1.2, В.2.11
 результат измерения и его неопределенность,
 наличие информации, их описывающей 7.1.1, 7.1.3
 результат измерения и его неопределенность,
 сообщающаяся детально
 7.1.4, 7.2.7
 результат измерения и его неопределенность,
 способы указания ... 7.2.2, 7.2.4
 результат, исправленный см.
 исправленный результат
 результат, неисправленный см.
 неисправленный результат

Рекомендация INC-1 (1980) i, v, 0.5,
0.7, 3.3.3, 6.1.1, 6.1.2, 6.3.3, A.1, A.3, E,
E.2.3, E.3.7
Рекомендация 1 (CI-1981), МКМВ i,
0.5, 6.1.1, A.2, A.3
Рекомендация 1 (CI-1986), МКМВ
0.5, 6.1.1, 6.1.2, A.3
ряды Тейлора 5.1.2, E.3.1, G.1.5,
G.4.2, H.1.7, H.2.4

С

свертывание см. распределение
вероятностей, свертка
систематическая погрешность 3.2.1,
3.2.3, B.2.22
систематический . . . 3.3.3, E.1.3, E.3.4-E.3.7
систематический эффект 3.2.3, 3.2.4,
3.3.1, 3.3.2, 3.3.3, D.6.1, E.1.1, E.3, E.4.4
случайная переменная 4.1.1,
Примечание 1; 4.2.1, 4.2.3,
Примечание 1; C.2.2, C.3.1, C.3.2, C.3.4,
C.3.7, C.3.8, E.3.4, F.1.2.1, G.3.2
случайная погрешность 3.2.1-3.2.3,
B.2.21
случайность F.1.1, F.1.1.3-F.1.1.5
случайные изменения, коррелированные . .
см. коррелированные случайные
изменения
случайный 3.3.3, E.1.3, E.3.5-E.3.7
случайный эффект 3.2.2, 3.3.1, 3.3.3,
4.2.2, E.1.1, E.3
смещение 3.2.3, Примечание
совокупность C.2.16
среднее арифметическое 4.1.4,
Примечание; 4.2.1, C.2.19
среднее см. среднее арифметическое
стандартная неопределенность 2.3.1,
3.3.5, 3.3.6, 4.1.5, 4.1.6, 4.2.3, D.6.1, E.4.1
стандартная неопределенность, графиче-
ская иллюстрация ее оценивания
4.4 и следующие
стандартная неопределенность,
относительная
. 5.1.6
стандартная неопределенность, оценивание
ее по типу А см. оценивание
неопределенности по типу А
стандартная неопределенность, оценивание
ее по типу В см. оценивание
неопределенности по типу В
стандартная неопределенность по типу А . .
3.3.5, 4.2.3, C.3.3

стандартная неопределенность по типу В . .
3.3.5, 4.3.1, C.3.3
стандартное отклонение 3.3.5, C.2.12,
C.2.21, C.3.3
стандартное отклонение, суммарное экспе-
риментальное см. дисперсия, ее
суммарная оценка
стандартное отклонение, эксперименталь-
ное 4.2.2, B.2.17
стандартное отклонение среднего,
экспериментальное 4.2.3, B.2.17,
Примечание 2
стандартное отклонение среднего, неопре-
деленность его экспериментального
значения см. неопределенность
экспериментального стандартного
отклонения среднего
стандартные образцы, их сертификация . . .
H.5, H.5.3.2
стандартные отклонения, их распростране-
ние E.3, E.3.1, E.3.2
стандартные отклонения как меры
неопре-
деленности см. неопределенность,
стандартные отклонения как ее меры
стандартные отклонения, распространение
их кратных E.3.3
статистика 4.2.7, C.2.23
статистический интервал охвата . . . C.2.30
статистический контроль 3.4.2, 4.2.4
степени свободы 4.2.6, C.2.31, E.4.3,
G, G.3, G.3.2, G.3.3, G.6.3, G.6.4
степени свободы объединенной оценки
дисперсии (или объединенного экспери-
ментального стандартного отклонения)
. H.1.6, H.3.6,
степени свободы стандартной неопределен-
ности по типу А . . . G.3.3, G.6.3, G.6.4
степени свободы стандартной неопределен-
ности по типу В . . . G.4.2, G.4.3, G.6.3,
G.6.4
степени свободы, эффективные 6.3.3,
G.4, G.4.1, G.5.4, G.6.2 и следующие
степени свободы, эффективные, только для
составляющих по типу А 7.2.1,
G.4.1, Примечание 3
степени свободы, эффективные, только для
составляющих по типу В 7.2.1,
G.4.1, Примечание 3
степень доверия . . . 3.3.5, E.3.5, E.4.4, E.5.2,
Примечание
структура, уравновешенная гнездовая
H.5.3.1, H.5.3.2
суммарная оценка дисперсии см.

дисперсия, ее суммарная оценка
 суммарная стандартная неопределенность .
 2.3.4, 3.3.6, 4.1.5, 5, 5.1.1-5.1.3, 5.1.6,
 5.2.2, 6.1.1, D.6.1, E.3.6
 суммарная стандартная неопределенность
 и
 Консультативные Комитеты . . . 6.1.1, A.3
 суммарная стандартная неопределенность
 и
 международные сличения . . . 6.1.1, A.3
 суммарная стандартная неопределенность
 по типу А . . . 7.2.1, G.4.1, Примечание 3
 суммарная стандартная неопределенность
 по типу В . . . 7.2.1, G.4.1, Примечание 3
 суммарная стандартная
 неопределенность, состоящая только из
 составляющих, оцененных по типу А . .
 7.2.1, G.4.1, Примечание 3
 суммарная стандартная
 неопределенность, состоящая только из
 составляющих, оцененных по типу В . .
 7.2.1, G.4.1, Примечание 3
 суммарная стандартная
 неопределенность, численный расчет .
 5.1.3, Примечание 2, 5.2.2, Примечание 3
 суммарная стандартная
 неопределенность, относительная
 . . . 5.1.6, 7.2.1
 суммарная стандартная
 неопределенность, ее указание
 . . . 7.2.1, 7.2.2
 сходимость результатов измерений . . V.2.15

Т

тест- F H.5.2.2, H.5.2.4
 Техническая Консультативная Группа по
 Метрологии ИСО (ISO/TAG 4) v
 точность V.2.14, Примечание 2
 точность измерения . . . 3.1.3, 3.4.1, V.2.14

У

уровень доверия 0.4, 2.2.3,
 Примечание 1, 2.3.5, Примечания 1 и 2;
 3.3.7, 4.3.4, 6.2.2, 6.2.3, 6.3.1-6.3.3,
 G, G.1.1-G.1.3, G.2.3, G.3.2, G.3.4,
 G.4.1, G.6.1, G.6.4, G.6.6
 уровень доверия, минимальный . . . F.2.3.2
 условия повторяемости 3.1.4, V.2.15,
 Примечание 1

Ф

формула Велча - Саттерсвейта G.4.1,
 G.4.2, G.6.2, G.6.4,
 функциональная зависимость . . . 4.1.1, 4.1.2
 функциональная зависимость, линейариза-
 ция 5.1.5, F.2.4.4, Примечание;
 5.1.6, Примечание 1
 функциональная зависимость, нелинейная .
 4.1.4, Примечание; 5.1.2, Примечание;
 F.2.4.4, Примечание; G.1.5, H.1.7, H.2.4
 функция вероятностной меры C.2.6
 функция плотности вероятностей . . . 3.3.5,
 4.3.8, Примечание 2; 4.4.2, 4.4.5, C.2.5,
 F.2.4.4
 функция распределения C.2.4

Х

характеристика C.2.15

Ц

Центральная Предельная Теорема . . . G.1.6,
 G.2, G.2.1-G.2.3, G.6.2, G.6.5, G.6.6
 центральный момент порядка q C.2.13,
 C.2.22, E.3.1, Примечание 1
 центрированная случайная переменная
 C.2.10

Ч

частные производные 5.1.3
 частота C.2.17
 частота, относительная E.3.5
 частотное распределение 3.3.5, 4.1.6,
 C.2.18, E.3.5
 члены более высокого порядка 5.1.2,
 Примечание; E.3.1, H.1.7

Э

экспериментальное стандартное отклоне-
 ние см. стандартное отклонение,
 экспериментальное
 элемент вероятности C.2.5,
 Примечание; F.2.4.4
 эффект, систематический см.
 систематический эффект
 эффект, случайный см. случайный
 эффект

Первая редакция Международная
организация по стандартизации.
1993 г.
ISBN 92-67-10188-9

Перевод и публикация
ГП "ВНИИМ им. Д.И.Менделеева"
1999 г.
ISBN 5-88323-002-4

Отпечатано в
ООО "Типография ЛИТАС+",
Лицензия: ПЛД № 69-302
Зак. №365, Тираж: 1000 экз.
1999 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД
МЕТОДИКА
ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ СОДЕРЖАНИЙ ВЗВЕШЕННЫХ ВЕЩЕСТВ
И ОБЩЕГО СОДЕРЖАНИЯ ПРИМЕСЕЙ В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ
СТОЧНЫХ ВОД ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2.110-97

Методика допущена для целей государственного экологического контроля.
Издание 2004 года.

1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа проб природных и очищенных сточных вод для определения в них содержания взвешенных веществ (3 мг/ дм³ и более) и общего содержания примесей (10 мг/ дм³ и более) гравиметрическим методом.

Результаты определения могут быть искажены при наличии в пробе значительных количеств масел и жиров, поэтому при отборе пробы должно быть исключено попадание в нее поверхностной пленки.

2. ПРИНЦИП МЕТОДА

Гравиметрический метод определения взвешенных веществ основан на выделении их из пробы фильтрованием воды через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм или бумажный фильтр "синяя лента" и взвешивании осадка на фильтре после высушивания его до постоянной массы.

Определение общего содержания примесей (суммы растворенных и взвешенных веществ) осуществляют выпариванием известного объема нефилтрованной анализируемой воды на водяной бане, высушиванием остатка при 105 °С до постоянной массы и его взвешиванием.

3. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ
И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ, ЗНАЧЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ,
ПРАВИЛЬНОСТИ, ПОВТОРЯЕМОСТИ, ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ

Диапазон измерений массовых концентраций взвешенных веществ и общего содержания примесей, мг/ дм ³	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P = 0,95), ± δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ _г , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ _в , %
Взвешенные вещества			
от 3,0 до 10,0 вкл.	30	10	15
св. 10,0 до 50,0 вкл.	20	7	10
св. 50,0	10	3	5
Общее содержание примесей			
от 10,0 до 30,0 вкл.	25	10	12
св. 30,0 до 100,0 вкл.	20	7	10
св. 100,0	10	3	5

Значения показателя точности методики используют при:
- оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использования результатов анализа при реализации методики в конкретной лаборатории.

4. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА,
РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

4.1. Средства измерений

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 0,1 мг любого типа

ГОСТ 24104-2001

4.2. Вспомогательные устройства

Плитки электрические с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева	ГОСТ 14919
Печь муфельная	
Шкаф сушильный лабораторный с температурой нагрева до 130 °С	
Баня водяная	
Прибор вакуумного фильтрования ПФФ-35 или ПФФ-47	ТУ-3616-001-32953279-97
Воронки лабораторные В-56-80 ХС В-75-110 ХС	ГОСТ 25336
Колбы конические Кн-2-500-40 ТХС Кн-2-1000-42 ТХС	ГОСТ 25336
Стаканчики для взвешивания (бюксы) СН-45/13 СН-60/14	ГОСТ 25336
Стаканы химические В-1-500 ТС	ГОСТ 25336
Чашки выпарительные 3(4)	ГОСТ 9147
Тигли фарфоровые с крышками 3(2)	ГОСТ 9147
Чашки биологические (Петри) ЧБН-1-100	ГОСТ 25336
Эксикатор	ГОСТ 25336
Пинцет	

Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

Допускается использование других, в том числе импортных, средств измерений и вспомогательных устройств с характеристиками не хуже, чем у приведенных в п.4.1 и 4.2.

4.3. Реактивы и материалы

Фильтры мембранные Владипор типа МФАС-МА или МФАС-ОС-2 (0,45 мкм) с диаметром, соответствующим ячейке прибора вакуумного фильтрования, или фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента"	ТУ 6-55-221-1029-89
диаметром 5,5 - 11 см	ТУ 6-09-1678
Бумага фильтровальная	ТУ 2642-001-42624157-98
Соляная кислота	ГОСТ 4204
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709

Используемая для анализа соляная кислота должна быть квалификации ч.д.а. или х.ч.

Допускается использование соляной кислоты, изготовленной по другой нормативно-технической документации, в том числе импортной, с квалификацией не ниже ч.д.а.

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

5.2. Электробезопасность при работе с электроустановками обеспечивается по ГОСТ 12.1.019.

5.3. Организация обучения работающих безопасности труда проводится по ГОСТ 12.0.004.

5.4. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой гравиметрического анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации лабораторных весов.

7. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (22 +/- 6) °С;
- атмосферное давление (84 - 106) кПа;
- относительная влажность не более 80% при температуре 25 °С;
- частота переменного тока (50 +/- 1) Гц;
- напряжение в сети (220 +/- 22) В.

8. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

8.1. Отбор проб производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб".

8.2. Посуду, предназначенную для отбора и хранения проб, промывают раствором соляной кислоты 1:1, а затем дистиллированной водой.

8.3. Пробы воды отбирают в стеклянную посуду. Использование полиэтиленовой посуды допускается, если анализ пробы будет выполнен в тот же день.

Объем отбираемой пробы должен быть не менее 1000 см³ при содержании взвешенных веществ < 50 мг/дм³ и не менее 500 см³ при содержании взвешенных веществ 50 мг/дм³ и выше.

8.4. Пробы анализируют не позднее чем через 6 часов после отбора или хранят в холодильнике при $t < 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ не более 7 дней.

8.5. При отборе проб составляется сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указывается:

- цель анализа, предполагаемые загрязнители;
- место, время отбора;
- номер пробы;
- должность, фамилия отбирающего пробу, дата.

9. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1. Подготовка мембранных фильтров

Фильтры кипятят в дистиллированной воде 5 - 10 мин. Кипячение проводят 3 раза, сливая после каждого раза воду и заменяя ее свежей. Затем фильтры помещают в чашки Петри и сушат в сушильном шкафу при $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение часа. Чистые фильтры хранят в закрытых чашках Петри.

Перед использованием фильтр маркируют карандашом с мягким грифелем, с помощью пинцета помещают в маркированный бюкс, сушат при $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 1 часа, охлаждают в эксикаторе и взвешивают закрытый бюкс с фильтром на лабораторных весах с точностью до 0,1 мг.

9.2. Подготовка бумажных фильтров

Бумажные обеззоленные фильтры "синяя лента" маркируют, складывают, помещают в воронки и промывают $100 - 150\text{ см}^3$ дистиллированной воды. Затем пинцетом вынимают фильтр из воронки, помещают в сложенном виде в маркированный бюкс и высушивают в сушильном шкафу при $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 1 часа. Затем охлаждают бюксы с фильтрами в эксикаторе и, закрыв их крышками, взвешивают на лабораторных весах с точностью до 0,1 мг. Повторяют процедуру сушки до тех пор, пока разница между взвешиваниями будет не более 0,5 мг.

9.3. Подготовка тиглей

Фарфоровые тигли с крышками промывают раствором соляной кислоты (п. 9.4), затем дистиллированной водой, сушат, прокаливают при $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 2 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Повторяют прокаливание до тех пор, пока разница между взвешиваниями будет не более 0,5 мг.

9.4. Раствор соляной кислоты

30 см^3 соляной кислоты смешивают с 170 см^3 дистиллированной воды. Раствор хранят в плотно закрытой посуде не более 1 года.

9.5. Подготовка прибора для вакуумного фильтрования

Подготовку прибора для вакуумного фильтрования осуществляют в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1. Определение взвешенных веществ с использованием мембранного фильтра

Подготовленный и взвешенный мембранный фильтр пинцетом извлекают из бюкса, зажимают в ячейке прибора вакуумного фильтрования и пропускают отмеренный объем тщательно перемешанной анализируемой пробы воды. Этот объем зависит от содержания взвешенных веществ в воде и подбирается с таким расчетом, чтобы масса осадка взвешенных веществ на фильтре находилась в пределах 3 - 200 мг.

После пропускания нужного объема воды приставший к стенкам ячейки для фильтрования осадок смывают на фильтр порцией фильтрата. Фильтр с осадком дважды промывают дистиллированной водой порциями по 10 см^3 , извлекают пинцетом из устройства для фильтрования, помещают в тот же бюкс, в котором его взвешивали до фильтрования, подсушивают сначала на воздухе, а затем в сушильном шкафу при $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 1 часа, после чего взвешивают.

Повторяют процедуру сушки до тех пор, пока разница между взвешиваниями будет не более 0,5 мг при массе осадка до 50 мг и 1 мг при массе более 50 мг.

10.2. Определение взвешенных веществ с использованием бумажного фильтра

Взвешенный бумажный фильтр помещают в воронку, смачивают небольшим количеством дистиллированной воды для хорошего прилипания и пропускают отмеренный объем тщательно перемешанной анализируемой пробы воды, подобранный с таким расчетом, чтобы масса осадка взвешенных веществ на фильтре находилась в пределах 3 - 200 мг.

По окончании фильтрования дают воде полностью стечь, затем фильтр с осадком трижды промывают дистиллированной водой порциями по 10 см³, осторожно вынимают пинцетом и помещают в тот же бюкс, в котором его взвешивали до фильтрования. Фильтр высушивают 2 ч при 105 °С, охлаждают в эксикаторе и, закрыв бюкс крышкой, взвешивают.

Повторяют процедуру сушки, пока разница между взвешиваниями будет не более 0,5 мг при массе осадка до 50 мг и 1 мг при массе более 50 мг.

10.3. Определение общего содержания примесей

Выпарительные чашки помещают на водяную баню, в них постепенно приливают тщательно перемешанный отмеренный объем анализируемой пробы воды, содержащий от 10 до 250 мг примесей, и упаривают до объема 5 - 10 см³. Упаренную пробу количественно переносят в тигель (п. 9.3), промывая чашки 2 - 3 раза дистиллированной водой порциями по 4 - 5 см³. Упаривают пробу в тигле досуха. После выпаривания дно тигля для удаления накипи обтирают фильтровальной бумагой, смоченной раствором соляной кислоты, и ополаскивают дистиллированной водой.

Если необходимо определить содержание только растворенных веществ (сухой остаток), для упаривания берут отфильтрованную воду.

Тигли переносят в сушильный шкаф, сушат при 105 °С в течение 2 ч, охлаждают в эксикаторе, закрывают крышками и взвешивают.

Повторяют процедуру сушки и взвешивания до тех пор, пока разница между взвешиваниями не превысит 0,5 мг при массе осадка менее 50 мг и 1 мг при массе более 50 мг.

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание взвешенных веществ в анализируемой пробе воды X , мг/ дм³, рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(m_{\phi_0} - m_{\phi}) \cdot 1000}{V},$$

где:

m_{ϕ_0} - масса бюкса с фильтром с осадком взвешенных веществ, г;

m_{ϕ} - масса бюкса с мембранным или бумажным фильтром без осадка, г;

V - объем профильтрованной пробы воды, дм³.

Общее содержание примесей в анализируемой пробе воды x , мг/ дм³ рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000}{V},$$

где:

m_1 - масса тигля, г;

m_2 - масса тигля с высушенным остатком, г;

V - объем пробы воды, взятый для упаривания, дм³.

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 2.

Таблица 2

ЗНАЧЕНИЯ ПРЕДЕЛА ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ ПРИ ВЕРОЯТНОСТИ $P = 0,95$

Диапазон измерений массовой концентрации взвешенных веществ и общего содержания примесей, мг/ дм ³	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
Взвешенные вещества	
от 3,0 до 10,0 вкл.	42
св. 10,0 до 50,0 вкл.	28
св. 50,0	14
Общее содержание примесей	
от 10,0 до 30,0 вкл.	34
св. 30,0 до 100,0 вкл.	28
св. 100,0	14

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов анализа согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат анализа X или x в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$X \pm \Delta \quad \text{или} \quad x \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3, P = 0,95,$$

где Δ - показатель точности методики для взвешенных веществ или общего содержания примесей. Значение Δ рассчитывают по формуле:

$$\Delta = 0,01 * \delta * X \quad \text{или} \quad \Delta = 0,01 * \delta * x.$$

Значение дельта приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$$X \pm \Delta_{\text{л}} \quad \text{или} \quad x \pm \Delta_{\text{л}} \quad \text{мг/дм}^3, P = 0,95$$

при условии $\Delta_{\text{л}} < \Delta$

где:

X или x - результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_{\text{л}}$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

13. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрिलाбораторной прецизионности, погрешности).

13.1. Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода разбавления пробы

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_{\text{к}}$ с нормативом контроля K .

Результат контрольной процедуры $K_{\text{к}}$ рассчитывают по формуле:

$$K_{\text{к}} = |2X' - X|,$$

где:

X' - содержание взвешенных веществ в пробе, разбавленной в два раза;

X - результат анализа содержания взвешенных веществ в исходной пробе.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{4 \Delta_{\text{л},x1}^2 + \Delta_{\text{л},x}^2}$$

где $\Delta_{\text{л},x1}$, $\Delta_{\text{л},x}$ - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие содержанию взвешенных веществ в разбавленной пробе и в исходной пробе соответственно.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения:

$\Delta_{\text{л}} = 0,84 * \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_{\text{к}} \leq K \quad (1)$$

При невыполнении условия (1) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (1) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Оперативный контроль процедуры анализа применительно к общему содержанию примесей в анализируемой пробе воды осуществляют аналогично.

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.