ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 11648-1— 2009

Статистические методы

ВЫБОРОЧНЫЙ КОНТРОЛЬ НЕШТУЧНОЙ ПРОДУКЦИИ

Часть 1

Общие принципы

ISO 11648-1:2003
Statistical aspects of sampling from bulk materials — Part 1: General principles
(IDT)

Издание официальное

БЗ 8—2009/369

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 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 стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Автономной некоммерческой организацией «Научно-исследовательский центр контроля и диагностики технических систем» (АНО «НИЦ КД») на основе собственного аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 125 «Статистические методы в управлении качеством продукции»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 7 декабря 2009 г. № 583-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 11648-1:2003 «Статистические аспекты выборочного контроля нештучной продукции. Часть 1. Общие принципы» (ISO 11648-1:2003 «Statistical aspects of sampling from bulk materials — Part 1: General principles»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5 — 2004 (подраздел 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты, сведения о которых приведены в приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2011

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины, определения, обозначения и сокращения . . . 1
4 Цель и применение статистических методов в выборочном контроле нештучной продукции . . . 9
5 Особые задачи для выборочного контроля нештучной продукции . . . 10
6 Различия для сыпучих веществ, жидкостей и газов . . . 11
7 Экспериментальные методы оценки дисперсии на различных стадиях отбора выборки . . . 12
8 Выбор плана контроля для получения необходимой прецизионности . . . 17
9 Оценка прецизионности . . . 17
10 Проверка смещения . . . 18
11 Прецизионность и смещение на стадии выполнения измерений . . . 19
Приложение А (справочное) Пояснения к терминам . . . 20
Приложение В (справочное) Полностью сгруппированный эксперимент . . . 23
Приложение С (справочное) Статистический анализ последовательных данных . . . 28
Приложение D (обязательное) Оценка прецизионности . . . 57
Приложение Е (обязательное) Проверка смещения . . . 61
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) . . . 72
Библиография . . . 73

Введение

Настоящий стандарт устанавливает статистические методы выборочного контроля нештучной продукции.

Существуют стандарты методов выборочного контроля конкретных видов нештучной продукции такой, как твердое топливо, железная руда и т.п. Настоящий стандарт устанавливает термины и методы выборочного контроля нештучной продукции, на которые не распространяются упомянутые стандарты.

Применяемый в настоящем стандарте международный стандарт разработан техническим комитетом ИСО/ТК 69 «Применение статистических методов».

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Статистические методы

ВЫБОРОЧНЫЙ КОНТРОЛЬ НЕШТУЧНОЙ ПРОДУКЦИИ

Часть 1

Общие принципы

Statistical methods. Sampling from bulk materials. Part 1. General principles

Дата введения — 2010 — 12 — 01

1 Область определения

Настоящий стандарт устанавливает общие принципы применения статистической обработки данных при выборочном контроле нештучной продукции. Стандарт также дает общие рекомендации и примеры оценки дисперсии, проверки прецизионности и наличия смещения при исследовании среднего характеристики качества продукции. Кроме того, настоящий стандарт применим при проведении статистического анализа серий данных с помощью вариограмм и коррелограмм.

Настоящий стандарт устанавливает основные термины и определения для выборочного контроля нештучной продукции. Эти термины обеспечивают лучшее понимание методов выборочного контроля, облегчают выполнение необходимых требований.

Примечание — ИСО 11648-2 применим к сыпучим материалам.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ИСО 565 Серии испытаний. Металлическая проволочная сетка, перфорированные металлические пластины и листы, изготовленные методом гальванопластики. Номинальные размеры отверстий (ISO 565, Test sieves — Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet — Nominal sizes of openings)

ИСО 3534-1 (все части) Статистика. Словарь и условные обозначения
(ISO 3534 (all parts), Statistics — Vocabulary and symbols)

ИСО 5725 (все части) Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений
(ISO 5725 (all parts), Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results)

3 Термины, определения, обозначения и сокращения

3.1 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины и определения по серии стандартов ИСО 3534, а также следующие термины с соответствующими определениями.

Примечания

1 Слова «в случае нештучной продукции» в определении термина означают, что данное определение относится только к выборочному контролю нештучной продукции.

2 Более подробная информация приведена в приложении А.

3.1.1 **нештучная продукция** (bulk material): Вещество или материал, в котором выборочные единицы изначально не различимы на макроскопическом уровне.

Издание официальное

3.1.2 **выборка** (sample): Часть общей совокупности нештучной продукции, состоящая из одной или большего количества отобранных выборочных единиц.

3.1.3 **отбор выборки** (sampling): Процесс извлечения или составления выборки.

3.1.4 **отбор простой случайной выборки** (simple random sampling): Отбор, при котором выборка из *n* выборочных единиц отобрана из совокупности таким образом, что все возможные комбинации *n* выборочных единиц совокупности имеют равную вероятность быть отобранными в выборку.

Примечание — При отборе выборки нештучной продукции, если выборочной единицей является разовая проба, место отбора, выделение и извлечение разовой пробы должны гарантировать, что все выборочные единицы имеют равную вероятность быть отобранными.

3.1.5 **слой** (stratum): Часть совокупности, рассматриваемая как более однородная по отношению к исследуемым характеристикам качества (слои являются взаимно непересекающимися и полными).

Примеры — В нештучной продукции слои на основе времени, массы и пространства связаны с периодами времени (например в 15 мин), изготовленной массой (например 100 т), грузоподъемностью транспортного средства или объемом контейнера.

3.1.6 **отбор расслоенной выборки** (stratified sampling): Отбор выборки, выполненный таким образом, что выборочные единицы извлекают из различных слоев, и при этом из каждого слоя отбирают хотя бы одну выборочную единицу.

Примечание — В некоторых случаях пропорции, соответствующие слоям, устанавливают заранее. Однако в пострасслоенной выборке пропорции, соответствующие слоям, заранее неизвестны.

3.1.7 **отбор простой расслоенной случайной выборки** (stratified simple random sampling): Отбор, при котором из каждого слоя отбирают простую случайную выборку.

3.1.8 **систематический отбор выборки** (systematic sampling): Отбор выборки в соответствии со схемой.

Примечание 1 — В случае нештучной продукции систематический отбор может быть основан на отборе выборочных единиц через установленные расстояния или установленные интервалы времени. Периодичность отбора может быть задана на основе массы или времени. Если периодичность отбора основана на массе, выборочные единицы или разовые пробы отбирают из объемов равной массы. Если периодичность отбора основана на времени, выборочные единицы или разовые пробы должны быть отобраны из потока или с конвейера в одинаковые интервалы времени. В этом случае масса каждой выборочной единицы или разовой пробы должна быть пропорциональна скорости потока материала в момент отбора образца или разовой пробы.

Примечание 2 — Если партию делят на слои, систематический отбор расслоенной выборки может быть выполнен путем отбора разовой пробы из каждого слоя.

3.1.9 **выборочная единица** (sampling unit): В случае нештучной продукции один из элементов генеральной совокупности, объединяющей всю рассматриваемую нештучную продукцию, каждый из которых с равной вероятностью может быть отобран в выборку.

Примечание 1 — В случае нештучной продукции выборочные единицы имеют равную вероятность отбора в выборку. После отбора выборочная единица становится частью выборки.

Примечание 2 — При отборе выборки нештучной продукции выборочной единицей является первоначальная разовая проба.

3.1.10 **прецизионность** (precision): Степень близости независимых результатов наблюдений, полученных в конкретных условиях.

Примечание 1 — Прецизионность зависит только от распределения случайных ошибок и погрешностей и не имеет отношения к истинному или установленному значению контролируемой величины.

Примечание 2 — В качестве прецизионности обычно используют стандартное отклонение результатов наблюдений. Чем больше стандартное отклонение, тем меньше прецизионность.

Примечание 3 — Количественные значения прецизионности зависят от установленных условий. Условия повторяемости и воспроизводимости представляют собой два крайних случая установленных условий.

3.1.11 **смещение, систематическая погрешность** (bias): Разность между математическим ожиданием результатов наблюдений и истинным, или (в его отсутствие) принятым опорным значением.

Примечание 1 — Смещение характеризует систематическую ошибку или погрешность в противоположность случайным ошибке или погрешности. Смещение может иметь одну или несколько составляющих. Большее систематическое отклонение от истинного или принятого опорного значения соответствует большему значению смещения.

Примечание 2 — Смещение средства измерений обычно оценивают на основе среднего арифметического погрешностей в показаниях средства измерения, найденных по соответствующему количеству повторных измерений. Погрешность показаний средства измерений — отклонение измеренного значения входной величины от ее истинного значения.

3.1.12 **партия** (lot): Для нештучной продукции это часть совокупности, для которой должны быть определены установленные характеристики качества.

Примечание — В коммерческих операциях предметом сделки часто является единственная партия. В этом случае партия совпадает с генеральной совокупностью.

3.1.13 **часть партии** (sub-lot): Установленная часть нештучной продукции, относящаяся к партии.

3.1.14 **разовая проба** (increment): Количество нештучной продукции, отбираемое за одно действие устройством для отбора выборки.

Примечание 1 — Место отбора, выделение и извлечение разовой пробы должны гарантировать, что все части нештучной продукции в партии имеют равную вероятность быть отобранными.

Примечание 2 — Если отбор выборки или пробы выполняют в несколько этапов, необходимо различать первоначальную разовую пробу, которую отбирают из партии на первом этапе, и вторичную разовую пробу, которую отбирают из первичной разовой пробы на втором этапе и так далее.

3.1.15 **сложная проба** (composite sample): В случае нештучной продукции проба, объединяющая две или большее количество разовых проб, отобранных из партии.

3.1.16 **объединенная проба** (gross sample): В случае нештучной продукции проба, объединяющая все разовые пробы, отобранные из части партии или из всей партии с применением процедур стандартного отбора выборки.

3.1.17 **исследуемая проба** (test sample): Для нештучной продукции проба, подготовленная к испытаниям или анализу, которую целиком или частично используют для исследований.

Примечание — Термин «исследуемая проба» может быть заменен на такие термины как «проба для химического анализа», «проба для определения влажности», «проба для определения размеров частиц» и «проба для физических испытаний».

3.1.18 **исследуемая порция** (test portion): Для нештучной продукции часть исследуемой пробы, единовременно используемая для анализа или испытаний.

3.1.19 **многоэтапный отбор выборки** (multi-stage sampling): Для нештучной продукции отбор выборки, при котором выборку отбирают поэтапно, а выборочные единицы на каждом этапе выбирают из выборочных единиц, отобранных на предыдущем этапе.

3.1.20 **стандартный отбор выборки** (routine sampling): Для нештучной продукции отбор выборки для коммерческих целей, выполняемый в соответствии с процедурой, установленной в одном из стандартов и предназначенной для оценки характеристики качества партии.

Примечание — Термин «регламентированный отбор» иногда используют как синоним к термину «стандартный отбор выборки».

3.1.21 **экспериментальный отбор выборки** (experimental sampling): Для нештучной продукции нестандартный отбор выборки, выполняемый в соответствии с установленным планом эксперимента, применяемым для исследования источников отклонений и/или смещения.

3.1.22 **отбор сквозной выборки** (interpenetrating sampling): Для нештучной продукции повторный отбор проб из партии или части партии, при котором первоначально отобранные разовые пробы для i-й партии или i-й части партии собирают поочередно в разные контейнеры для составления совокупности сложных проб (A_i, B_i, …, C_i), используемых при исследовании дисперсии, характеризующей разброс между разовыми пробами в партии или части партии.

Примечание 1 — Термин «отбор межуровневой выборки» иногда используют как синоним термину «отбор сквозной выборки».

Примечание 2 — Наиболее часто в схемах отбора сквозных выборок используют метод двойного отбора выборок с формированием пар сложных проб (A_i, B_i) для каждой i-й партии или части партии.

3.1.23 **повторный отбор проб** (replicate sampling): Для нештучной продукции отбор выборки, при котором разовые пробы отбирают попарно (одновременно или последовательно) для формирования совокупности из нескольких сложных проб.

3.1.24 **двойной отбор проб** (duplicate sampling): Для нештучной продукции это повторный отбор выборки, при котором разовые пробы отбирают попарно (одновременно или последовательно) для формирования двух сложных проб.

Примечание — Двойной отбор проб — частный случай повторного отбора проб.

3.1.25 **мануальный отбор пробы** (manual sampling): Для нештучной продукции отбор разовых проб вручную.

3.1.26 **автоматизированный отбор пробы** (mechanical sampling): Для нештучной продукции отбор разовых проб с применением технических средств.

3.1.27 **резка** (cut): Для нештучной продукции один ход технического средства при автоматизированном отборе пробы из потока нештучной продукции.

3.1.28 **подготовка пробы** (sample preparation): Для нештучной продукции совокупность действий для формирования из отобранных проб исследуемой пробы.

Пример — Измельчение, смешивание и деление пробы.

Примечание — Для сыпучих материалов завершение каждой операции деления пробы является началом следующей стадии подготовки пробы. Таким образом, количество стадий при подготовке пробы равно количеству выполненных действий деления.

3.1.29 **измельчение образца** (sample reduction): Для нештучной продукции стадия процесса подготовки пробы, при которой размер частиц материала пробы уменьшают путем дробления, размалывания или растирания.

3.1.30 **деление пробы** (sample division). Для нештучной продукции стадия процесса подготовки пробы, при которой пробу материала нештучной продукции делят на части, одну или более из которых сохраняют.

Пример — Нарезание, механическое деление или деление на четыре равные части (квартование).

3.1.31 **деление на части с фиксированным процентом массы** (fixed ratio division): Для нештучной продукции деление пробы, при котором сохраняемые части отдельных проб представляют собой фиксированную долю массы исходной пробы.

3.1.32 **деление на части с фиксированной массой** (fixed mass division): Для нештучной продукции деление пробы, при котором сохраняемые части имеют почти одинаковую массу, независимо от различий в массе делимых проб.

3.1.33 **сушка пробы** (sample drying): Для нештучной продукции стадия процесса подготовки пробы, включающая ее сушку, предназначенную для доведения влажности пробы до уровня, который не будет давать смещение результатов дальнейших исследований или влиять на дальнейшую подготовку пробы.

3.1.34 **стандартная подготовка пробы** (routine sample preparation): Для нештучной продукции подготовка пробы, выполняемая в соответствии с процедурами, установленными в одном из стандартов и предназначенными для определения выборочного среднего характеристики качества партии.

3.1.35 **нестандартная подготовка пробы** (non routine sample preparation): Для нештучной продукции подготовка пробы, выполняемая для эксперимента, предназначенного для определения параметров схемы выборочного контроля.

3.1.36 **номинальный надрешетный размер** (nominal top size): Для нештучной продукции размер частиц, выраженный в виде апертурного размера испытательного сита (с квадратными отверстиями в соответствии с ИСО 565), на котором остается не более 5 % пробы.

3.1.37 **номинальный подрешетный размер** (nominal bottom size): Для нештучной продукции размер частиц, выраженный в виде размера отверстия испытательного сита (с квадратными отверстиями в соответствии с ИСО 565), через которое проходит не более 5 % пробы.

3.1.38 **изменчивость характеристики качества** (quality variation): Для нештучной продукции стандартное отклонение характеристики качества, определяемое на основе оценки дисперсии, полученной либо по сквозной выборке, отобранной из партии или части партии, либо полученной с помощью вариографического анализа отклонений между разовыми пробами, отстоящими друг от друга на разные интервалы времени.

3.1.39 **процедура отбора выборки (пробы)** (sampling procedure): Для нештучной продукции требования и/или инструкции, устанавливающие порядок отбора разовых проб и формирования пробы или выборки.

3.1.40 **процедура подготовки пробы** (sampling preparation procedure): Для нештучной продукции требования и/или инструкции, устанавливающие методы и критерии деления пробы.

3.1.41 **схема выборочного контроля** (sampling scheme): Для нештучной продукции требования к типу выборочного контроля, а также требования к контролируемому объекту, разовым пробам, формированию выборки (пробы) и выполняемым измерениям.

Пример — Схема выборочного контроля может устанавливать, например, проведение последовательного или двухступенчатого контроля. В комбинации с требованиями к типу контроля схема может устанавливать количество разовых проб, отбираемых из партии, количество объединенных проб или сквозных выборок, формируемых для партии, количество исследуемых проб, подготавливаемых из сложной пробы и количество измерений, выполняемых на исследуемой пробе.

3.1.42 **система для отбора проб** (sampling system): Для нештучной продукции механизм и/или механическая установка для отбора разовых проб и подготовки пробы.

3.2 Условные обозначения и сокращения

В настоящем стандарте применены следующие обозначения и сокращения. Обозначения приведены в таблице 1, сокращения — в таблице 2.

Таблица 1 — Условные обозначения

Обозначение	Величина или понятие	Единица измерения	Место первого упоминания
A_i	Сложная проба из нечетных разовых проб для i-й части при отборе сквозной выборки	—	7.3
A_2	Параметр, характеризующий значимость разности двух средних	—	10
B_i	Сложная проба четных разовых проб для i-й части при отборе сквозной выборки	—	7.3
b	Коэффициент, используемый при вычислении границ доверительного интервала для дисперсии	—	B.5
b_0	Свободный член линии регрессии	—	C.5
b_1	Угловой коэффициент линии регрессии	—	C.5
d	Номинальный максимальный размер частиц	мм	5
d_i	Разность выборочных средних на основе измерений с применением исследуемой системы и эталонного метода для одного и того же набора проб	—	10
d_2	Коэффициент, используемый при оценке стандартного отклонения для пар данных, подчиняющихся нормальному распределению	—	7.3
$\overline{d}$	Выборочное среднее разностей между измерениями с применением исследуемой системы и эталонного метода	—	10
$E(V)$	Математическое ожидание оценки дисперсии	—	B.5
F_o	Наблюдаемое F	—	10
$F_{\alpha/2}(\nu_1, \nu_2)$	Квантиль F-распределения уровня $\alpha/2$ с ν_1, ν_2 степенями свободы	—	10
g_i	Разность между x_{i1} и x_{i2}	—	10
h_i	Разность между y_{i1} и y_{i2}	—	10
i	Индекс, соответствующий номеру разовой пробы или части партии	—	7.3
k	Количество разовых проб, определяющих уровень вариаграммы или коррелограммы, или количество наборов разовых проб	—	7.4 8
N_{ite}	Количество элементов в совокупности	—	5
N_{sub}	Общее количество возможных разовых проб в части партии	—	5

Продолжение таблицы 1

Обозначение	Величина или понятие	Единица измерения	Место первого упоминания
n	Количество разовых проб	—	6
n_{se}	Количество элементов в выборке	—	5
n_M	Количество измерений, выполненных на исследуемой пробе	—	6
n_o	Количество наблюдений в A_j	—	B.5
n_{s-sb}	Количество разовых проб, отобранных из каждой части партии	—	5
P_{mi}	Производительность изготовления жидкого чугуна	t/tap	C.3
p	Количество партий		
R_j	Размах парных измерений		
$\overline{R}$	Среднее арифметическое размахов R_j	—	7.3
$\overline{R}_1$	Среднее арифметическое размахов пар измерений	—	B.4.3
$\overline{R}_2$	Среднее арифметическое размахов между математическими ожиданиями измерений в исследуемой пробе	—	B.4.3
$\overline{R}_3$	Среднее арифметическое размахов между математическими ожиданиями измерений в сложной пробе		B.4.3
r_{exp}	Значение экспериментальной коррелограммы	—	7.4
S	Сумма квадратов отклонений	—	C.7.2
s^2_{BIT}	Дисперсия, соответствующая элементам выборки	—	5
s^2_d	Дисперсия разностей d_j	—	10
s^2_e	Дисперсия случайной ошибки	—	10
T_1, T_2	Границы доверительного интервала	—	10
t	Значение уровня при вычислении вариограммы или коррелограммы для смещения по времени или массе	t (масса)	7.4
$t_{(1-\alpha)/2}(\nu)$	Квантиль t-распределения уровня $(1-\alpha)/2$ с ν степенями свободы	—	10
U_{CL}	Верхняя контрольная граница	—	D.4
u	Относительный номер разовой пробы	—	C.5
u_{lot}	Количество частей в партии	—	6
V_A	Дисперсия с ν_A степенями свободы	—	B.5
V_a	Дисперсия, соответствующая амплитуде циклических изменений	—	C.3
V_c	Дисперсия циклических изменений	—	C.3
V_E	Дисперсия с ν_E степенями свободы	—	B.5
V_{exp}	Значение экспериментальной вариограммы	—	7.4
V_*	Дисперсия случайных изменений	—	C.3
w_{Al}	Процент массового содержания алюминия	% массы	C.7
w_{Fe}	Процент массового содержания железа	% массы	C.7
w_m	Процент массового содержания влаги	% массы	C.5
w_{st}	Процент массы размера фракции	% массы	C.6
w_{Si}	Процент массового содержания кремния	% массы	C.3
w_{Su}	Процент массового содержания серы	% массы	C.3

Продолжение таблицы 1

Обозначение	Величина или понятие	Единица измерения	Место первого упоминания
x_i	Значение характеристики качества i-й разовой пробы	—	7.4
x_{i1}	Один из двух результатов измерений, полученных с применением исследуемой системы	—	10
x_{i2}	Один из двух результатов измерений, полученных с применением исследуемой системы	—	10
$\overline{\overline{x}}$	Общее среднее арифметическое x_{i1} и x_{i2}	—	10
y_{i1}	Один из двух результатов измерений, полученных эталонным методом	—	10
y_{i2}	Один из двух результатов измерений, полученных эталонным методом	—	10
$\overline{\overline{y}}$	Общее среднее арифметическое y_{i1} и y_{i2}	—	10
α	Уровень значимости критерия	—	10
δ	Максимально допустимое смещение	—	10
μ	Математическое ожидание совокупности	—	С.7.2
ν	Число степеней свободы	—	10
ρ_{COD}	Параметр качества воды (содержание кислорода)	мг/л кислорода	Е.7
σ^2_A	Дисперсия, соответствующая обработке A_j	—	В.5
σ^2_{BC}	Дисперсия, соответствующая сложным пробам	—	С.7
σ^2_{BL}	Дисперсия, характеризующая изменчивость между партиями	—	7.2
σ^2_{BP}	Дисперсия, характеризующая изменчивость между частями партии	—	С.7
σ^2_{BT}	Дисперсия, характеризующая изменчивость между железнодорожными составами	—	Приложение А
σ^2_{BV}	Дисперсия, характеризующая изменчивость между судами	—	С.7
σ^2_{BW}	Дисперсия, характеризующая изменчивость между вагонами железнодорожного состава	—	Приложение А
σ^2_E	Математическое ожидание оценки дисперсии	—	5
σ^2_M	Дисперсия, характеризующая изменчивость результатов измерений, полученных на исследуемой пробе	—	6
σ^2_P	Дисперсия, характеризующая изменчивость между исследуемыми пробами, подготовленными из объединенной пробы	—	6
σ^2_s	Дисперсия, соответствующая отбору выборки	—	7.2
σ^2_t	Общая дисперсия	—	С.3
σ^2_{wl}	Дисперсия в пределах партии	—	8
σ^2_{wsl}	Дисперсия в пределах части партии	—	8
σ^2_{wst}	Дисперсия, соответствующая разовым пробам в пределах слоя в случае расслоенной выборки и систематического отбора выборок, и дисперсия, соответствующая разовым пробам в пределах выборочной единицы в случае двухэтапного отбора выборки	—	6

Окончание таблицы 1

Обозначение	Величина или понятие	Единица измерения	Место первого упоминания
$\hat{\sigma}^2_A$	Оценка дисперсии σ^2_A	—	C.7
$\hat{\sigma}^2_{BC}$	Оценка дисперсии σ^2_{BC}	—	B.5
$\hat{\sigma}^2_{BL}$	Оценка дисперсии σ^2_{BL}	—	C.7
$\hat{\sigma}^2_{BP}$	Оценка дисперсии σ^2_{BP}	—	C.7
$\hat{\sigma}^2_{BV}$	Оценка дисперсии σ^2_{BV}	—	D.5
$\hat{\sigma}_E$	Оценка дисперсии σ_E	—	D.5
$\hat{\sigma}^2_M$	Оценка дисперсии σ^2_M	—	B.4.3
$\hat{\sigma}^2_P$	Оценка дисперсии σ^2_P	—	B.4.3
$\hat{\sigma}^2_S$	Оценка дисперсии σ^2_S	—	7.3
$\hat{\sigma}^2_{wst}$	Оценка дисперсии σ^2_{wst}	—	7.3
$\chi^2(\nu, \alpha/2)$	Квантиль χ^2 — распределения уровня $\alpha/2$ с ν степенями свободы	—	B.5

Таблица 2 — Сокращения, используемые в качестве нижних индексов

Нижний индекс	Значение
Al	Алюминий
a	Амплитуда
BC	Сложная выборка
BIT	Элемент выборки
BL	Партия
BP	Часть партии
BT	Поезд
BV	Судно
BW	Вагон
COD	Содержание кислорода
c	Цикл
d	Разность
E	Математическое ожидание
e	Ошибка (случайная)
exp	Эксперимент
Fe	Железо
ite	Элемент выборки
i	Индекс, указывающий номер разовой пробы или части партии
L	Нижний
lot	Партия

Окончание таблицы

Нижний индекс	Значение
M	Измерение
m	Влажность
mi	Жидкий чугун
o	Наблюдаемый
P	Подготовка
r	Случайный
S	Выборочный
sf	Размер фракции
Si	Кремний
Su	Сера
sub	Часть партии
t	Общий (полный)
U	Верхний
wl	В пределах партии
ws	В пределах выборки
wsl	В пределах части партии
wst	В пределах слоя

4 Цель и применение статистических методов в выборочном контроле нештучной продукции

Для оценки характеристик или свойств нештучной продукции отбирают выборки нескольких типов. Выборки могут быть отобраны из непрерывного потока вещества отдельной партии или последовательности партий. Необходимость в настоящем стандарте вызвана наличием большого количества причин отклонений, связанных с особенностями партии, методами отбора выборки и подготовки сложных проб, погрешностями измерений.

Стандарты на выборочный контроль нештучной продукции (уголь, железная руда и сырая нефть) изданы и пересматриваются в соответствующих технических комитетах. Однако в этих стандартах существуют различия в использовании терминов и применении статистических методов.

Поэтому одной из целей настоящего стандарта является установление единых терминов и определений, необходимых для применения выборочного контроля нештучной продукции.

Второй целью настоящего стандарта является регламентация требований по применению статистических методов. Например, в вышеупомянутых стандартах приведены различные методы исследований для оценки смещения, и пользователи часто не могут принять решение, какой из них лучше. Настоящий стандарт устанавливает альтернативный метод испытаний для оценки смещения. Математическая модель вышеупомянутых методов не может быть применена для большинства автоматизированных систем отбора проб, существующих на сегодняшний день. Нормальные рабочие условия метода испытаний не могут быть точно смоделированы, если система отбора проб не предназначена для работы в нормальных условиях. Предложенный метод испытаний является модификацией обычного метода испытаний для контроля смещения на основе парных данных. Метод испытаний предусматривает прямую оценку дисперсии ошибки посредством двойных измерений каждого элемента пар данных. Это обеспечивает получение большего количества информации о дисперсии ошибок по сравнению с другими методами оценки смещения.

Кроме того, рекомендуется включать последовательный анализ данных на основе вариограммы в планы выборочного контроля для нештучной продукции. В настоящем стандарте описано несколько вариантов применения анализа данных различного вида.

Основным направлением применения процедур выборочного контроля нештучной продукции является торговая и коммерческая деятельность. Выборочный контроль нештучной продукции выполняют с помощью процедур двух типов. В одном случае выборочный контроль нештучной продукции применяют для оценки среднего значения характеристики качества в партии с приемлемой точностью, в другом случае — для принятия решения о приемке партии. Стандарты для процедур первого типа применимы к выборочному контролю угля, железной руды и иной нештучной продукции. Настоящий стандарт является основополагающим серии стандартов ИСО 11648. Стандарт, устанавливающий процедуры второго типа, — это ИСО 10725 [30].

Выборочный контроль нештучной продукции различается по категории его применения. К одной категории относится выборочный контроль из совокупности нештучной продукции, как описано выше, а к другой — выборочный контроль на предприятии. Цель применения выборочного контроля на предприятии — управление производственным процессом и подтверждение качества продукции. Например, при производстве стали кислородно-конверторным способом выборочный контроль жидкой стали выполняют для управления производственным процессом, а результаты контроля используют для подтверждения того, что химический состав стали соответствует установленным требованиям. Таким образом, применяемые методы выборочного контроля предприятие выбирает самостоятельно, но они должны соответствовать методам выборочного контроля, установленным в стандартах серии ИСО 11648.

5 Особые задачи для выборочного контроля нештучной продукции

Если партия состоит из сотен ламп или болтов, случайный выбор ламп или болтов дает представительную выборку из партии. В случае выборочного контроля нештучной продукции вместо отдельных ламп или болтов из партии отбирают разовые пробы. При выборочном контроле нештучной продукции очень важно определить минимальную массу разовой пробы.

Например, при последовательном плане выборочного контроля нештучной продукции, упакованной в мешки по 50 килограмм (например, муки или цемента), необходимо:

- выбрать мешки для отбора выборки;
- определить массу разовой пробы;
- отобрать разовые пробы из мешков устройством для отбора пробы и составить представительную выборку (т.е. избежать смещения, соответствующего слоям продукции с различными свойствами);
- выполнить необходимую подготовку и исследование пробы.

При выборе устройства по отбору проб следует учесть, что слишком маленькое устройство может внести смещение из-за пропуска больших частиц в партии, а слишком большое устройство может привести к чрезмерной нагрузке при подготовке проб. Соответственно, устройство для отбора проб должно быть определено на основе компромисса между этими крайними вариантами.

Однако при выборочном контроле сыпучих материалов необходимо рассмотреть влияние окружающей среды и удобство работы с разовыми пробами, в том числе массу разовой пробы, которая при вычислении по приведенной ниже формуле может быть слишком мала для ручного метода отбора проб.

На практике применяются ручные (мануальные) и автоматизированные методы отбора проб. При контроле сыпучих материалов минимальная масса разовой пробы при мануальном отборе проб соответствует объему с размерами $(3\times3\times3)d$, где d — номинальный максимальный размер частиц в партии, выраженный в миллиметрах. Мануальный отбор разовой пробы основан на предположении о случайном отборе проб из партии.

При отборе выборки с остановленной ленты конвейера профилированную рамку для отбора проб с минимальными внутренними размерами, равными утроенному номинально максимальному размеру частиц в партии или 30 мм (какой из них больше), размещают на неподвижном конвейере, вставляя ее в материал в поперечном сечении до упора с лентой конвейера по всей ее ширине. Удаляют материал в пределах рамки для отбора проб, перемещая его с ленты, и ссыпают каждую разовую пробу так, чтобы все ее частицы были включены в разовую пробу. Отбор выборки с остановленной ленты конвейера не всегда удобен, но часто является предпочтительным методом.

Минимальная масса разовой пробы, отобранной типовым пробоотборником из отгружаемой с конвейера нештучной продукции, получается при минимальном отверстии пробоотборника и максимальной скорости отбора пробы пробоотборником. Максимальную скорость пробоотборника ограничивают так, чтобы избежать появления смещения, связанного с пропуском больших частиц материала. Масса разовой пробы, отобранной типовым пробоотборником, обычно в 10 — 50 раз больше массы разовой пробы, отобранной вручную. Поперечные ленточные пробоотборники отбирают разовую пробу из материала,

движущегося по конвейеру. Пробоотборник должен вырезать поток нештучной продукции в перпендикулярной к поверхности конвейера плоскости.

При отборе выборки из зернистого материала математическое ожидание оценки дисперсии выборочного среднего характеристики качества в партии имеет следующий вид

$$\sigma_E^2 = (1 - n_{ite}/N_{ite})\frac{s_{ws}^2}{n_{ite}}, \quad (1)$$

где N_{ite} — количество элементов в совокупности;

n_{ite} — количество элементов в выборке;

s_{ws}^2 — оценка дисперсии показателя качества, характеризующей разброс между элементами выборки.

В выражении (1) сомножитель $(1 - n_{ite}/N_{ite})$ называют «поправкой на конечность совокупности». Если значение n_{ite}/N_{ite} меньше 0,1, то поправкой можно пренебречь. В выборочном контроле нештучной продукции значение, соответствующее n_{ite}/N_{ite}, т.е. n_{sub}/N_{sub}, обычно меньше 0,1, и поправка на конечность совокупности может быть опущена. Здесь n_{sub} — количество разовых проб, отобранных из части партии, а N_{sub} — общее количество возможных разовых проб в части партии. Этот вывод применим не только к стадии отбора выборки (отбора разовых проб), но также и к стадии подготовки пробы (отбор исследуемой пробы из объединенной пробы), стадии анализа (отбор исследуемой порции из исследуемой пробы). Он также применим к жидкостям и газам. Поправку на конечность совокупности необходимо применять при выборочном контроле нештучной продукции из вагона поезда, металлических бочек из кузова грузовика и т.п.

Характеристики качества, которые подлежат контролю, устанавливают в договоре. Влажность вещества в партии определяют путем вычисления сухой массы на основе взвешивания. При этом анализируют различные виды химического состава веществ. При выборе весового оборудования для определения сухой массы компонента необходимо учитывать точность весов, влажность вещества в партии и состав композиции. Иногда определяют распределение частиц по размерам, физические и химические свойства материала. Установленные методы выборочного контроля должны удовлетворять всем требованиям по каждой характеристике качества.

6 Различия для сыпучих веществ, жидкостей и газов

Процесс выборочного контроля сыпучих материалов обычно делится на три стадии:

a) процесс отбора разовых проб;

b) процесс подготовки пробы;

c) процесс измерений.

Каждой стадии процесса соответствует своя дисперсия:

- дисперсия отбора выборки, характеризующая изменчивость, возникающую при отборе разовых проб;

- дисперсия подготовки пробы, характеризующая изменчивость, возникающую при подготовке исследуемой пробы;

- дисперсия измерений, характеризующая прецизионность используемого метода измерений (аналитического метода);

Если при систематическом выборочном контроле отобрано n разовых проб из партии сыпучего материала, объединенная проба состоит из n разовых проб. Из объединенной пробы подготавливают исследуемую пробу, на которой выполняют n_M измерений. Для дисперсии оценки среднего[1)] характеристики качества в партии можно использовать аппроксимацию (2)

$$\sigma_E^2 = \frac{\sigma_{wst}^2}{n} + \sigma_P^2 + \frac{\sigma_M^2}{n_M}, \quad (2)$$

где σ_{wst}^2 — дисперсия, характеризующая изменчивость разовых проб в пределах слоя, включая каждую разовую пробу партии;

[1)] Среднее — математическое ожидание (ред.).

σ_P^2 — дисперсия, характеризующая изменчивость между исследуемыми пробами, подготовленными для анализа из объединенной пробы;

σ_M^2 — дисперсия, характеризующая изменчивость результатов измерений, полученных на исследуемой пробе;

n — количество разовых проб, отобранных из партии;

n_M — количество измерений, выполненных на исследуемой пробе.

Примечание — Теория систематического выборочного контроля изложена в [1] и [2].

Если необходимо, чтобы дисперсия была меньше предельного значения, тогда путем подбора соответствующей комбинации количества разовых проб n и количества измерений n_M уменьшают значения первого и третьего членов в выражении (2), поскольку второй член этого выражения σ_P^2 сложно изменить.

Если дисперсия, характеризующая изменчивость в исследуемой пробе σ_P^2, составляет большую часть σ_E^2 выражения (2), а σ_E^2 должно быть меньше заданного предельного значения, дальнейшее уменьшение σ_E^2 только за счет увеличения n и n_M может быть невозможно. В частности, уменьшение дисперсии, соответствующей исследуемой пробе и характеризующей изменчивость, связанную с приготовлением пробы, трудно достижимо при подготовке пробы с зернистостью, близкой к естественной. Единственное решение в этом случае — разбиение партии на соответствующее количество частей партии.

Если партия разделена на u_{lot} частей с отбором n_{sub} разовых проб из каждой части партии, объединенную пробу составляют для каждой части партии и выполняют n_M повторных измерений на каждой объединенной пробе, то дисперсия оценки среднего характеристики качества партии будет иметь вид

$$\sigma_E^2 = \frac{1}{u_{lot}}\left(\frac{\sigma_{wst}^2}{n_{sub}} + \sigma_P^2 + \frac{\sigma_M^2}{n_M}\right). \quad (3)$$

Таким образом, дисперсия оценки среднего характеристики качества партии σ_E^2 может быть уменьшена путем выбора соответствующего количества частей партии u_{lot}. Часть партии должна представлять собой известное количество нештучной продукции для вычисления оценки характеристики качества партии в виде взвешенного среднего.

В процессе отбора выборки из жидкости изменчивость в пределах объединенной пробы сравнительно мала и процесс подготовки пробы обычно отсутствует. При необходимости, объединенная проба может быть перемешана, что позволяет сделать эту изменчивость незначительной.

В процессе отбора выборки из газообразного вещества разовую пробу, отобранную из партии, сразу подвергают анализу, и процесс подготовки пробы обычно отсутствует.

При отборе выборки из сыпучего материала по возможности весь материал должен быть гомогенизирован, например, путем выделения нескольких партий до отбора разовых проб. Системы отбора проб для сыпучих материалов должны быть подготовлены до начала погрузки материала на суда. Это позволяет уменьшить изменчивость характеристики качества в пределах партии. Отбор разовых проб из слоев, на которые разделена партия, снижает изменчивость характеристики качества на стадии подготовки пробы. Уменьшение размеров частиц является еще одним способом гомогенизации. На стадии исследуемой пробы в лаборатории выполняют механическое перемешивание. Однако специальные операции по гомогенизации на данном этапе могут иногда приводить к разделению материала по свойствам.

7 Экспериментальные методы оценки дисперсии на различных стадиях отбора выборки

7.1 Дисперсии, соответствующие различным стадиям отбора выборки

Используемые планы контроля нештучной продукции должны быть установлены так, чтобы была достигнута установленная полная прецизионность для партии с учетом прошлого опыта и результатов специальной серии экспериментов.

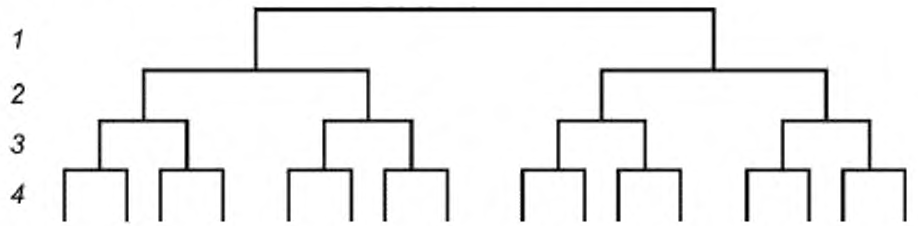
Составляющие дисперсии при стандартном отборе выборки обычно делятся на дисперсию отбора выборки (отбора разовых проб), дисперсию подготовки пробы и дисперсию измерений. Для оценки этих дисперсий, по отдельности или совместно, используют следующие три способа отбора выборки:

- иерархический эксперимент;
- отбор сквозной выборки;

- систематический отбор выборок на основе массы с измерениями каждой разовой пробы поочередно.

7.2 Иерархические эксперименты

В начале выборочного контроля, когда нет предыдущего опыта, должен быть выполнен эксперимент для оценки составляющих полной дисперсии на различных стадиях отбора выборки, т.е. дисперсии, характеризующей разброс между партиями; дисперсии, характеризующей разброс между разовыми пробами; дисперсии, характеризующей разброс между пробами, и дисперсии, характеризующей погрешности (ошибки) измерений. Самый простой план эксперимента — это полностью сгруппированный эксперимент с двумя пробами или измерениями на каждой стадии, как показано на рисунке 1.



1 — партия, *2* — стадия отбора выборки; *3* — стадия подготовки пробы, *4* — стадия выполнения измерений

Рисунок 1 — Полностью сгруппированный эксперимент

Чтобы получить достаточную информацию о составляющих дисперсии на стадиях контроля, необходимо проверить приблизительно 20 партий (хотя в большинстве случаев может потребоваться несколько пар на каждой стадии из одной партии).

Недостатком такого плана эксперимента является то, что на каждой стадии необходимо выполнить четыре измерения, а это достаточно трудоемко. Число степеней свободы и математическое ожидание дисперсии для этого случая приведены в таблице 3.

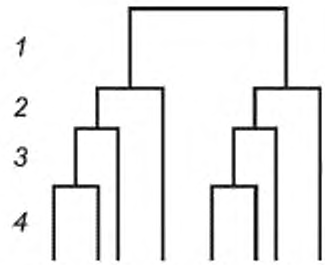
Таблица 3 — Таблица ANOVA для полностью сгруппированного эксперимента

Уровень эксперимента	Число степеней свободы	Математическое ожидание среднего квадрата отклонений (дисперсия)
Партия	$p-1$	$\sigma_M^2 + 2\sigma_P^2 + 4\sigma_S^2 + 8\sigma_{BL}^2$
Стадия отбора пробы в пределах партии	p	$\sigma_M^2 + 2\sigma_P^2 + 4\sigma_S^2$
Стадия подготовки пробы в пределах стадии отбора выборки	$2p$	$\sigma_M^2 + 2\sigma_P^2$
Измерения в пределах стадии подготовки пробы	$4p$	σ_M^2
Сумма	$8p-1$	

Примечание — σ_{BL}^2 — дисперсия, характеризующая изменчивость от партии к партии;
σ_S^2 — дисперсия, соответствующая стадии отбора пробы;
σ_P^2 — дисперсия, соответствующая стадии подготовки пробы;
σ_M^2 — дисперсия погрешности измерений;
p — количество партий.

Число степеней свободы $4p$ для дисперсии, соответствующей измерениям, является слишком большим и более предпочтителен план эксперимента, которому соответствует более равномерное распределение числа степеней свободы.

Это может быть сделано за счет использования нерегулярного иерархического эксперимента (см. рисунок 2).



1 — партия. *2* — стадия отбора выборки; *3* — стадия подготовки пробы; *4* — стадия выполнения измерений

Рисунок 2 — Нерегулярный иерархический эксперимент

В случае нерегулярного иерархического эксперимента количество измерений сокращается с $8p$ до $4p$. Число степеней свободы и математическое ожидание дисперсии приведены в таблице 4.

В таком эксперименте оценки дисперсий σ^2_{BL}, σ^2_S, σ^2_P и σ^2_M находят, приравнивая каждую формулу в последней графе таблицы к соответствующей наблюдаемой дисперсии. Детали полностью сгруппированного эксперимента и нерегулярного иерархического эксперимента в соответствии с ИСО 5725-3. Примеры иерархического эксперимента приведены в приложении В.

Таблица 4 — Таблица ANOVA для нерегулярного иерархического эксперимента

Уровень эксперимента	Число степеней свободы	Математическое ожидание среднего квадрата отклонений (дисперсия)
Партия	$p-1$	$\sigma^2_M + (3/2)\sigma^2_P + (5/2)\sigma^2_S + 4\sigma^2_{BL}$
Стадия отбора пробы в пределах партии	p	$\sigma^2_M + (7/6)\sigma^2_P + (3/2)\sigma^2_S$
Стадия подготовки пробы в пределах стадии отбора выборки	p	$\sigma^2_M + (4/3)\sigma^2_P$
Измерения в пределах второй стадии	p	σ^2_M
Сумма	$4p-1$	

7.3 Отбор сквозной выборки

Отбор сквозной выборки применяют в тех случаях, когда дисперсия отбора выборки существенно больше дисперсии подготовки пробы и дисперсии измерений. Кроме того, отбор сквозной выборки применим в случае, когда допустимо объединение или накопление разовых проб, т.е. к сыпучим материалам или жидкостям.

При систематическом выборочном контроле железной руды периодически проводят анализ изменчивости характеристики качества, включая отбор двух разовых проб в пределах слоя. Партию делят более чем на 10 частей, и количество разовых проб, отбираемых из каждой части партии, определяют путем деления общего количества разовых проб, определенных в соответствии с массой партии, на количество частей. Разовые пробы отбирают через установленные объемы массы вещества. Разовые пробы с нечетными и четными номерами, отобранные из каждой части, объединяют в две сложные пробы соответственно. (В следующем примере эти сложные пробы обозначены A_i и B_i соответственно, где i — номер части). Для каждой сложной пробы определяют характеристики качества, а также их изменчивость в пределах слоя на основе двух разовых проб.

Применяемые методы иллюстрированы на следующих примерах:

Пример 1 (количество разовых проб в сложной пробе)·(количество сложных проб в части)·(количество частей) = 3·2·10.

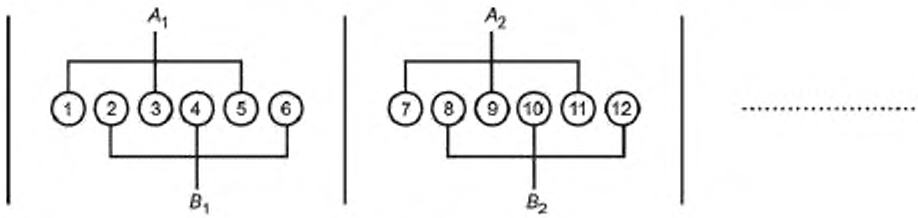


Рисунок 3 — Отбор сквозной выборки

Пример определения общего содержания железа показан в таблице 5. В этом примере из партии отобрано 60 разовых проб. Разовые пробы № 1, № 3 и № 5 объединены в сложную пробу A_1, а разовые пробы № 2, № 4 и № 6 объединены в сложную пробу B_1. Таким образом, получены сложные пробы A_1, ..., A_{10} и B_1, ..., B_{10}, а затем для каждой сложной пробы определено содержание железа после подготовки каждой пробы отдельно. Размах между a_i и b_i обозначают R_i. Изменчивость характеристики качества в пределах слоя с двумя отобранными разовыми пробами, включающая дисперсии подготовки пробы и выполнение измерений, оценивают по следующей формуле (среднее арифметическое размаха равно 0,23)

$$\sigma^2_{wst} = 3\left(\frac{\overline{R}}{d_2}\right)^2, \qquad (4)$$

где d_2 — коэффициент для оценки дисперсии по размаху пар данных, подчиняющихся нормальному распределению, $d_2 = 1{,}128$;

3 — количество разовых проб в каждой сложной пробе.

Другие примеры отбора сквозной выборки приведены в С.7.

Таблица 5 — Пример отбора сквозной выборки

Номер части	Общее содержание железа			
	A	B	Среднее арифметическое	Размах
1	65,37	64,36	64,865	1,01
2	64,82	64,82	64,82	0
3	64,81	65,10	64,955	0,29
4	64,96	65,06	65,01	0,10
5	65,23	65,20	65,215	0,03
6	65,34	65,22	65,28	0,12
7	65,54	65,80	65,67	0,26
8	65,41	65,34	65,375	0,07
9	65,16	65,22	65,19	0,06
10	65,34	65,69	65,515	0,35
Среднее арифметическое			65,19	0,23
σ_{wst}				0,35
Метод — 3·2·10 Сталь G, 1985-05-19, вес 97101 т				

7.4 Систематический отбор выборки продукции с последовательным измерением каждой разовой пробы

Систематический отбор выборки часто применяют для отбора разовых проб нештучной продукции вместо отбора простой случайной выборки на стационарной установке, поскольку его проще выполнить и механизировать. После отбора разовых проб при систематическом отборе выборки выполняют подготовку исследуемых проб для каждой разовой пробы отдельно и затем измеряют характеристику качества по каждой исследуемой пробе. Данные, полученные таким способом, анализируют с помощью коррелограммы или вариограммы.

Вариограмма — график, изображающий дисперсию как функцию интервала между исходными данными. Расстояние между соседними данными называют единичным интервалом, расстояние между каждым вторым значением данных называют двойным интервалом и т.д. Значение дисперсии $V_{exp}(t)$, соответствующее интервалу в k разовых проб, может быть вычислено по следующей формуле

$$V_{exp}(t) = \frac{\sum_{i=1}^{n-k}(x_{i+k}-x_i)^2}{2(n-k)}, \qquad (5)$$

где x_i — значение характеристики качества для i-ой разовой пробы ($i = 1, 2, \ldots, n$);

$(n-k)$ — количество пар разовых проб в интервале, кратном k единичных интервалов;

t — значение длины интервала для вычисления вариограммы в единицах времени или массы.

Коррелограмма — график, изображающий коэффициент корреляции как функцию интервала между исходными данными. Значение коэффициента корреляции $r(t)$, соответствующее интервалу с k разовыми пробами, может быть вычислено по следующей формуле

$$r_{exp}(t) = \frac{\sum_{i=1}^{n-k}(x_i-\overline{x}_i)(x_{i+k}-\overline{x}_{i+k})}{\sqrt{\sum_{i=1}^{n-k}(x_i-\overline{x}_i)^2\sum_{i=1}^{n-k}(x_{i+k}-\overline{x}_{i+k})^2}}. \qquad (6)$$

Вариограмма и коррелограмма для одних и тех же данных зависят одна от другой (см. С.3). В зависимости от ситуации применяют одну из них или обе.

Отбор выборки железной руды при разгрузке (например, в порту) обычно выполняют с помощью механического оборудования с количеством разовых проб, соответствующим систематическому отбору выборки, основанному на массе, с учетом массы партии, попадающей на основную ленту конвейера, двигающуюся от судна до места складирования.

Выборки из разовых проб для анализа размера частиц обычно просеивают поочередно с помощью специального механического устройства. В последнее время при выборочном контроле железной руды разовые пробы из выборки для определения влажности часто измеряют друг за другом по мере поступления после подготовки, чтобы избежать потери влажности при хранении.

Массы разовых проб, отобранных при систематическом отборе выборки на основе времени, пропорциональны интенсивности потока продукции, а соответствующая масса партии неизвестна. Соответственно, характеристика качества разовой пробы, отобранной на основе времени, не может быть мерой интенсивности потока продукции.

Таким образом, для последовательно поступающих данных погрешности, связанные с подготовкой пробы и выполнением измерений, определяют стандартным образом. Статистический анализ последовательных данных приведен в приложении С.

Метод вариограммы разработан, прежде всего, для оценки составляющих выборочной дисперсии для каждого плана выборочного контроля и нескольких различных периодов отбора выборки, например для периода отбора выборки, увеличенного вдвое. Значение вариограммы для единицы интервала соответствует изменчивости характеристики качества в пределах слоя с двумя соседними разовыми пробами при сквозном отборе выборки.

Однако метод вариограммы используют для выявления особенностей последовательных данных, а не для непосредственной оценки составляющих выборочной дисперсии.

8 Выбор плана контроля для получения необходимой прецизионности

Если при выборочном контроле сыпучих материалов партию делят на u_{lot} частей партии, n_{sub} разовых проб отбирают из каждой части партии, для каждой части партии составляют объединенную пробу и n_M повторных измерений выполняют на каждой объединенной пробе, то дисперсия оценки среднего характеристики качества партии имеет вид

$$\sigma_E^2 = \frac{1}{u_{lot}}\left(\frac{\sigma_{wst}^2}{n_{sub}} + \sigma_P^2 + \frac{\sigma_M^2}{n_M}\right). \quad (7)$$

Здесь σ_E^2 — необходимая прецизионность, σ_{wst}^2 и σ_P^2 соответствуют материалу выборки, σ_M^2 — соответствует применяемому методу измерений характеристики качества. Однако в большинстве случаев σ_M^2 достаточно малая величина по сравнению с σ_{wst}^2 и σ_P^2. Следовательно, u_{lot} и n_{sub} должны быть основными параметрами, с помощью которых можно обеспечить необходимую прецизионность.

В большинстве случаев при выборочном контроле жидкостей дисперсия, соответствующая исследуемой пробе, подготовленной из объединенной пробы σ_P^2, является малой величиной из-за перемешивания объединенной пробы. Соответственно, дисперсия оценки среднего характеристики качества партии имеет вид

$$\sigma_E^2 = \frac{\sigma_{wl}^2}{n} + \frac{\sigma_M^2}{n_M}, \quad (8)$$

где σ_{wl}^2 — дисперсия характеристики качества разовых проб в партии;

n — количество разовых проб, отобранных из партии.

В этом случае для регулировки используют n и n_M.

Однако если партия разделена на u_{lot} контейнеров равной массы (части партии), дисперсия оценки среднего характеристики качества партии имеет вид

$$\sigma_E^2 = \frac{1}{u_{lot}}\left(\frac{\sigma_{wst}^2}{n_{sub}} + \frac{\sigma_M^2}{n_M}\right), \quad (9)$$

где σ_{wst}^2 — дисперсия характеристики качества разовых проб в пределах контейнера.

При выборочном контроле газов накопление разовых проб является достаточно трудным делом. Соответственно, дисперсия оценки среднего характеристики качества имеет вид

$$\sigma_E^2 = \frac{1}{n}\left(\sigma_{wl}^2 + \frac{\sigma_M^2}{n_M}\right), \quad (10)$$

где σ_{wl}^2 — дисперсия характеристики качества разовых проб в партии. В этом случае для обеспечения необходимой прецизионности используют n и n_M.

9 Оценка прецизионности

Прецизионность, соответствующую стандартному отбору выборки, подготовке пробы и методу выполнения измерений, необходимо периодически проверять на основе двойного отбора проб.

В экспериментах при систематическом отборе выборки должно быть отобрано вдвое больше разовых проб, чем при стандартном отборе выборки за половину интервала времени, или объема массы и составлены две сложные пробы, каждая из которых состоит из n разовых проб соответственно, которые должны быть объединены. Две сложные пробы из каждой партии должны быть подготовлены и на них должны быть выполнены измерения в соответствии со стандартными процедурами. Рекомендуется выполнять эксперименты не меньше чем для двадцати партий одного и того же материала.

Независимо от количества двойных данных для обнаружения неконтролируемых точек и оценки полученной прецизионности можно применять контрольные карты размаха в соответствии с ИСО 8258 [29].

Практические рекомендации приведены в приложении D.

10 Проверка смещения

Данные, полученные при стандартном отборе выборки, обычно используют для вычисления стоимости товара. Присутствие в полученных данных смещения искажает результаты расчетов. Наличие смещения очень важно для обеих заинтересованных сторон — и покупателя, и поставщика.

Смещение является результатом всех воздействий в системе выборочного контроля от отбора разовых проб до измерения характеристики качества.

Смещение возникает при появлении отклонений от критериев, планов и установленного выполнения элементов системы выборочного контроля. Для предупреждения появления смещения все элементы выборочного контроля должны быть проверены путем сопоставления их с критериями плана эксперимента. Например, устройство по отбору разовых проб в системе выборочного контроля сыпучих материалов должно захватывать все поперечное сечение потока материала. В противном случае, например при использовании ложечного пробоотборника, смещение обязательно будет присутствовать, даже если смещение может быть не обнаружено. Детали критериев, плана эксперимента, систем отбора проб для сыпучих материалов приведены в ИСО 11648-2.

Смещение — это разность между математическим ожиданием результатов испытаний и истинным значением. Однако на практике истинное значение, как правило, неизвестно. Если применение «несмещенного метода» доступно в качестве «принятого эталонного метода», смещение обычно исследуют на основе сравнения результатов испытаний со значениями, полученными несмещенным методом. При автоматизированном отборе пробы из потока сыпучих материалов примером несмещенного метода может быть метод отбора выборки с остановкой конвейера.

Пусть x_{i1}, x_{i2} — результаты измерений двойных разовых проб, полученных с помощью механического устройства, а y_{i1}, y_{i2} — результаты измерений двойных разовых проб, полученных с остановкой конвейера соответственно. Разовые пробы одного набора должны быть отобраны как можно ближе друг к другу, k — количество разовых проб (рекомендуется больше двадцати).

Вычисляют

$$g_i = x_{i1} - x_{i2},\ i = 1, 2, \ldots, k \tag{11}$$

$$s_e^2(x) = \frac{\sum_{i=1}^{k} g_i^2}{2k}, \tag{12}$$

$$h_i = y_{i1} - y_{i2}, \tag{13}$$

$$s_e^2(y) = \frac{\sum_{i=1}^{k} h_i^2}{2k}. \tag{14}$$

Большее из $s_e^2(x)$, $s_e^2(y)$ помещают в числитель F_o и вычисляют отношение F_o дисперсий ошибок

$$F_o = s_e^2(x) / s_e^2(y) \text{ или } F_o = s_e^2(y) / s_e^2(x). \tag{15}$$

Если $F_o > F_{\alpha/2}(\nu_1, \nu_2)$, то нулевую гипотезу $s_e^2(x) = s_e^2(y)$ отклоняют, следовательно, нет оснований считать, что две группы данных принадлежат одной совокупности с общей дисперсией. Уровень значимости α обычно устанавливают равным 0,05, число степеней свободы $s_e^2(x)$ и $s_e^2(y)$ равными k ($\nu_1 = \nu_2 = k$).

Если $F_o < F_{\alpha/2}(\nu_1, \nu_2)$, можно считать, что две группы данных имеют общую дисперсию. Границы доверительных интервалов $T_{1(x)}$, $T_{2(x)}$ и $T_{1(y)}$, $T_{2(y)}$ вычисляют следующим образом.

$$\begin{aligned} T_1(x) &= \overline{\overline{x}} - t_{1-\alpha/2}(k)\, s_e(x), \\ T_2(x) &= \overline{\overline{x}} + t_{1-\alpha/2}(k)\, s_e(x), \end{aligned} \tag{16}$$

$$T_1(y) = \overline{\overline{y}} - t_{1-\alpha/2}(k)\, s_e(y),$$
$$T_2(x) = \overline{\overline{y}} + t_{1-\alpha/2}(k)\, s_e(y), \qquad (17)$$

где $\overline{\overline{x}}$ — общее среднее арифметическое x_{i1} и x_{i2};

$\overline{\overline{y}}$ — общее среднее арифметическое y_{i1} и y_{i2}.

Вычисляют

$$d_i = \frac{x_{i1} + x_{i2}}{2} - \frac{y_{i1} + y_{i2}}{2}, \qquad (18)$$

$$s_d^2 = \frac{1}{k-1}\left[\sum_{i=1}^{k} d_i^2 - \frac{1}{k}\left(\sum_{i=1}^{k} d_i\right)^2\right], \qquad (19)$$

$$A_2 = \left[t_{1-\alpha/2}(\nu) / \sqrt{k}\right] s_d. \qquad (20)$$

Если $\left|\overline{d}\right| > A_2$, то гипотезу о равенстве двух средних отклоняют. Оценкой смещения является $\overline{d}$.

Если абсолютная величина $\overline{d}$ больше максимально допустимого смещения δ, для сокращения или устранения смещения необходимо проанализировать фактическое влияние смещения на оценку качества партии.

Существует достаточно много стандартизованных статистических методов для исследования смещения. Однако любой применяемый метод должен быть оценен на пригодность и эффективность. Метод, предложенный в настоящем стандарте, является основным для анализа смещения и случайных ошибок, связанных с особенностями исследуемого материала и примененной методикой выполнения измерений. Более детальные рассмотрения и практические рекомендации приведены в приложении Е.

11 Прецизионность и смещение на стадии выполнения измерений

Прецизионность и смещение на стадии выполнения измерений необходимо анализировать в соответствии с требованиями серии стандартов ИСО 5725 и других серий стандартов ИСО 11648.

Приложение А
(справочное)

Пояснения к терминам

А.1 Общие положения

Данное приложение содержит необходимые пояснения к некоторым терминам, позволяющие избежать ошибок в их понимании и использовании.

А.2 Нештучная продукция

Термин нештучная продукция охватывает все виды материалов, в которых разовые пробы первоначально не различимы, таких как сыпучие материалы, жидкости и газы. Термин охватывает особые виды продукции, такие как хлопок и железная руда. Правила отбора выборки (случайный отбор выборки, отбор расслоенной выборки) могут быть также применены к особым видам продукции. Однако следует уделить особое внимание отбору разовых проб.

А.3 Выборка

В ИСО 3534-1 и ИСО 3534-2 выборка определена как «подмножество генеральной совокупности», состоящее из одной или большего количества выборочных единиц.

А.4 Отбор выборки

Для определения оценки выборочного среднего характеристики качества партии в основном применяют отбор простой случайной выборки. Однако отбор простой случайной выборки представляет собой достаточно трудную процедуру, особенно из партии в статическом состоянии (статический отбор выборки).

Вместо отбора простой случайной выборки из партии в статическом состоянии применяют систематический отбор выборки по времени или массе при перемещении партии, т. к. процедура его выполнения менее трудоемка (динамический отбор выборки).

Иногда в соответствии с формированием партии, такой как железнодорожный состав, состоящий из множества вагонов, применяют многоэтапный отбор выборки.

Соответствующая процедура выполнения таких планов выборочного контроля может быть установлена на основе информации об изменчивости характеристики качества в партии, дисперсии подготовки выборки и дисперсии выполнения измерений. Изменчивость характеристики качества определяют по результатам экспериментального отбора выборки, такой как отбор сквозной выборки. Дисперсию подготовки пробы и дисперсию выполнения измерений получают на основе соответствующего плана эксперимента.

Прецизионность, достигнутую при стандартном отборе выборки, подтверждают с применением контрольного отбора выборки, например двойного отбора проб. Смещение, соответствующее стандартному отбору выборки, не может быть определено вообще. Разовые пробы, отобранные с помощью автоматического устройства, можно сравнить с разовыми пробами, отобранными из соответствующей точки конвейера при его остановке. Отдельные элементы процесса подготовки пробы, такие как делительное устройство механической системы, могут также быть проверены на наличие смещения на основе соответствующего эксперимента.

А.5 Партия

Термин соответствует ИСО 3534-2.

А.6 Часть партии, выборочная единица и разовая проба

Термины «часть партии», «выборочная единица» и «разовая проба» определены в ИСО 3534-1.

Взаимосвязь этих терминов рассмотрим на примере отбора выборки при загрузке угля в судно.

Пример — Предположим, что 70000 т угля необходимо погрузить на судно. Уголь непосредственно грузят из вагонов железнодорожного состава. В каждый вагон входит 100 т угля. Поезд состоит из ста вагонов, а 70000 т угля к погрузочному устройству доставляют семь составов поездов. Оборудование по отбору выборки расположено так, чтобы прервать поступающий поток угля в голове конвейера сразу после приспособления для разгрузки вагонов. Весы установлены на конвейере после приспособления для разгрузки вагонов так, чтобы масса угля прошла через оборудование по отбору выборки и была взвешена в соответствующий момент времени.

Ситуация 1. Стандартный отбор выборки выполняют с помощью соответствующего оборудования с интервалом в 500 т, отбирают n разовых проб (например 140), взвешивают, идентифицируют. При этом каждой части партии весом 1000 т соответствует 20 разовых проб, из которых формируют объединенную пробу. Семь объединенных проб представляют каждый железнодорожный состав. Из этих объединенных проб подготавливают семь исследуемых проб и анализируют каждую отдельно. Средней характеристикой качества партии является среднее арифметическое результатов испытаний этих семи проб.

Ситуация 2. Стандартный отбор выборки не может быть выполнен из-за отказа соответствующего оборудования. По согласованию между партнерами, заинтересованными в поставках, применен альтернативный метод с использованием шнекобурового отбора проб из вагонов до их разгрузки. Слу-

чайным образом отобрано десять из 100 вагонов в каждом железнодорожном составе. Две разовые пробы отобраны из каждого вагона и составлено семь сложных проб. Из сложных проб подготовлены исследуемые пробы и подвергнуты анализу отдельно. Выборочное среднее характеристики качества партии представляет собой среднее арифметическое результатов испытаний этих семи проб.

Ситуация 3. В условиях ситуации 2 отбор выборки выполнен с меньшим количеством разовых проб (например, 40 на партию) в соответствии с соглашением между заинтересованными сторонами. Четыре железнодорожных состава отобраны случайным образом из семи, и пять вагонов отобраны случайным образом из 100 вагонов железнодорожного состава. Отобрано две разовые пробы на отобранный вагон (всего 40 разовых проб) и составлены четыре сложные пробы, представляющие каждый отобранный ж/д состав. Из сложных проб подготовлены исследуемые пробы и подвергнуты анализу отдельно. Средняя характеристика качества партии равна среднему арифметическому результатов испытаний этих четырех проб.

Пример систематического отбора выборок на основе массы показан в ситуации 1. Отбор вагонов в ситуации 2 является примером расслоенной выборки, где слои соответствуют железнодорожным составам. В ситуации 3 показан пример отбора выборки в три этапа, когда сначала отобрано четыре состава в качестве выборочных единиц (первый этап), на втором этапе отобрано в качестве выборочных единиц по пять вагонов из каждого состава и по две разовые пробы отобрано из каждого вагона в качестве выборочных единиц третьего этапа.

Дисперсия оценки характеристики качества партии в ситуациях 1, 2 и 3 имеет вид А.1, А.2 и А.3, соответственно

$$\sigma_E^2 = \frac{1}{7}\left(\frac{\sigma_{wst}^2}{20} + \sigma_P^2 + \sigma_M^2\right), \qquad (A.1)$$

где σ_{wst}^2 *— дисперсия, соответствующая слою.*

$$\sigma_E^2 = \frac{1}{7}\left(\frac{\sigma_{BW}^2}{10} + \frac{\sigma_{wst}^2}{10 \cdot 2} + \sigma_P^2 + \sigma_M^2\right), \qquad (A.2)$$

где σ_{BW}^2 *— дисперсия, характеризующая изменчивость между вагонами состава;*

σ_{wst}^2 *— дисперсия, характеризующая изменчивость в пределах состава.*

$$\sigma_E^2 = \frac{3}{7}\left(\frac{\sigma_{BT}^2}{4}\right) + \frac{1}{4}\left(\frac{\sigma_{wst}^2}{5 \cdot 2} + \sigma_P^2 + \sigma_M^2\right), \qquad (A.3)$$

где σ_{BT}^2 *— дисперсия, характеризующая изменчивость между составами;*

$\frac{3}{7}$ *— коэффициент, связанный с конечностью совокупности при выборе четырех из семи составов.*

В ситуации 1 первая часть партии 10000 т угля концептуально отделена от второй части партии соответствующей записью, указанной на разовой пробе. Материал на конвейере движется непрерывным потоком, и его части не могут быть отделены друг от друга. Однако каждые 10000 т угля называют частью партии. При дискретном отборе выборки некоторые части партии остаются неотобранными. Соответственно, часть партии может быть выборочной единицей первого уровня. Разовые пробы, отобранные из части партии, являются выборочными единицами второго уровня.

В ситуации 2 каждые 10000 т угля являются частью и первоначально выборочной единицей первого уровня. Вагоны, отобранные из железнодорожного состава, — выборочные единицы второго уровня. Разовые пробы, отобранные из выбранного вагона, являются выборочными единицами третьего уровня.

В ситуации 3 железнодорожные составы — выборочные единицы первого уровня. Вагоны отобранного состава — выборочные единицы второго уровня. Разовые пробы, отобранные из выбранного вагона, — выборочные единицы третьего уровня.

Термин «выборочная единица» использован в определениях терминов «выборка», «отбор простой случайной выборки», «расслоенная выборка» и «многоэтапный отбор выборки».

А.7 Сложная проба

Термин «сложная проба» используют при нестандартном отборе выборки, например в случае двойного отбора проб при проверке прецизионности, отборе сквозной выборки для исследования изменчивости характеристики качества и при выборочном контроле. Термин «объединенная проба» используют при стандартном отборе выборки.

А.8 Объединенная проба

Как описано в разделе 6, деление партии на части необходимо для обеспечения требуемой прецизионности. Однако если партия достаточно мала, разделить ее невозможно. Вместе с тем масса одной неделимой партии не должна быть меньше массы части партии. Соответственно, объединенная проба должна быть представительной пробой и для партии, и для части партии. Кроме того, объединенную пробу необходимо использовать только при стандартном отборе выборки.

А.9 Исследуемая проба и исследуемая порция

Часть исследуемой пробы, предназначенная для химического анализа, является исследуемой порцией. Обычно ее используют для химического анализа один раз. Исследуемую пробу или исследуемую порцию, отобранные для других целей (кроме химического анализа), используют для исследований целиком один раз.

А.10 Стандартные отбор и подготовка пробы

Процедуры стандартного отбора и подготовки пробы могут быть установлены экспериментально или описаны в стандарте. Процедуры отбора и подготовки пробы в экспериментах следует отличать от таковых при стандартном отборе и подготовке пробы. Стандартные отбор и подготовка пробы иногда выполняет специальная техническая система, которую подвергают инструментальному анализу.

А.11 Деление пробы

Существуют два типа устройств для деления пробы: для отбора разовых проб и желобкового типа. Дисперсия, соответствующая делению пробы на разовые пробы, может быть оценена теоретически на основе дисперсии, характеризующей изменчивость характеристики качества между разовыми пробами на данной стадии. Деление пробы желобкового типа выполняют желобком, раздвигая частицы пробы в противоположные стороны заостренной пластинкой. Дисперсия при делении пробы желобком также может быть оценена по результатам эксперимента.

Однако исследование дисперсии деления пробы на других стадиях обычно требует сложных экспериментов. Стандартная процедура подготовки пробы как процесса в целом может быть проверена путем выполнения повторных исследований.

В стандартах на подготовку выборки минимальная масса пробы, которую необходимо сохранять после деления на различных стадиях, должна быть задана и основана на результатах экспериментальных исследований по достижению заданной прецизионности подготовки пробы.

А.12 Процедура выборочного контроля, процедура подготовки пробы, план выборочного контроля, схема выборочного контроля и система выборочного контроля

Термины «процедура выборочного контроля», «процедура подготовки пробы», «схема выборочного контроля», «система выборочного контроля», «план выборочного контроля» определены в стандартах по статистическому приемочному контролю, однако применительно к нештучной продукции имеют некоторые особенности.

Приложение В
(справочное)

Полностью сгруппированный эксперимент

В.1 Общие положения

При отсутствии данных о дисперсиях, соответствующих отбору выборки, подготовке пробы и выполнении измерений могут быть выполнены иерархические эксперименты для их получения. Процедуры отбора выборки, подготовки пробы и выполнения измерений могут быть установлены в стандартах. Эксперимент должен быть выполнен не менее чем на 10 партиях, но желательно на 20 партиях. Статистический анализ с помощью контрольной карты и дисперсионного анализа (ANOVA) описан ниже.

В.2 Параметры эксперимента

Параметры для эксперимента включают:

Характеристика качества: зольность (%);

Партия:

- материал: уголь для изготовления кокса;
- способ транспортировки — судно;
- количество партий 20;
- масса партий: средняя масса 8345 т; минимальная масса 7000 т; максимальная масса 9800 т.

Отбор выборки:

- номинальный максимальный размер частиц в партии 50 мм;
- масса разовой пробы 1,5 кг;
- количество разовых проб, отобранных из одной партии: 30·2 = 60;
- метод отбора разовых проб: остановка конвейерной ленты при разгрузке угля с судна через установленные объемы массы, определяемые путем деления массы партии на количество отбираемых разовых проб, при использовании совка на 1,5 кг и отборе проб материала с конвейера.

Подготовка пробы:

- сложные пробы: последовательно отобранные разовые пробы помещают в контейнеры А или В и формируют из них сложные пробы А и В, состоящие из 30 разовых проб;
- исследуемые пробы: две исследуемые пробы готовят из каждой сложной пробы.

Выполнение измерений:

- зольность определяют дважды для каждой исследуемой пробы.

В.3 Результаты эксперимента

Результаты полностью сгруппированного эксперимента, описанного выше, приведены в таблице В.1.

Таблица В.1 — Результаты полностью сгруппированного эксперимента

Номер партии	Зольность, %							
	x_{111}	x_{112}	x_{121}	x_{122}	x_{211}	x_{212}	x_{221}	x_{222}
1	9,38	9,24	9,02	8,98	9,22	9,32	8,40	8,38
2	9,76	9,80	9,92	9,92	9,36	9,36	9,72	9,54
3	7,40	7,26	7,32	7,40	7,55	7,61	7,57	7,49
4	8,62	8,76	8,82	8,84	9,20	9,34	10,00	10,00
5	9,16	9,18	8,72	8,68	8,89	8,75	9,51	9,47
6	9,08	9,08	9,06	8,86	8,80	8,84	8,76	8,60
7	8,77	8,69	8,77	8,75	9,16	8,92	9,06	8,94
8	8,62	8,68	8,80	8,42	8,78	9,02	8,62	8,94
9	8,60	8,74	7,10	7,22	8,88	9,10	9,08	9,00
10	6,96	7,20	7,32	7,40	8,59	8,89	7,55	7,43
11	8,44	8,26	7,92	7,70	8,65	8,45	8,37	8,15
12	8,24	8,00	8,38	8,12	8,42	8,26	8,78	8,72
13	7,21	7,25	6,85	7,03	7,21	7,31	7,31	7,39
14	8,84	9,00	8,96	8,90	9,24	9,16	9,20	9,38
15	8,45	8,51	8,91	8,79	9,00	9,06	8,86	8,96
16	9,02	9,08	9,16	9,08	8,75	8,83	8,65	8,75
17	8,71	8,77	8,75	8,75	8,98	8,96	9,00	9,18

Окончание таблицы В.1

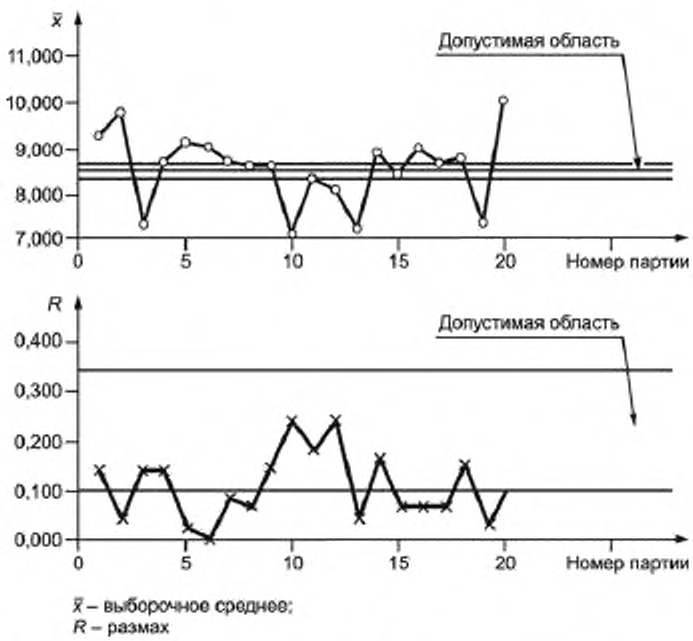
Номер партии	Зольность, %							
	x_{111}	x_{112}	x_{121}	x_{122}	x_{211}	x_{212}	x_{221}	x_{222}
18	8,77	8,92	9,24	9,32	8,82	8,64	8,32	8,42
19	7,37	7,39	7,13	7,25	7,10	6,92	6,64	6,74
20	10,12	10,02	9,96	9,94	10,72	10,78	10,30	10,30

Примечание — Значения x_{111}, x_{112}, ..., x_{222} соответствуют результатам измерений, показанным на рисунке В.1.

В.4 Статистический анализ с применением контрольной карты

В.4.1 Контрольная карта

На рисунке В.1 в качестве примера приведена контрольная карта части данных на стадии выполнения измерений. Аналогично могут быть построены контрольные карты на стадии исследуемой пробы и сложной выборки.



$\bar{x}$ – выборочное среднее;
R – размах

Рисунок В.1 — Контрольная карта на стадии выполнения измерений

В.4.2 Интерпретация контрольной карты

Точка на карте средних — среднее арифметическое двух измерений на исследуемой пробе. Точка на карте размахов — размах двух измерений на исследуемой пробе.

На карте размахов точки выходят за допустимую область на стадии выполнения измерений. На карте среднего на стадии выполнения измерений в этом примере 14 точек из 20 лежат вне границы допустимой области. Данные карт размаха и среднего показывают, что прецизионность, представленная на карте размахов, является удовлетворительной и устойчивой и позволяет обнаружить изменчивость по точкам, лежащим за границами допустимой области на карте среднего.

В.4.3 Вычисление дисперсии на каждой стадии

С помощью карты размаха могут быть получены следующие значения (см. таблицу В.2):

- $\overline{R}_1$ на стадии выполнения измерений;
- $\overline{R}_2$ на стадии исследуемой пробы;
- $\overline{R}_3$ на стадии сложной пробы.

Таблица В.2 — Вычисление дисперсий, соответствующих различным стадиям

Номер партии	Результаты																					
	x_{j+1}	x_{j+2}	x_{j+}	R_j	x_{i+2+}	x_{i+22}	x_{i+2}	R_i	x_i	R_2	x_{2i+}	x_{2i+2}	x_{2i}	R_i	x_{22i}	x_{222}	x_{22}	R_1	x_2	R_2	x	R_3
1	9,38	9,24	9,31	0,14	9,02	8,98	9	0,04	9,155	0,31	9,22	9,32	9,27	0,1	8,4	8,38	8,39	0,02	8,83	0,88	8,9925	0,325
2	9,76	9,8	9,78	0,04	9,92	9,92	9,92	0	9,85	0,14	9,36	9,36	9,36	0	9,72	9,54	9,63	0,18	9,495	0,27	9,6725	0,355
3	7,4	7,26	7,33	0,14	7,32	7,4	7 36	0,08	7,345	0,03	7,55	7,61	7,58	0,06	7 57	7,49	7,53	0,08	7,555	0 05	7,45	0,21
4	8,62	8,76	8,69	0,14	8,82	8,84	8,83	0,02	8,76	0,14	9,2	9,34	9,27	0,14	10	10	10	0	9,635	0,73	9,1975	0,875
5	9,16	9,18	9,17	0,02	8,72	8,68	8,7	0,04	8,935	0,47	8,89	8,75	8,82	0,14	9,51	9,47	9,49	0,04	9,155	0,67	9,045	0,22
6	9,08	9,08	9,08	0	9,06	8,86	8,96	0,2	9,02	0,12	8,8	8,84	8,82	0,04	8,76	8,6	8,68	0,16	8,75	0,14	8,885	0,27
7	8,77	8,69	8,73	0,08	8,77	8,75	8,76	0,02	8,745	0,03	9,16	8,92	9,04	0,24	9,06	8,94	9	0,12	9,02	0,04	8,8825	0,275
8	8,62	8,68	8,65	0,06	8,8	8,42	8,61	0,38	8,63	0,04	8,78	9,02	8,9	0,24	8,62	8,94	8,78	0,32	8,84	0,12	8,735	0,21
9	8,6	8,74	8,67	0,14	7,1	7,22	7,16	0,12	7,915	1,51	8,88	9,1	8,99	0,22	9,08	9	9,04	0,08	9,015	0,05	8,465	1,1
10	6,96	7,2	7,08	0,24	7,32	7,4	7,36	0,08	7,22	0,28	8,59	8,89	8,74	0,3	7,55	7,43	7,49	0,12	8,115	1,25	7,6675	0,895
11	8,44	8,26	8,35	0,18	7,92	7,7	7,81	0,22	8,08	0,54	8,65	8,45	8,55	0,2	8,37	8,15	8,26	0,22	8,405	0,29	8,2425	0,325
12	8,24	8	8,12	0,24	8,38	8,12	8,25	0,26	8,185	0,13	8,42	8,26	8,34	0,16	8,78	8,72	8,75	0,06	8,545	0,41	8,365	0,36
13	7,21	7,25	7,23	0,04	6,85	7,03	6,94	0,18	7,085	0,29	7,21	7,31	7,26	0,1	7,31	7,39	7,35	0,08	7,305	0,09	7,195	0,22
14	8,84	9	8,92	0,16	8,96	8,9	8,93	0,06	8,925	0,01	9,24	9,16	9,2	0,08	9,2	9,38	9,29	0,18	9,245	0,09	9,085	0,32
15	8,45	8,51	8,48	0,06	8,91	8,79	8,85	0,12	8,665	0,37	9	9,06	9,03	0,06	8,86	8,96	8,91	0,1	8,97	0,12	8,8175	0,305
16	9 02	9 08	9 05	0 06	9,16	9,08	9 12	0 08	9 085	0,07	8,75	8,83	8,79	0,08	8 65	8,75	8 7	0 1	8 745	0 09	8,915	0 34
17	8,71	8,77	8,74	0,06	8,75	8,75	8,75	0	8,745	0,01	8,98	8,96	8,97	0,02	9	9 18	9,09	0,18	9,03	0 12	8,8875	0,285
18	8,77	8,92	8,845	0,15	9,24	9,32	9,28	0,08	9,0625	0,435	8,82	8,64	8,73	0,18	8,32	8,42	8,37	0,1	8,55	0,36	8,80625	0,5125
19	7,37	7,39	7,38	0,02	7,13	7,25	7,19	0,12	7,285	0 19	7 1	6,92	7,01	0,18	6,64	6,74	6,69	0,1	6,85	0,32	7,0675	0,435
20	10,12	10,02	10,07	0,1	9,96	9,94	9,95	0,02	10,01	0,12	10,72	10,78	10,75	0,06	10,3	10,3	10,3	0	10,525	0,45	10,2675	0,515
Сумма				2,07				2,12		5,235				2,6				2,24		6 54		8,3525

Примечание — $\overline{R}_1$ = (2,07+2,12+2,6+2,24)/80=0,112875;

$\overline{R}_2$ = (5,235+6,54)/40=0,294375;

$\overline{R}_3$ = 8,352 5/20 = 0,417625.

На стадии выполнения измерений

$$\overline{R}_1 = \frac{1}{80}\left(\sum_{i=1}^{20}\left|x_{111i} - x_{112i}\right| + \sum_{i=1}^{20}\left|x_{121i} - x_{122i}\right| + \sum_{i=1}^{20}\left|x_{211i} - x_{212i}\right| + \sum_{i=1}^{20}\left|x_{221i} - x_{222i}\right|\right) = 0{,}112875.$$

На стадии исследуемой пробы

$$\overline{R}_2 = \frac{1}{40}\left(\sum_{i=1}^{20}\left|x_{11i} - x_{12i}\right| + \sum_{i=1}^{20}\left|x_{21i} - x_{22i}\right|\right) = 0{,}293755.$$

На стадии сложной выборки

$$\overline{R}_3 = \frac{1}{20}\left(\sum_{i=1}^{20}\left|x_{1i} - x_{2i}\right|\right) = 0{,}4176255.$$

$$\hat{\sigma}_M^2 = \left(\frac{\overline{R}_1}{d_2}\right)^2 = \left(\frac{0{,}1129}{1{,}128}\right)^2 = 0{,}0100, \qquad \text{(B.1)}$$

$$\hat{\sigma}_P^2 = \left(\frac{\overline{R}_2}{d_2}\right)^2 - \frac{1}{2}\left(\frac{\overline{R}_1}{d_2}\right)^2 = \left(\frac{0{,}2944}{1{,}128}\right)^2 - \frac{1}{2}\left(\frac{0{,}1129}{1{,}128}\right)^2 = 0{,}0631, \qquad \text{(B.2)}$$

$$\hat{\sigma}_S^2 = \left(\frac{\overline{R}_3}{d_2}\right)^2 - \frac{1}{2}\left(\frac{\overline{R}_2}{d_2}\right)^2 = \left(\frac{0{,}417}{1{,}128}\right)^2 - \frac{1}{2}\left(\frac{0{,}2944}{1{,}128}\right)^2 = 0{,}1030, \qquad \text{(B.3)}$$

где $\hat{\sigma}_M^2$ — оценка дисперсии, соответствующей стадии выполнения измерений;

$\hat{\sigma}_P^2$ — оценка дисперсии, характеризующей изменчивость характеристики качества между исследуемыми пробами (дисперсия, соответствующая подготовке пробы);

$\hat{\sigma}_S^2$ — оценка дисперсии, характеризующей изменчивость характеристики качества между сложными пробами (дисперсия, соответствующая отбору выборки);

d_2 — коэффициент, используемый для оценки стандартного отклонения по размаху пар данных, подчиняющихся нормальному распределению для $n = 2$, $d_2 = 1{,}128$.

B.5 Использование дисперсионного анализа (ANOVA)

Данные периодического эксперимента могут быть исследованы с применением ANOVA (дисперсионного анализа). Таблица ANOVA приведена в таблице B.3.

Таблица B.3 — Таблица ANOVA для полностью сгруппированного эксперимента по определению зольности

Источник изменчивости	Сумма квадратов отклонений	Число степеней свободы	Средний квадрат отклонений	Математическое ожидание среднего квадрата отклонений (дисперсия)
Партии	96,172	19	5,062	$\sigma_M^2 + 2\sigma_P^2 + 4\sigma_S^2 + 8\sigma_{BL}^2$
Сложная проба	9,373	20	0,469	$\sigma_M^2 + 2\sigma_P^2 + 4\sigma_S^2$
Исследуемая проба	7,679	40	0,192	$\sigma_M^2 + 2\sigma_P^2$
Выполнение измерений	0,777	80	0,010	σ_M^2
Сумма	114,00	159		

Примечание — σ_{BL}^2 — дисперсия, характеризующая изменчивость характеристики качества между партиями.

В таблице B.3 средние квадраты отклонений являются несмещенными оценками соответствующих параметров. Следовательно

$$\hat{\sigma}_M^2 + 2\hat{\sigma}_P^2 + 4\hat{\sigma}_S^2 + 8\hat{\sigma}_{BL}^2 = 5{,}062.$$

$$\hat{\sigma}_M^2 + 2\hat{\sigma}_P^2 + 4\hat{\sigma}_S^2 = 0{,}469,$$

$$\hat{\sigma}_M^2 + 2\hat{\sigma}_P^2 = 0{,}192,$$

$$\hat{\sigma}_M^2 = 0{,}010.$$

Таким образом

$$\hat{\sigma}_M^2 = 0{,}01,$$

$$\hat{\sigma}_P^2 = 0{,}09,$$

$$\hat{\sigma}_S^2 = 0{,}07,$$

$$\hat{\sigma}_{BL}^2 = 0{,}57.$$

Итоговая оценка дисперсии $\hat{\sigma}_M^2$, полученная с помощью контрольной карты, совпадает со значением, полученным с применением дисперсионного анализа ANOVA. Однако оценки дисперсии на промежуточных стадиях $\hat{\sigma}_P^2$ и $\hat{\sigma}_S^2$, полученные этими методами, различны. Одной из возможных причин этого могут быть точки, выходящие за допустимые границы в картах размахов (отклонение от нормального распределения). Другой возможной причиной могут быть ошибки при оценке дисперсии.

Доверительные интервалы для дисперсии могут быть найдены методами Саттервейта [5] с использованием χ^2-распределения, Андерсона-Банкрофта [6] или Моридичи [7] с использованием F-распределения.

a) Метод Саттервейта

В случае однофакторного эксперимента

$$\frac{\nu\hat{\sigma}_A^2}{\chi_2^2(\nu,\alpha/2)} < \sigma_A^2 < \frac{\nu\hat{\sigma}_A^2}{\chi_1^2(\nu,1-\alpha/2)}, \qquad \text{(B.4)}$$

где

$$\nu = \frac{(V_A - V_E)^2}{V_A^2/\nu_A + V_E^2/\nu_E} = \frac{(F_o - 1)^2}{F_o^2/\nu_A + 1/\nu_E},$$

ν_A и ν_E — число степеней свободы для дисперсий V_A и V_E соответственно.

b) Метод Андерсона- Банкрофта

В случае однофакторного эксперимента

$$\frac{(F_o/F_2) - 1}{F_o - 1}\hat{\sigma}_A^2 < \sigma_A^2 < \frac{(F_o/F_1) - 1}{F_o - 1}\hat{\sigma}_A^2, \qquad \text{(B.5)}$$

где $F_o = V_A/V_E$,

$F_2 = F(\nu_A, \nu_E; \alpha/2)$,

$F_1 = 1/F(\nu_E, \nu_A; \alpha/2)$,

c) Метод Моридичи

В случае однофакторного эксперимента с односторонним планом, если $E(V_A) = \sigma_E^2 + r\sigma_A^2$, $E(V_E) = \sigma_E^2$, доверительный интервал для σ_A^2 с доверительной вероятностью 100(1-α) % имеет вид

$$\frac{V_A}{n_o}\left[\frac{1}{F(\nu_A,\infty)} - \frac{1}{F_o} - b_L\left(\frac{1}{F_o}\right)^2\right] < \sigma_A^2 < \frac{V_A}{n_o}\left[F(\infty,\nu_A) - \frac{1}{F_o} + b_U\left(\frac{1}{F_o}\right)^2\right], \qquad \text{(B.6)}$$

где ν_A — число степеней свободы для V_A;

Значения b_U, b_L, $F(\infty, \nu_A)$ и $1/F(\infty, \nu_A)$ определяют по таблицам (см. [7]).

В эксперименте с двойными измерениями химического состава x % на 24 партиях сыпучего материала дисперсия, соответствующая отбору выборки и разбросу между партиями $(\sigma_S^2 + \sigma_L^2)$, равна 10,17. Ниже приведены границы доверительного интервала для этой дисперсии с уровнем доверия 90 %

	Нижняя граница	Верхняя граница
Метод Саттервейта	6,47	18,71
Метод Андерсона- Банкрофта	4,81	20,35
Метод Моридичи	6,40	17,98

Пример определения доверительных интервалов для дисперсий по экспериментальным данным на стадии деления пробы см. в [5].

Приложение С
(справочное)

Статистический анализ последовательных данных

С.1 Общие положения

Настоящее приложение содержит рекомендации по практическому применению статистического анализа последовательных данных. Некоторые из примеров статистического анализа последовательных данных приведены в [8], [9] [10], [11], [12]. Метод вариограмм был разработан, прежде всего, для оценки дисперсии при различных планах выборочного контроля и различных интервалах отбора выборки, например для удвоенного интервала отбора выборки. Статистический анализ последовательных данных для нештучной продукции рассмотрен в [13] — [15].

Основная цель статистического анализа последовательно поступающих данных состоит в том, чтобы определить тип изменения данных. Существует четыре типа данных:

a) случайные;

b) циклические;

c) изменяющиеся в соответствии с некоторой тенденцией;

d) коррелированные.

На практике обычно имеет место комбинация двух или трех перечисленных типов данных. Если вариограмма или коррелограмма горизонтальные, данные являются случайными. Если вариограмма или коррелограмма циклические, данные изменяются также циклически с той же периодичностью. Если вариограмма или коррелограмма представляют собой квадратичную кривую, изменения данных подчиняются некоторой тенденции, или имеет место корреляция. В этом случае удобно использовать коррелограмму, чтобы выявить наличие тренда или автокорреляции, которой соответствуют существенные значения коэффициента корреляции.

Если изменения исходных данных не являются случайными для выбора интервала отбора выборки, используемого при систематическом отборе выборок и для принятия решения о применении систематического отбора выборок или систематического случайного отбора выборок, необходимо провести специальные исследования.

В настоящем приложении даны практические рекомендации, относящиеся к:

a) данным доменного производства;

b) толщине бумаги;

c) содержанию влаги в железной руде;

d) распределению размеров частиц и содержанию влаги в железной руде;

e) тенденциям характеристик в железной руде.

На примере последовательного анализа данных доменного производства и толщины бумаги показаны модели вариограмм и коррелограмм.

С.2 Основные принципы

Вариограмма — график дисперсии, как функции интервала между первоначальными данными. Расстояние между соседними данными называют единичным интервалом, расстояние между каждыми вторыми данными называют двойным интервалом и т.д. (см. рисунок С.1).

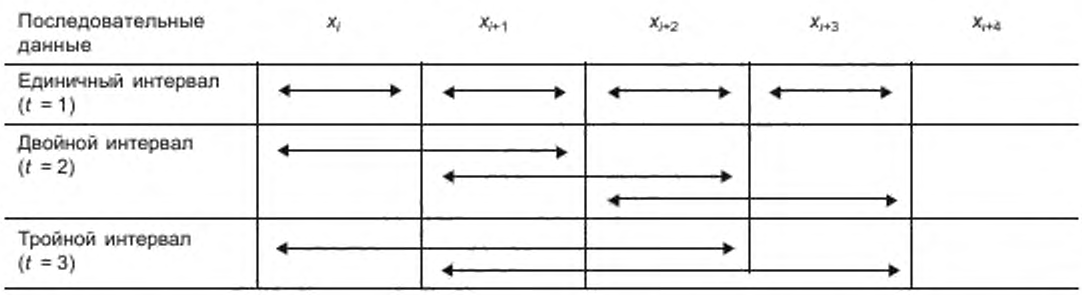


Рисунок С.1 — Графическое представление данных, используемых для построения вариограммы и коррелограммы

Значения дисперсии $V_{exp}(t)$ и коэффициента корреляции $r_{exp}(t)$ для интервала t могут быть вычислены в соответствии с формулами (5) и (6) в 7.4.

С.3 Данные доменного производства

В таблицах С.1 и С.2 показаны последовательные данные некоторых из важных показателей доменного процесса. Данные собраны в мае (серия *a* в таблице С.1) и в октябре месяце 1987 г. (серия *b* в таблице С.2). Производительностью является масса жидкой стали в тоннах, поступившей из летки при одном выпуске плавки. Летка доменной печи открывается в точно указанное время с интервалом в 3 ч, например, в 7^{00}, 10^{00}, 13^{00}, 16^{00} и т.д. Точное соблюдение этого времени очень важно. Летка закрывается перед началом плавки жидким припоем под давлением воздуха в печи. Производительность (P_{mi}), содержание кремния (w_{Si}) и серы (w_{Su}) в каждой плавке представлены в таблицах С.1 и С.2.

Таблица С.1 — Данные доменной печи, серия *a*

№	P_{mi} (t)	w_{Si} (%)	w_{Su} (%)	№	P_{mi} (t)	w_{Si} (%)	w_{Su} (%)
1	1183,7	0,13	0,037	37	1065,5	0,15	0,029
2	1139,8	0,10	0,052	38	1187,2	0,18	0,030
3	952,4	0,19	0,033	39	957,1	0,15	0,028
4	1234,4	0,22	0,055	40	713,2	0,11	0,037
5	491,8	0,45	0,013	41	1107,5	0,20	0,023
6	949,1	0,25	0,030	42	880,7	0,13	0,045
7	881,0	0,13	0,049	43	1534,2	0,15	0,033
8	1308,5	0,14	0,053	44	942,9	0,12	0,035
9	795,3	0,25	0,020	45	992,7	0,21	0,031
10	1133,4	0,23	0,028	46	1091,3	0,22	0,028
11	467,6	0,15	0,049	47	1191,6	0,23	0,026
12	1158,8	0,22	0,026	48	679,0	0,34	0,018
13	1246,2	0,21	0,032	49	1611,1	0,32	0,016
14	1177,7	0,24	0,025	50	937,0	0,18	0,030
15	943,5	0,19	0,035	51	1233,8	0,20	0,025
16	1233,7	0,22	0,022	42	834,5	0,16	0,036
17	648,9	0,15	0,045	53	1164,7	0,22	0,021
18	1483,9	0,17	0,022	54	856,5	0,31	0,021
19	810,5	0,22	0,033	55	985,3	0,18	0,025
20	1011,2	0,25	0,017	56	840,0	0,16	0,029
21	757,9	0,19	0,046	57	938,7	0,14	0,028
22	1101,5	0,29	0,016	58	1010,0	0,16	0,026
23	672,9	0,28	0,020	59	1308,1	0,19	0,023
24	1197,5	0,21	0,026	60	652,2	0,34	0,019
25	1169,3	0,29	0,018	61	1109,8	0,18	0,027
26	756,5	0,15	0,040	62	939,3	0,28	0,023
27	806,9	0,32	0,019	63	1137,2	0,23	0,026
28	906,0	0,20	0,032	64	776,6	0,24	0,018
29	1179,6	0,30	0,018	65	654,1	0,18	0,021
30	1048,1	0,19	0,042	66	1379,0	0,22	0,035
31	1133,4	0,22	0,022	67	1275,5	0,31	0,019
32	1361,2	0,18	0,038	68	1376,2	0,25	0,028
33	879,4	0,25	0,023	69	1023,3	0,31	0,018
34	961,5	0,19	0,032	70	827,0	0,45	0,019
35	1196,0	0,22	0,023	71	1322,0	0,26	0,025
36	999,5	0,17	0,027	72	913,3	0,34	0,015

Окончание таблицы С.1

№	P_m (t)	w_{Si} (%)	w_{Su} (%)	№	P_m (t)	w_{Si} (%)	w_{Su} (%)
73	1405,4	0,32	0,020	82	1130,6	0,20	0,027
74	1522,0	0,30	0,022	83	1058,0	0,20	0,034
75	926,7	0,31	0,017	84	1099,8	0,42	0,018
76	952,7	0,31	0,018	85	889,0	0,31	0,025
77	884,4	0,27	0,022	86	946,1	0,36	0,021
78	996,3	0,12	0,044	87	1118,0	0,27	0,026
79	1061,8	0,24	0,023	88	928,1	0,36	0,018
80	826,0	0,40	0,018	89	1136,7	0,27	0,023
81	893,3	0,40	0,018	90	1605,5	0,21	0,030

Таблица С.2 — Данные доменной печи, серия *b*

№	P_m (t)	w_{Si} (%)	w_{Su} (%)	№	P_m (t)	w_{Si} (%)	w_{Su} (%)
1	1088,1	0,32	0,023	30	1197,0	0,19	0,021
2	769,3	0,32	0,014	31	1093,1	0,20	0,025
3	1665,8	0,30	0,025	32	1178,4	0,16	0,027
4	1191,8	0,34	0,016	33	1098,7	0,16	0,026
5	1194,9	0,20	0,020	34	769,4	0,12	0,028
6	1040,6	0,27	0,024	35	1071,7	0,19	0,031
7	1542,2	0,16	0,027	36	787,6	0,22	0,023
8	1012,1	0,20	0,027	37	1035,2	0,24	0,020
9	1770,4	0,19	0,027	38	1017,2	0,38	0,025
10	913,4	0,32	0,014	39	1087,0	0,35	0,014
11	976,6	0,16	0,036	40	848,3	0,28	0,018
12	1033,9	0,30	0,017	41	1324,5	0,38	0,015
13	1299,4	0,25	0,027	42	991,1	0,35	0,014
14	1156,7	0,37	0,012	43	1017,5	0,28	0,018
15	1260,5	0,22	0,026	44	1086,9	0,27	0,015
16	940,7	0,35	0,013	45	1329,2	0,17	0,031
17	1488,2	0,32	0,017	46	1041,4	0,30	0,014
18	1630,9	0,22	0,019	47	1188,3	0,18	0,027
19	1127,1	0,29	0,020	48	1159,7	0,17	0,022
20	1123,2	0,14	0,035	49	1423,8	0,24	0,026
21	1087,2	0,26	0,022	50	1262,6	0,27	0,017
22	963,2	0,18	0,022	51	937,5	0,29	0,016
23	1446,9	0,25	0,019	52	846,2	0,14	0,026
24	1038,7	0,16	0,027	53	1066,8	0,21	0,020
25	956,0	0,23	0,025	54	991,2	0,21	0,024
26	846,7	0,21	0,022	55	985,6	0,15	0,025
27	732,4	0,27	0,030	56	877,0	0,13	0,028
28	1007,1	0,18	0,026	57	1201,4	0,27	0,017
29	1039,6	0,23	0,019	58	974,9	0,23	0,023

Окончание таблицы С.2

№	$P_{mi}(t)$	w_{Si} (%)	w_{Su} (%)	№	$P_{mi}(t)$	w_{Si} (%)	w_{Su} (%)
59	1071,0	0,28	0,020	75	1053,2	0,16	0,029
60	726,2	0,21	0,027	76	1218,9	0,19	0,022
61	642,6	0,20	0,021	77	1449,1	0,22	0,026
62	1098,2	0,18	0,022	78	888,2	0,18	0,026
63	1188,4	0,15	0,028	79	1172,1	0,12	0,035
64	1016,9	0,20	0,023	80	1273,2	0,32	0,017
65	911,7	0,22	0,025	81	1554,6	0,18	0,029
66	1038,1	0,32	0,015	82	1287,5	0,25	0,019
67	746,2	0,21	0,026	83	1526,3	0,26	0,019
68	1231,7	0,18	0,025	84	1224,6	0,30	0,013
69	1261,2	0,21	0,021	85	1370,8	0,22	0,023
70	1102,5	0,28	0,022	86	1128,1	0,16	0,021
71	1222,3	0,19	0,030	87	1043,3	0,21	0,024
72	1118,5	0,29	0,023	88	952,4	0,34	0,020
73	1051,8	0,27	0,030	89	1550,1	0,26	0,022
74	824,0	0,24	0,020	90	1192,6	0,40	0,014

В таблице С.3 приведены значения вариограммы для общих серий $P_{mi}(a)$ и $P_{mi}(b)$, $w_{Si}(a)$, $w_{Si}(b)$, $w_{Su}(a)$ и $w_{Su}(b)$ для интервала t (t пробегает значения от 0 до 18).

Таблица С.3 — Значения вариограммы для данных доменной печи

t	$P_{mi}(a)10^{-4}$	$P_{mi}(b)10^{-4}$	$w_{Si}(a)10^{2}$	$w_{Si}(b)10^{2}$	$w_{Su}(a)10^{4}$	$w_{Su}(b)10^{4}$
1	6,618	4,448	0,398	0,336	0,922	0,326
2	4,642	3,978	0,490	0,278	0,639	0,183
3	6,590	4,922	0,537	0,410	0,875	0,327
4	4,907	3,621	0,447	0,381	0,510	0,235
5	5,870	4,601	0,436	0,500	0,710	0,340
6	3,816	3,430	0,466	0,477	0,717	0,315
7	6,494	5,589	0,451	0,466	0,695	0,286
8	4,571	4,009	0,490	0,422	0,770	0,280
9	7,150	4,037	0,520	0,512	0,611	0,332
10	5,070	4,249	0,482	0,470	0,702	0,310
11	6,275	4,915	0,469	0,435	0,648	0,299
12	4,469	4,195	0,512	0,456	0,810	0,276
13	6,696	4,526	0,464	0,406	0,533	0,285
14	5,126	3,518	0,446	0,501	0,800	0,265
15	5,897	4,664	0,497	0,404	0,646	0,287
16	4,565	5,354	0,495	0,466	0,836	0,281
17	4,880	5,170	0,517	0,476	0,677	0,308
18	5,180	4,577	0,523	0,511	0,879	0,282

В таблице С.4 приведены значения коррелограммы $P_{mi}(a)$, $P_{mi}(b)$ и $w_{Si}(a)$, $w_{Si}(b)$, $w_{Su}(a)$, $w_{Su}(b)$ ($\cdot 10^4$) для интервала t (t пробегает значения от 0 до 18) и уровней значимости 5 % и 1 %.

Таблица С.4 — Значения коррелограммы для данных доменной печи

t	$P_{mi}(a)$	$P_{mi}(b)$	$w_{Si}(a)$	$w_{Si}(b)$	$w_{Su}(a)$	$w_{Su}(b)$
0	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000
1	–0,256[a]	0,103	0,344[b]	0,214[a]	–0,030	–0,142
2	0,127	0,179	0,188	0,351[b]	0,266[a]	0,358[b]
3	–0,228[a]	–0,046	0,106	0,033	–0,002	0,137
4	0,091	0,238[a]	0,264[a]	0,098	0,397[b]	0,185
5	–0,110	0,043	0,244[a]	–0,183	0,152	–0,167
6	0,285[b]	0,288[b]	0,196	–0,117	0,153	–0,071
7	–0,206	–0,173	0,197	–0,093	0,159	0,019
8	0,154	0,149	0,129	0,020	0,029	0,043
9	–0,317[b]	0,097	0,083	–0,178	0,242[a]	–0,127
10	0,075	0,029	0,137	–0,083	0,132	–0,067
11	–0,181	–0,116	0,142	–0,010	0,182	–0,061
12	0,169	0,059	0,074	–0,073	–0,025	–0,010
13	–0,237[a]	–0,015	0,159	0,053	0,334[b]	–0,039
14	0,060	0,207	0,203	–0,186	–0,015	0,017
15	–0,069	–0,045	0,116	0,053	0,196	–0,052
16	0,179	–0,188	0,126	–0,109	–0,054	–0,052
17	0,092	–0,173	0,091	–0,130	0,152	–0,145
18	0,006	–0,073	0,084	–0,202	–0,118	–0,053

[a] Уровень значимости 5 %.
[b] Уровень значимости 1 %.

На рисунках С.2, С.4 и С.6 показаны вариограммы для $P_{mi}(a)$, $P_{mi}(b)$, $w_{Si}(a)$, $w_{Si}(b)$, $w_{Su}(a)$ и $w_{Su}(b)$, соответственно. На рисунках С.3, С.5 и С.7 показаны коррелограммы для $P_{mi}(a)$, $P_{mi}(b)$ и $w_{Si}(a)$, $w_{Si}(b)$, $w_{Su}(a)$, $w_{Su}(b)$ соответственно.

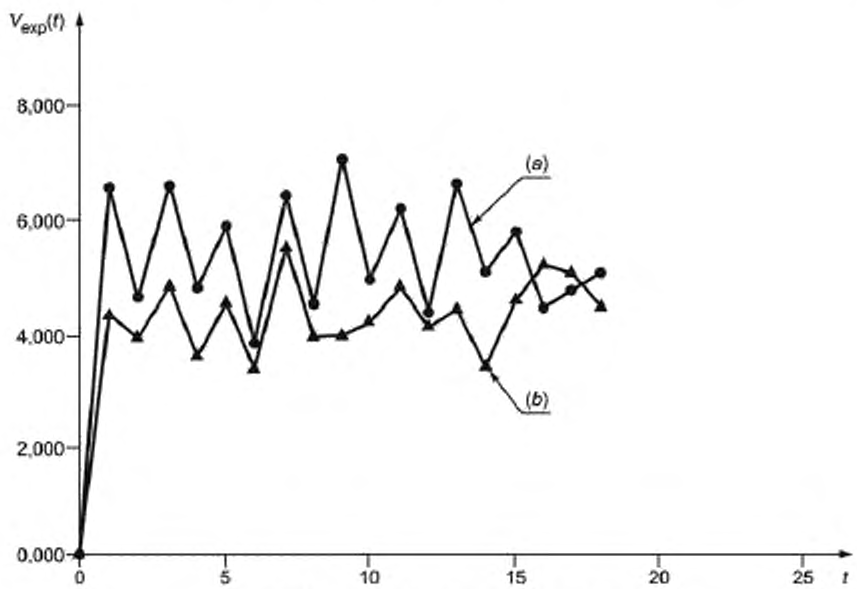


Рисунок С.2 — Вариограммы $P_{mi}(a)$ и $P_{mi}(b)$

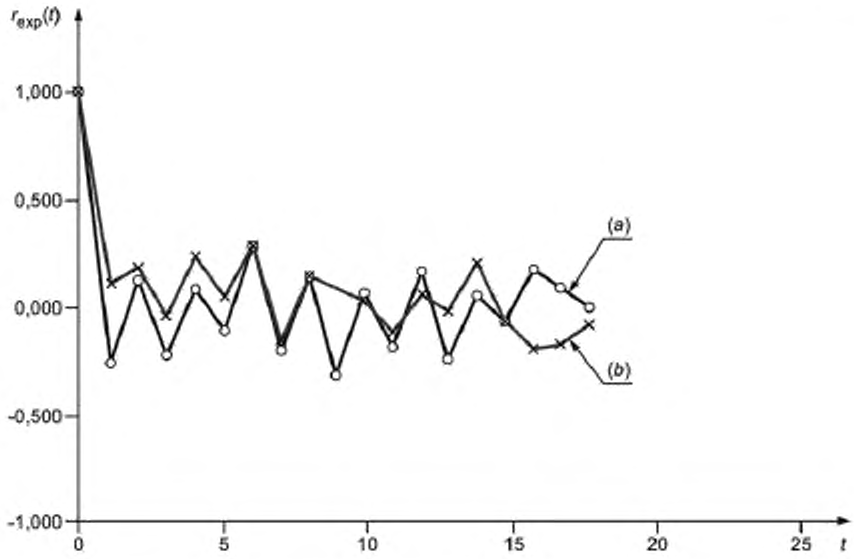


Рисунок С.3 — Коррелограммы $P_{ms}(a)$ и $P_{mi}(b)$

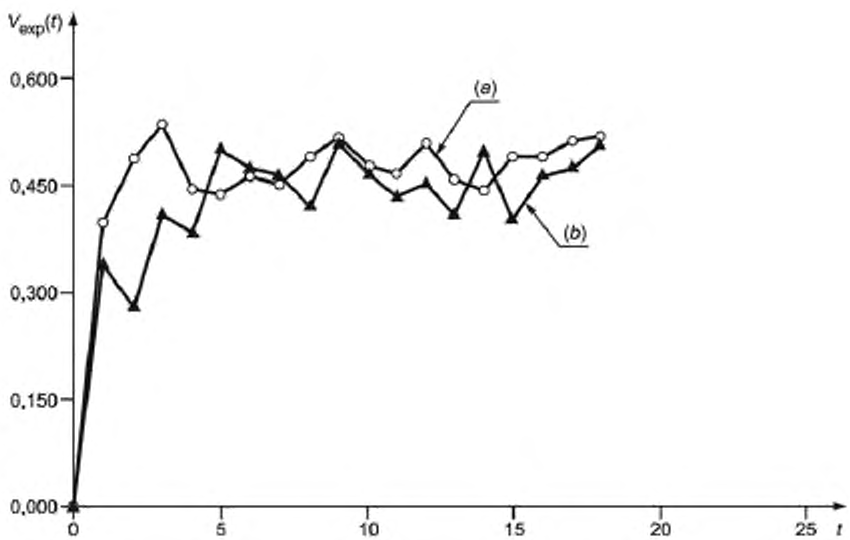


Рисунок С.4 — Вариограммы для $w_{Si}(a)$ и $w_{Si}(b)$

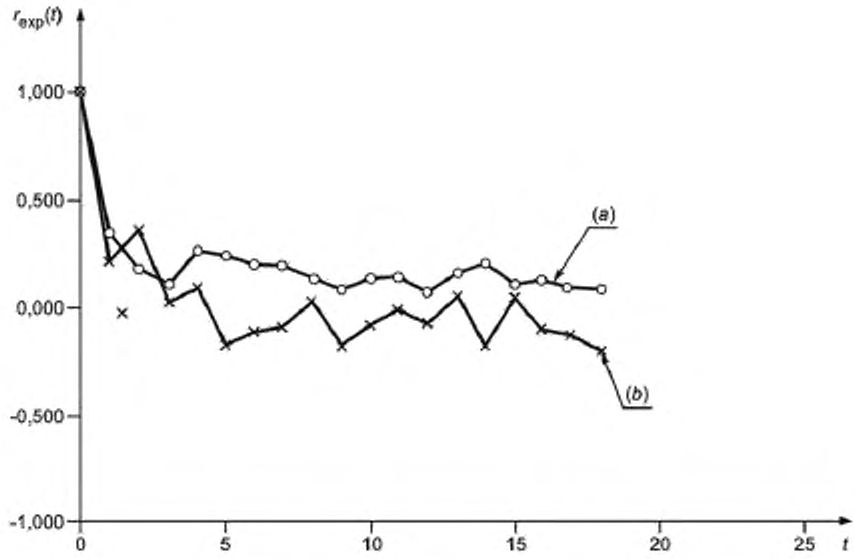


Рисунок С.5 — Коррелограммы для $w_{Si}(a)$ и $w_{Si}(b)$

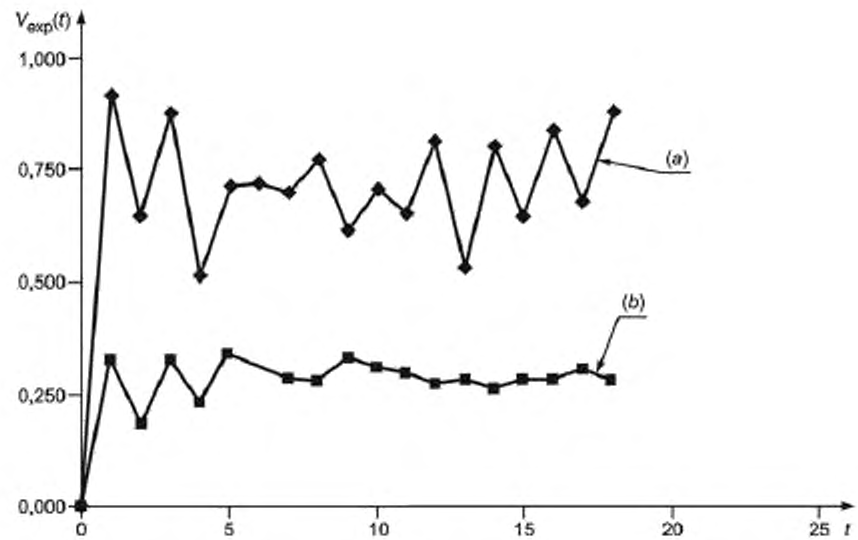


Рисунок С.6 — Вариограммы для $w_{Su}(a)$ и $w_{Su}(b)$

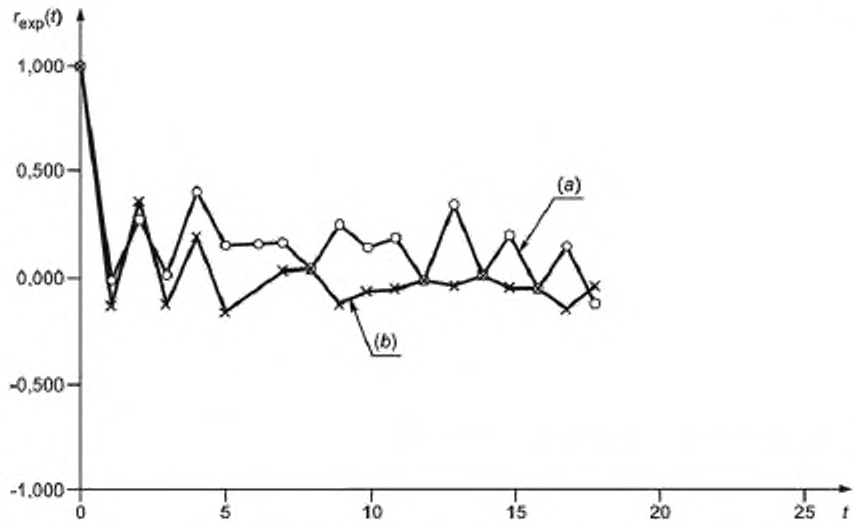


Рисунок С.7 — Коррелограммы для $w_{Su}(a)$ и $w_{SJ}(b)$

На рисунке С.2 показана особая ситуация, когда график похож на лезвие пилы. На рисунке С.6 показана аналогичная ситуация только для малых интервалов. Вариограмму на рисунке С.2 можно разделить следующим образом:

$$V_{exp}(t) = V_r = V_c, \tag{С.1}$$

или

$$V_{exp}(t) = (-1)^{t+1} Va, \tag{С.2}$$

где V_r — дисперсия случайных изменений;

V_c — дисперсия циклических изменений;

V_a — дисперсия, соответствующая амплитуде циклических изменений.

В этом случае $V_{exp}(t)$ для серии P_{mi} может быть аппроксимирована с использованием значений, приведенных на рисунке С.2 следующим уравнением

$$V_{exp}(t) = 5{,}2 + (-1)^{t+1} V_a \cdot 1{,}0. \tag{С.3}$$

Однако в общем случае разделить эту дисперсию на составляющие сложно.

Обычно предполагают, что циклическое перемещение, показанное на рисунке С.2, вызвано смещением времени открытия летки (в часах), независимо от времени предыдущего закрытия летки. Однако дальнейшее исследование этого перемещения и действий, которые необходимо предпринять, должны проводить специалисты по процессам плавки. Этот пример показывает, что статистический анализ последовательных данных дает полезную информацию, которая не может быть получена на основе традиционных методов статистического анализа.

На рисунке С.8 показана зависимость между вариограммой и коррелограммой $P_{mi}(a)$. На этом рисунке коррелограмма отражена на оси $r = +1$. Рисунок показывает поведение графика $[1 - r_{exp}(t)]$, аналогичное вариограмме $V_{exp}(t)$. Между вариограммой и коррелограммой существует следующая зависимость

$$V_{exp}(t) = \sigma_t^2 [-r_{exp}(t)], \tag{С.4}$$

где σ_t^2 — общая дисперсия первоначальных серий (константа).

Что касается серии $w_{Su}(a)$, вариограмма $V_{exp}(t)$ и график $[1 - r_{exp}(t)]$ демонстрируют аналогичное поведение (см. рисунок С.9).

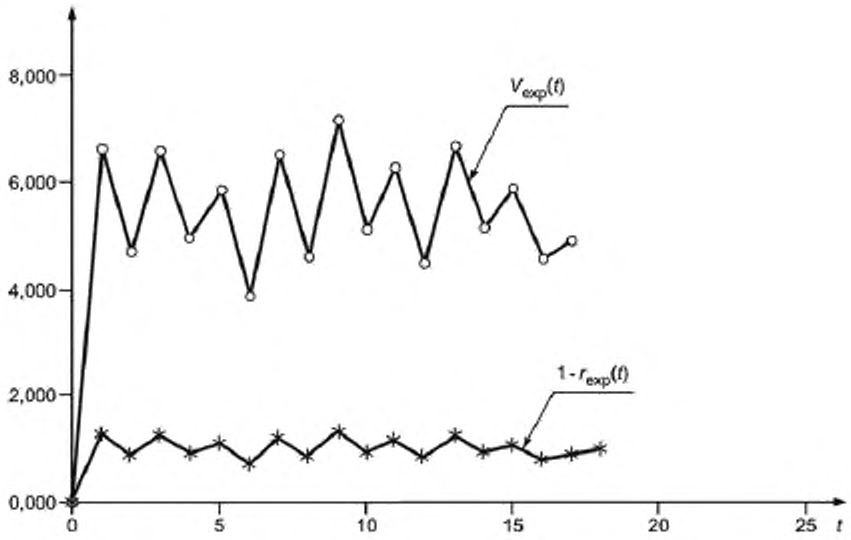


Рисунок С.8 — Соотношение между $V_{exp}(t)$ и $[1 - r_{exp}(t)]$ для $P_{mu}(a)$

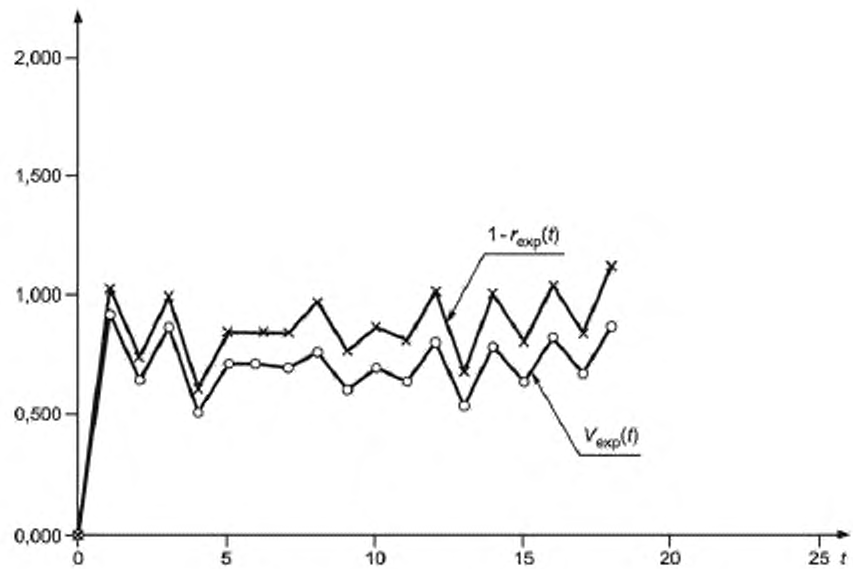


Рисунок С.9 — Соотношение между $V_{exp}(t)$ и $[1 - r_{exp}(t)]$ для $w_{su}(a)$

С.4 Толщина бумаги

Настоящее приложение содержит пример коррелированных данных. Толщину бумаги (мм) измеряют в интервалах постоянной длины (5 м) вдоль листа бумаги. 208 результатов измерений представлены в таблице С.5.

Таблица С.5 — Результаты измерений толщины бумаги

Значения в микронах

№	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0	572	575	568	558	555	564	576	570	570	575
10	587	562	580	573	576	573	585	576	580	576
20	586	571	575	582	570	568	588	560	580	590
30	596	564	605	576	579	579	581	573	570	576
40	573	576	577	575	573	572	562	580	565	572
50	558	569	559	558	556	572	552	560	565	561
60	553	562	555	560	552	561	559	562	550	553
70	556	548	556	536	560	540	548	539	552	543
80	546	541	542	551	538	547	542	541	546	548
90	543	545	547	559	541	543	553	546	550	559
100	548	557	555	559	565	552	555	552	560	562
110	563	563	562	559	581	574	560	583	563	573
120	577	582	573	571	589	588	587	592	582	589
130	589	584	584	599	580	589	575	573	581	576
140	568	570	586	560	570	574	570	556	569	578
150	569	562	576	570	560	572	570	554	568	558
160	562	562	560	547	550	569	547	561	548	556
170	558	549	553	559	564	536	555	558	539	542
180	564	546	557	550	558	550	549	551	541	552
190	542	553	551	558	574	562	561	560	565	569
200	575	568	569	572	565	562	582	570	—	—

Значения вариограммы и коррелограммы для интервала t = 25 приведены в таблице С.6, а графики вариограммы и коррелограммы — на рисунках С.10 и С.11 соответственно.

Таблица С.6 — Вариограмма и коррелограмма для данных по толщине бумаги

t	Значения вариограммы	Значения коррелограммы	t	Значения вариограммы	Значения коррелограммы
0	0	1000[a]	13	99,928	0,496[a]
1	62,435	0,674[a]	14	113,487	0,429[a]
2	49,638	0,741[a]	15	117,096	0,413[a]
3	48,324	0,749[a]	16	122,034	0,389[a]
4	48,931	0,747[a]	17	132,296	0,337[a]
5	70,569	0,636[a]	18	137,608	0,309[a]
6	58,223	0,701[a]	19	142,077	0,286[a]
7	64,995	0,667[a]	20	152,202	0,233[a]
8	77,583	0,604[a]	21	154,944	0,217[a]
9	78,638	0,600[a]	22	165,304	0,166[b]
10	81,748	0,586[a]	23	170,103	0,144
11	90,165	0,542 [a]	24	183,158	0,079
12	94,781	0,521[a]	25	184,011	0,077

[a] Очень высокая корреляция.
[b] Высокая корреляция.

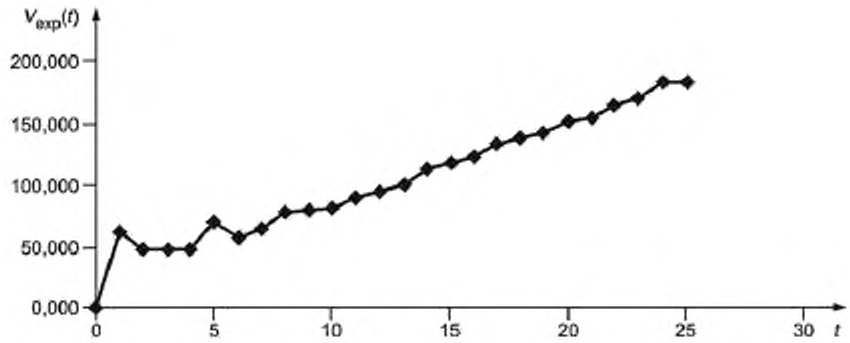


Рисунок С.10 — Вариограмма для данных по толщине бумаги

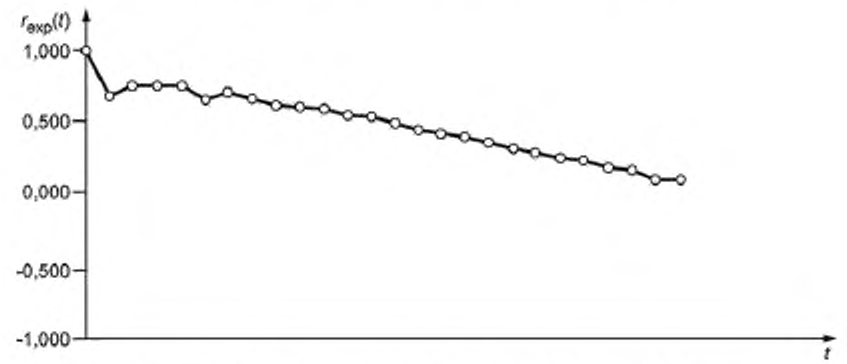


Рисунок С.11 — Коррелограмма для данных по толщине бумаги

Коррелограмма показывает существенную корреляцию для t = 21 и существенную корреляцию для t = 22. Так как более 20 последовательных данных коррелированы друг с другом, данные разделены на девять групп по 20 последовательных данных, начиная с № 11 для удобства. Анализ ANOVA показывает существенные различия между группами. Доверительные интервалы с 95 %-ным уровнем доверия для среднего в каждой группе показаны на рисунке С.12. Рекомендуется регулировка и более частый контроль отверстия смесителя.

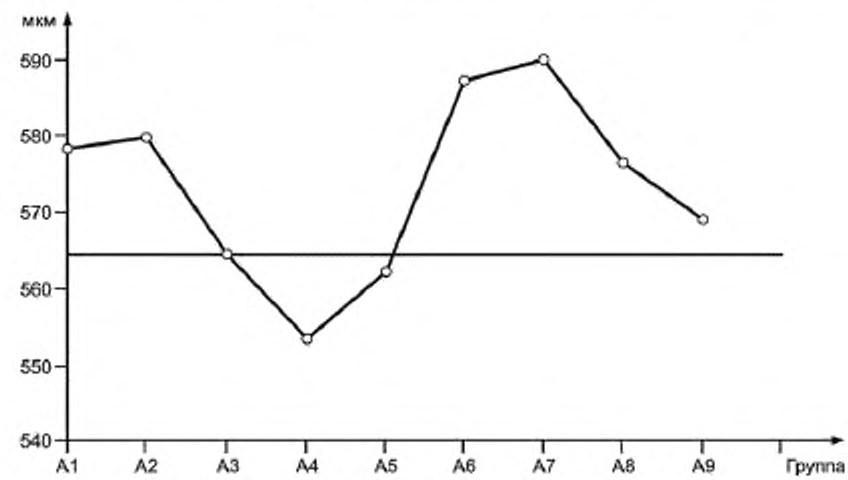


Рисунок С.12 — Доверительные интервалы для каждой границы

С.5 Влажность железной руды

Количество разовых проб, отобранных для определения влажности в партии, обычно составляет в среднем приблизительно 50 на партию. Некоторое время назад процедура предусматривала объединение нескольких разовых проб (например, 5 разовых проб) в пробы и измерение влажности по этим пробам. Эту процедуру применяет большинство сталелитейных заводов.

В последнее время влажность железной руды определяют путем последовательного отбора разовых проб, что позволяет избежать потери влажности при хранении проб. Данные, полученные таким способом, рассмотрены ниже.

Данные для железной руды, поставленной на сталелитейные заводы А и В из одной и той же шахты, группируют в зависимости от размера кусков руды на крупную и мелкую фракции. Значения влажности разовых проб с 12 судов составили для крупной фракции А (от S1 до S3), для крупной фракции В (от S4 до S6), для мелкой фракции А (от S7 до S9) и для мелкой фракции В (от S10 до S12) (см. таблицы С.7 и С.8). Проведен анализ этих данных.

Таблица С.7 — Содержание влаги в руде (%) для S1 — S6

№	S1	S2	S3	S4	S5	S6
1	2,230	2,573	3,123	2,743	2,744	2,895
2	2,109	2,532	3,040	2,719	2,763	2,966
3	2,263	2,394	2,870	2,912	2,881	2,964
4	1,993	2,679	2,914	2,672	2,988	2,769
5	2,091	2,567	3,118	2,656	2,756	2,833
6	2,012	2,174	2,871	2,582	2,813	2,945
7	2,213	2,421	2,934	2,780	2,795	2,852
8	2,049	2,350	2,515	3,090	2,948	2,826
9	2,080	2,381	2,705	2,861	2,943	2,728
10	2,111	2,557	2,755	2,801	3,022	2,665
11	2,004	2,465	2,975	2,559	3,012	2,569
12	1,993	2,373	2,921	2,567	2,74	2,808
13	2,110	2,417	2,918	2,680	2,723	2,775
14	2,211	2,449	2,730	2,788	2,329	3,020
15	2,116	2,489	3,631	2,694	2,803	2,850
16	2,018	2,528	2,798	2,481	2,602	2,679
17	1,970	2,394	2,841	2,434	2,635	2,776
18	1,732	2,297	2,812	2,435	2,603	2,824
19	2,515	2,306	2,639	2,445	2,551	2,644
20	1,941	2,447	2,495	2,732	2,572	2,555
21	1,769	2,379	2,571	2,674	2,507	2,600
22	1,963	2,316	2,646	2,738	2,575	2,622
23	1,607	2,242	2,447	2,739	2,531	2,442
24	1,829	2,310	2,484	2,573	2,488	2,353
25	1,891	2,378	2,528	2,435	2,612	2,274
26	1,691	2,331	2,874	2,760	2,602	2,273
27	1,969	2,342	2,524	2,549	2,625	2,396
28	2,240	2,368	2,504	2,547	2,756	2,282
29	2,000	2,394	2,603	2,522	2,723	2,333
30	2,000	2,438	2,395	2,815	2,572	2,715
31	1,857	2,395	2,109	2,363	2,504	2,564
32	1,874	2,330	2,261	2,347	2,315	2,516
33	1,836	2,392	2,412	2,393	2,460	2,597
34	1,776	2,569	2,426	2,804	2,425	5,729
35	1,858	2,174	2,398	2,584	2,354	2,554
36	1,906	2,386	2,365	2,501	2,463	2,497
37	1,919	2,180	2,669	2,367	2,590	2,723
38	2,018	2,276	2,697	2,217	2,212	2,762
39	1,749	2,179	2,711	2,668	2,304	2,278
40	1,982	2,398	2,591	2,485	2,271	2,432
41	1,986	2,339	2,734	2,306	2,454	2,527
42	1,693	2,507	2,351	2,326	2,368	2,580
43	1,643	2,281	2,551	2,076	2,117	–

Окончание таблицы С.7

№	S1	S2	S3	S4	S5	S6
44	1,889	2,144	2,297	2,136	2,165	–
45	1,898	1,999	2,269	2,701	2,157	–
46	2,003	1,999	2,510	–	1,979	–
47	1,891	2,190	2,409	–	–	–
48	1,849	2,201	–	–	–	–
49	1,928	2,265	–	–	–	–
50	1,961	2,203	–	–	–	–
51	1,760	1,984	–	–	–	–
52	1,734	2,239	–	–	–	–
53	1,511	2,429	–	–	–	–
54	1,822	2,280	–	–	–	–
55	1,701	1,977	–	–	–	–
56	1,592	2,141	–	–	–	–
57	1,482	2,012	–	–	–	–
58	1,505	–	–	–	–	–
59	1,493	–	–	–	–	–
60	1,540	–	–	–	–	–

Таблица С.8 — Содержание влаги в руде (%) для S7 — S12

№	S7	S8	S9	S10	S11	S12
1	4,625	5,554	4,535	4,595	4,710	4,992
2	4,617	5,303	4,505	4,579	4,660	5,066
3	4,558	5,267	4,605	4,559	4,696	4,911
4	4,643	5,261	4,462	4,544	4,681	4,998
5	4,623	5,144	4,530	4,585	4,656	5,024
6	4,656	5,197	4,482	4,574	4,684	5,061
7	4,586	5,193	4,603	4,572	4,679	4,995
8	4,638	5,171	4,626	4,633	4,689	4,976
9	4,474	5,159	4,503	4,616	4,633	4,982
10	4,687	5,161	4,426	4,693	4,685	4,977
11	4,600	5,000	4,432	4,483	4,758	4,976
12	4,659	5,292	4,437	4,559	4,691	5,042
13	4,659	5,000	4,507	4,528	4,709	1,912
14	4,553	5,127	4,542	4,543	4,690	4,893
15	4,591	5,108	4,569	4,571	4,649	4,982
16	4,630	4,828	4,564	4,500	4,668	4,883
19	4,590	4,951	4,535	4,530	4,722	4,936
20	4,617	5,019	4,505	4,488	4,594	4,956
21	4,603	5,148	4,564	4,404	4,605	4,880
22	4,576	5,123	4,573	4,610	4,669	4,899
23	4,585	5,079	4,564	4,474	4,615	4,992
24	4,603	4,991	4,456	4,456	4,659	5,115
25	4,635	5,095	4,480	4,418	4,601	4,959
26	5,285	4,972	4,503	4,427	4,572	4,997
27	5,026	5,017	4,385	4,486	4,537	4,971
28	4,929	5,005	4,454	4,467	4,588	4,950
29	5,000	5,050	4,478	4,464	4,564	4,960
30	4,000	4,979	4,411	4,450	4,566	4,997
31	4,868	5,029	4,434	4,634	4,577	4,988
32	4,733	4,977	4,521	4,535	4,637	4,963
33	4,597	5,011	4,478	4,528	4,458	4,996
34	4,733	5,030	–	4,450	4,714	4,945
35	4,496	5,019	–	4,458	4,648	5,041
36	4,584	5,025	–	4,424	4,644	4,981
37	4,671	5,113	–	4,571	4,698	5,029

Окончание таблицы С.8

№	S7	S8	S9	S10	S11	S12
38	4,723	4,849	–	4,456	4,689	4,885
39	4,688	5,069	–	4,501	4,638	4,975
40	4,570	–	–	4,544	4,627	4,866
41	4,522	–	–	4,390	4,659	4,659
42	4,332	–	–	4,466	4,599	4,788
43	4,584	–	–	4,467	4,637	4,891
44	4,557	–	–	4,391	4,677	4,778
45	4,607	–	–	4,405	4,647	4,969
46	4,537	–	–	–	4,649	4,843
47	4,534	–	–	–	4,515	4,907
48	4,459	–	–	–	4,579	4,942
49	4,571	–	–	–	4,553	4,945
50	4,684	–	–	–	4,561	4,915
51	4,548	–	–	–	–	4,913
52	4,568	–	–	–	–	4,937
53	4,368	–	–	–	–	4,947
54	4,524	–	–	–	–	4,839
55	4,320	–	–	–	–	4,950
56	4,479	–	–	–	–	4,818
57	4,643	–	–	–	–	

В качестве примера ниже показан результат статистического анализа серии №1. Данные серии №1 показаны на рисунке С.13. На рисунке показана тенденция уменьшения значений влажности с увеличением номера разовой пробы. Регрессионный анализ этих данных показывает существенную зависимость влажности от номера разовой пробы. Уравнение линии регрессии имеет вид

$$w_m = 2{,}164 - 0{,}0085i, \qquad (C.5)$$

где i — номер разовой пробы;

w_m — доля массы, представляющая собой процент содержания влаги в разовых пробах.

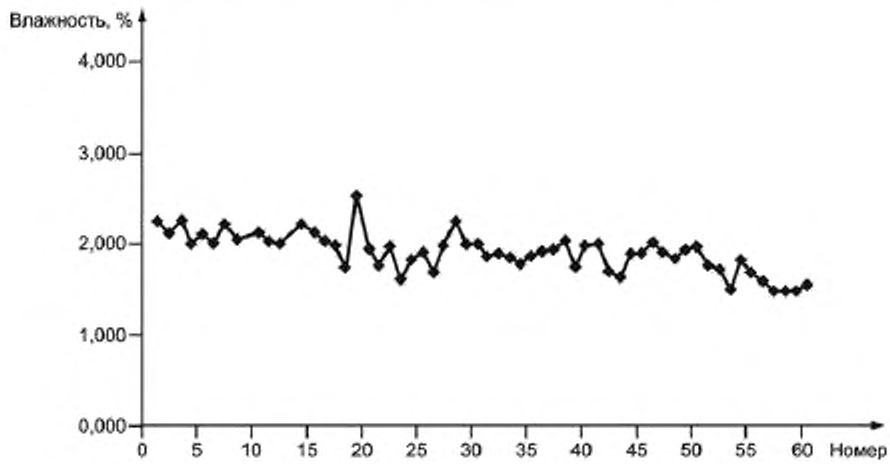


Рисунок С.13 — Результаты измерений влажности в серии №1

Поскольку количество разовых проб в партии меняется от судна к судну, переход к относительным номерам разовых проб дает следующее уравнение регрессии

$$w_m = 2{,}164 - 0{,}51u, \qquad (C.6)$$

где u — относительный номер разовой пробы.

Если общее количество разовых проб, отобранных из партии n, относительный номер для i-й разовой пробы равен i/n. Уравнение (С.6) можно представить в следующей общей форме

$$w_{in} = b_0 + b_1 u \,. \qquad (C.7)$$

Значения b_1 для каждой серии приведены в таблице С.9.

Таблица С.9 — Результаты статистического анализа влажности железной руды

Вид руды	Сталелитейные заводы	№ серии данных	Номера разовых проб	Угловой коэффициент b_1 линии регрессии	Значение вариограммы $V_{exp}(t=1)$
Крупные фракции	A	1	60	–0,51[a]	0,012
	A	2	57	–0,36[a]	0,012
	A	3	47	–0,37[a]	0,016
	B	4	45	–0,27[a]	0,022
	B	5	46	–0,46[a]	0,012
	B	6	42	–0,47[a]	0,011
	C	13	48	–0,09[a]	0,134
	C	14	54	0	0,110
	C	15	50	0	0,166
Мелкие фракции	A	7	57	0	0,023
	A	8	40	0	0,007
	A	9	33	–0,07[b]	0,002
	B	10	45	–0,09[a]	0,003
	B	11	50	–0,10[a]	0,002
	B	12	56	–0,11[a]	0,004
	C	16	33	0	0,075
	C	17	48	0	0,017
	C	18	47	0	0,206

[a] Очень высокая корреляция.
[b] Высокая корреляция.

Вариограмма S1 показана на рисунке С.14. На этом рисунке «первоначальной серии» соответствует вариограмма, обозначенная буквой «*b*», буквой «*a*» обозначена вариограммы для серии данных № 19 без выбросов. Следует заметить, что вариограмма с выбросами выше вариограммы без выбросов.

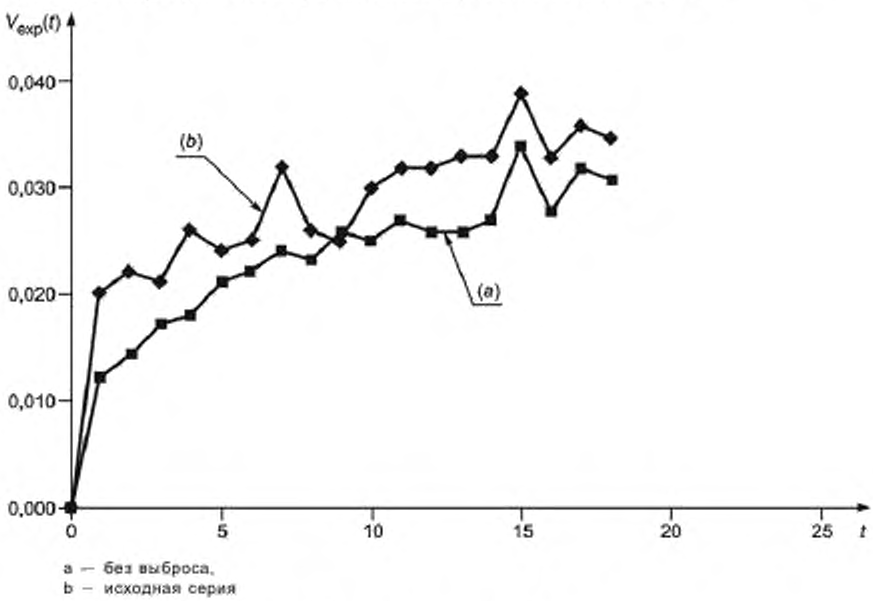


Рисунок С.14 — Вариограмма для серии №1

Значения вариограмм для S1 — S6 и S7 — S12 указаны в таблицах С.10 и С.11. Графики вариограмм показаны на рисунках С.15, С.16 соответственно. Так как серии фракции S1 — S6 и S7 — S12 представляют собой одну и ту же железную руду соответственно, важно, что вариограммы на этих рисунках в большой степени согласованы.

Таблица С.10 — Значения вариограммы для S1 — S6

t	S1	S1R[a]	S2	S3	S3R[a]	S4	S5	S6	S6R[a]
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1	0,020	0,012	0,012	0,032	0,016	0,022	0,012	0,254	0,011
2	0,022	0,014	0,015	0,033	0,022	0,032	0,015	0,278	0,019
3	0,021	0,017	0,017	0,039	0,026	0,034	0,020	0,262	0,018
4	0,026	0,018	0,016	0,043	0,027	0,031	0,022	0,254	0,020
5	0,024	0,021	0,015	0,056	0,033	0,024	0,023	0,339	0,025
6	0,025	0,022	0,011	0,059	0,038	0,020	0,024	0,342	0,026
7	0,032	0,024	0,015	0,064	0,040	0,031	0,025	0,334	0,031
8	0,026	0,023	0,016	0,057	0,035	0,035	0,028	0,352	0,037
9	0,025	0,026	0,015	0,058	0,034	0,037	0,035	0,219	0,037
10	0,030	0,025	0,014	0,050	0,032	0,036	0,038	0,218	0,040
11	0,032	0,027	0,014	0,041	0,028	0,031	0,036	0,213	0,042
12	0,032	0,026	0,014	0,056	0,031	0,027	0,039	0,200	0,040
13	0,033	0,026	0,017	0,058	0,039	0,030	0,043	0,210	0,041
14	0,033	0,027	0,019	0,060	0,043	0,036	0,044	0,224	0,043
15	0,039	0,034	0,021	0,066	0,049	0,037	0,051	0,217	0,042
16	0,033	0,028	0,018	0,084	0,059	0,039	0,052	0,202	0,044
17	0,036	0,032	0,021	0,083	0,067	0,043	0,054	0,224	0,052
18	0,035	0,031	0,019	0,095	0,072	0,042	0,051	0,248	0,054

[a] R после обозначения серии указывает на обработку с исключением выбросов.

Таблица С.11 — Значения вариограммы для S7 — S12

t	S7	S7R[a]	S8	S8R[a]	S9	S10	S11	S12
0	0	0	0	0	0	0	0	0
1	0,025	0,023	0,008	0,007	0,002	0,003	0,002	0,004
2	0,025	0,021	0,006	0,005	0,003	0,003	0,002	0,004
3	0,028	0,025	0,006	0,005	0,004	0,003	0,002	0,004
4	0,039	0,023	0,010	0,008	0,004	0,004	0,003	0,005
5	0,025	0,019	0,008	0,007	0,004	0,004	0,003	0,005
6	0,028	0,021	0,009	0,008	0,003	0,004	0,003	0,005
7	0,031	0,022	0,011	0,009	0,003	0,004	0,003	0,006
8	0,033	0,027	0,010	0,008	0,003	0,004	0,003	0,006
9	0,036	0,026	0,012	0,010	0,004	0,003	0,004	0,007
10	0,034	0,024	0,014	0,009	0,004	0,004	0,004	0,006
11	0,032	0,024	0,011	0,010	0,004	0,005	0,004	0,007
12	0,031	0,021	0,017	0,012	0,004	0,005	0,004	0,006
13	0,036	0,029	0,014	0,011	0,003	0,005	0,004	0,005
14	0,040	0,029	0,018	0,015	0,003	0,005	0,004	0,007
15	0,044	0,032	0,020	0,009	0,003	0,005	0,004	0,006
16	0,041	0,030	0,017	0,012	0,003	0,006	0,004	0,006
17	0,045	0,032	0,017	0,012	0,003	0,005	0,004	0,007
18	0,041	0,028	0,019	0,012	0,003	0,005	0,003	0,006

[a] R после обозначения серии указывает на обработку с исключением выбросов.

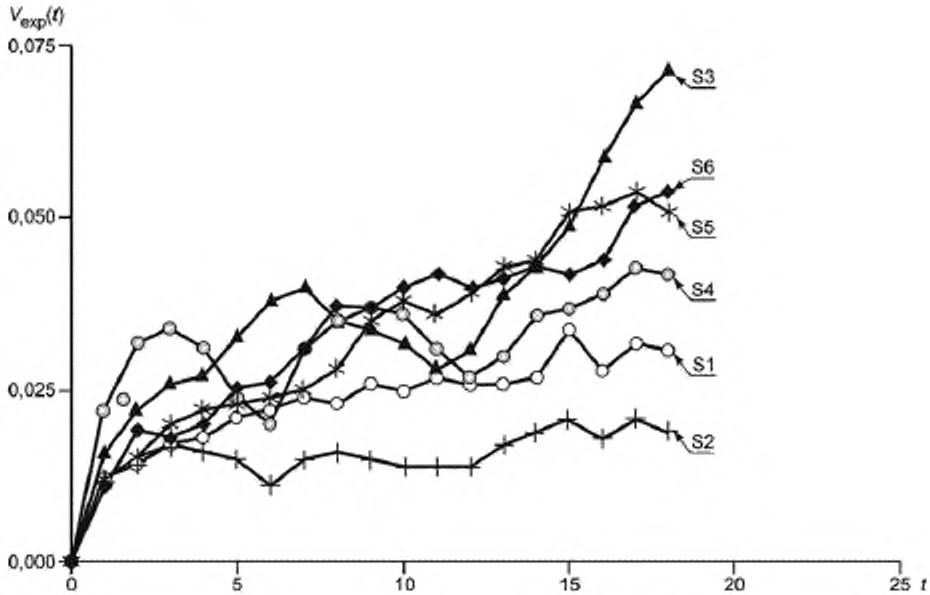


Рисунок С.15 — Вариограмма для S1 — S6

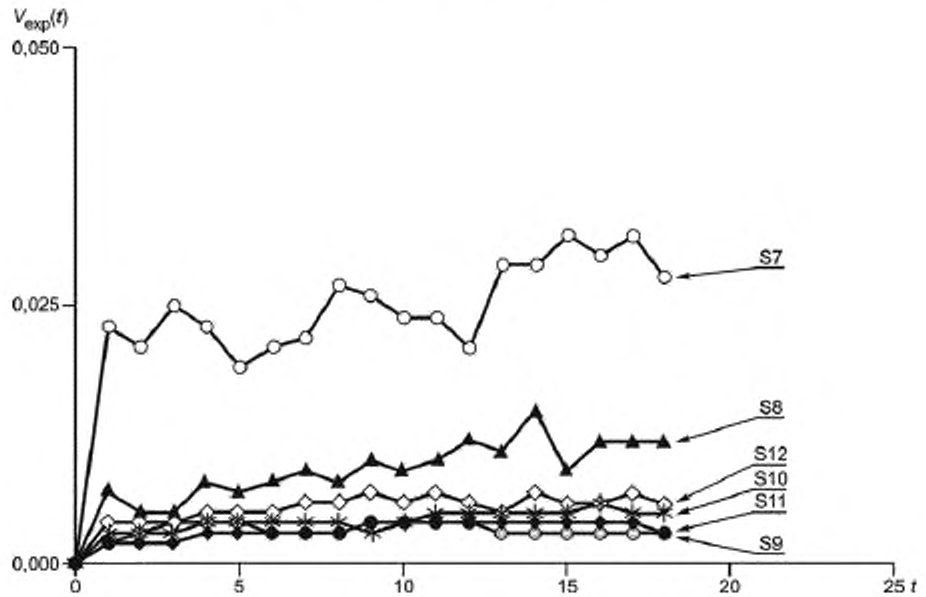


Рисунок С.16 — Вариограмма для S7 — S12

Результаты статистического анализа каждой серии приведены в таблице С.9. Из таблицы С.9 видно, что для большинства серий характерны существенные тренды, и линии регрессии всегда имеют отрицательный наклон. Угловой коэффициент линии регрессии для крупных фракций по абсолютной величине больше, чем для мелких фракций, тогда как уровни содержания влаги крупных фракций ниже, чем мелких. Полезно рассмотреть часть партии, соответствующую двум смежным разовым пробам как слой. Изменчивость характеристики качества в пределах слоя можно оценить по значениям вариограммы для $t = 1$, как показано в таблице С.9.

Дополнительные данные представлены сталелитейным заводом С, который расположен в области усиленного контроля требований запыленности. Импортированные железные руды распыляются обычно при разгрузке. Значения влажности разовых проб, взятых с шести судов, из которых три судна с крупной фракцией (от S13 до S15) и три судна с мелкой фракцией (от S16 до S18), приведены в таблице С.12. Регрессионный анализ данных с исключением выбросов, при необходимости, не дает результатов, характерных для данных заводов А и В. Значения вариограммы приведены в таблице С.13. Значения вариограммы для интервала t = 1 более чем в 10 раз больше, чем таковые же для руды, распыленной без воды. Вариограммы для S13 — S18 приведены на рисунке С.17. Результаты статистического анализа на данных, полученных с завода С, также приведены в таблице С.9.

Таблица С.12 — Содержание влаги в руде (%) для S13 — S18

№	S13	S14	S15	S16	S17	S18
1	3,299	3,432	3,532	5,293	5,080	6,442
2	3,451	2,585	2,885	5,363	4,897	6,184
3	2,833	3,226	3,270	5,406	5,040	5,157
4	2,708	3,049	3,051	5,368	4,949	5,036
5	3,646	2,880	2,404	5,417	4,912	5,435
6	3,231	2,964	2,592	5,837	5,125	4,995
7	2,205	2,424	2,603	5,083	4,986	5,008
8	2,763	2,403	2,320	5,002	5,074	5,230
9	3,294	2,331	2,413	5,415	5,032	6,290
10	2,423	2,402	2,570	5,467	5,016	4,942
11	2,671	2,602	2,421	5,126	5,054	4,716
12	3,506	2,517	2,792	5,262	5,024	5,014
13	3,417	2,757	2,658	5,038	4,894	5,188
14	4,022	2,453	2,383	5,326	4,938	5,064
15	2,239	2,669	2,375	5,091	5,008	4,968
16	2,070	2,598	2,566	5,005	5,023	5,006
17	2,571	2,728	2,886	4,938	4,949	4,980
18	2,520	2,440	2,919	4,942	4,923	5,057
19	2,432	2,862	3,565	4,949	4,993	4,646
20	2,707	3,018	3,484	4,894	5,235	5,205
21	2,221	2,686	3,765	4,949	5,132	5,038
22	2,166	2,777	2,500	5,008	5,099	5,031
23	2,710	2,339	4,177	4,963	4,995	5,007
24	2,777	2,294	3,139	5,333	5,197	5,407
25	2,306	2,401	3,800	4,928	5,170	5,868
26	2,344	2,882	3,840	5,253	4,736	5,313
27	2,112	2,762	2,411	5,747	4,978	5,093
28	1,735	2,654	2,452	5,064	5,078	5,723
29	1,772	2,474	3,273	5,205	5,063	6,378
30	2,004	2,640	3,588	5,121	5,018	5,163
31	2,821	2,562	2,642	5,181	5,055	6,000
32	2,780	2,926	3,481	6,296	4,889	4,688
33	2,889	3,177	3,578	5,239	4,997	4,900
34	2,746	3,028	2,898	–	5,152	5,403
35	2,725	2,519	3,444	–	4,942	5,416
36	3,493	3,405	2,906	–	5,270	5,430
37	2,813	2,462	2,550	–	3,949	6,753
38	2,315	2,483	2,749	–	4,983	5,932
39	2,614	4,468	2,435	–	5,377	5,426
40	2,163	3,370	2,389	–	5,528	5,134
41	2,151	2,726	2,703	–	5,515	6,154
42	2,326	2,814	2,963	–	5,027	5,351
43	2,626	2,847	2,542	–	4,907	6,138
44	2,438	2,261	3,455	–	4,946	5,093
45	2,452	2,516	3,195	–	5,015	6,058
46	2,955	2,842	3,331	–	5,257	5,094
47	2,381	2,788	3,959	–	4,820	5,086
48	2,380	2,721	3,038	–	5,014	–
49	–	3,017	3,020	–	–	–

Окончание таблицы С. 12

№	S13	S14	S15	S16	S17	S18
50	–	2,506	3,251	–	–	–
51	–	2,989	–	–	–	–
52	–	2,868	–	–	–	–
53	–	3,069	–	–	–	–
54	–	2,753	–	–	–	–

Таблица С.13 — Значение вариограммы для S13 — S18

Интервал *t*	S13	S14	S15	S16	S17	S18
0	0	0	0	0	0	0
1	0,134	0,110	0,166	0,075	0,017	0,206
2	0,218	0,131	0,169	0,067	0,024	0,223
3	0,192	0,107	0,169	0,055	0,026	0,246
4	0,222	0,143	0,232	0,069	0,025	0,202
5	0,248	0,158	0,250	0,049	0,019	0,274
6	0,252	0,123	0,240	0,071	0,026	0,222
7	0,247	0,122	0,283	0,088	0,029	0,219
8	0,239	0,164	0,328	0,067	0,028	0,184
9	0,230	0,162	0,256	0,090	0,021	0,272
10	0,235	0,155	0,307	0,094	0,019	0,302
11	0,222	0,178	0,306	0,107	0,020	0,250
12	0,192	0,148	0,263	0,107	0,017	0,199
13	0,232	0,128	0,315	0,108	0,023	0,255
14	0,278	0,143	0,318	0,119	0,023	0,253
15	0,298	0,166	0,331	0,118	0,021	0,288
16	0,330	0,126	0,345	0,127	0,016	0,238
17	0,302	0,119	0,341	0,106	0,019	0,290
18	0,252	0,141	0,347	0,084	0,022	0,362

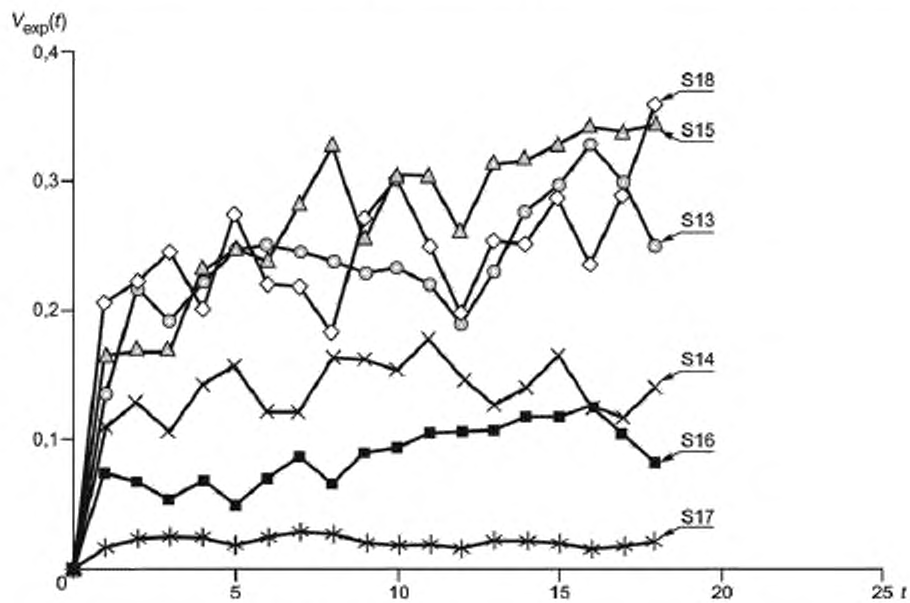


Рисунок С.17 — Вариограмма для S13—S18

С.6 Распределение по размерам и содержание влаги в железной руде

В С.5 показано, что уменьшение влажности с увеличением номера разовой пробы железной руды не соблюдается в большинстве случаев, особенно большим является уменьшение для руды в крупной фракции. Чтобы узнать причину этих трендов, приведены парные данные влажности и распределения по размерам руды с шести судов. Разовые пробы отобраны в половине стандартного интервала систематическим отбором выборок на основе массы. Разовые пробы с нечетными номерами используют для определения влажности, а четные разовые пробы используют для определения распределения по размеру частиц. Полученные данные приведены в таблице С.14, где w_m — влажность в виде процента массы, а w_{sf} — распределение по размерам частиц (фракция железной руды с размерами частиц менее 6 мм).

Таблица С.14 — Содержание влаги (%) и распределение частиц по размерам (% фракции < 6 мм) для S19 — S24

№	S19		S20		S21		S22		S23		S24	
	w_m	w_{sf}	w_m	w_{sf}	w_m	w_{sf}	w_m	w_{sf}	w_m	w_{sf}	w_m	w_{sf}
1	2,573	12,606	3,123	2,863	11,965	2,863	2,586	18,235	2,430	21,843	2,74	9,85
2	2,532	14,046	3,040	2,704	12,244	2,704	2,521	13,347	1,936	25,294	2,76	11,30
3	2,394	12,500	2,870	2,610	11,173	2,610	2,723	15,169	2,384	11,764	2,88	10,72
4	2,679	9,594	2,914	2,681	12,796	2,681	2,517	13,773	2,152	9,973	2,99	15,90
5	2,567	6,315	3,188	2,604	10,887	2,604	2,377	12,361	2,466	7,455	2,76	12,06
6	2,174	7,331	2,871	2,497	6,934	2,497	2,588	18,433	2,444	8,806	2,81	11,59
7	2,421	6,681	2,934	2,581	8,928	2,581	2,491	13,191	2,443	8,707	2,80	16,03
8	2,350	10,728	2,515	2,570	9,090	2,570	2,365	14,143	2,307	6,117	2,95	13,87
9	2,381	8,823	2,705	2,776	10,114	2,776	2,398	12,828	2,294	18,449	2,94	15,18
10	2,557	9,146	2,755	2,739	11,567	2,739	2,651	6,692	2,558	6,020	3,02	13,32
11	2,373	10,697	2,975	2,548	6,933	2,548	2,403	18,534	1,965	13,192	3,01	14,45
12	2,417	12,078	2,921	2,638	8,146	2,638	2,525	15,957	2,247	22,743	2,77	15,34
13	2,449	11,397	2,918	2,622	14,598	2,622	2,502	14,470	1,813	7,853	2,72	12,33
14	2,528	8,872	2,730	2,613	6,470	2,613	2,230	6,231	2,002	6,084	3,33	13,52
15	2,394	10,272	3,631	2,437	4,910	2,437	2,262	11,548	2,107	10,810	2,80	12,03
16	2,297	8,085	2,798	2,471	3,448	2,471	2,588	10,516	2,116	9,023	2,60	13,27
17	2,306	10,119	2,841	2,851	9,819	2,851	2,469	7,536	2,071	17,785	2,64	7,67
18	2,447	4,680	2,812	2,544	7,784	2,544	2,348	14,114	1,989	10,424	2,60	11,97
19	2,379	5,128	2,639	2,564	10,204	2,564	2,332	5,090	1,913	5,741	2,55	9,00
20	2,316	10,714	2,495	2,656	9,202	2,656	2,165	10,762	2,062	6,862	2,57	10,43
21	2,242	11,974	2,646	2,589	6,115	2,589	2,232	4,815	2,155	6,854	2,51	10,67
22	2,310	6,896	2,447	2,670	7,391	2,670	2,237	9,333	2,141	6,034	2,58	8,88
23	2,378	7,162	2,484	2,566	5,042	2,566	2,046	16,949	2,378	9,795	2,53	8,39
24	2,331	5,023	2,528	2,506	8,043	2,506	2,548	8,385	2,432	4,954	2,49	7,62
25	2,342	5,544	2,874	2,610	8,695	2,610	2,340	7,575	1,901	6,637	2,61	6,95
26	2,641	4,516	2,542	2,765	16,560	2,765	2,722	4,469	1,939	7,848	2,60	17,97
27	2,394	4,871	2,504	2,441	11,326	2,441	2,326	7,079	1,826	8,787	2,63	9,09
28	2,438	3,614	2,603	2,397	5,389	2,397	2,290	3,562	1,809	7,692	2,76	6,56
29	2,395	7,908	2,395	2,931	2,764	2,931	2,313	12,121	1,729	6,591	2,72	7,78
30	2,330	7,808	2,109	2,896	4,304	2,896	2,588	15,300	1,680	8,158	2,57	6,74
31	2,392	3,719	2,412	3,871	6,578	3,871	2,459	13,533	2,156	5,384	2,50	5,49
32	2,174	5,291	2,426	2,823	3,484	2,823	2,674	7,077	1,947	12,703	2,32	5,10
33	2,386	3,977	2,398	3,432	2,380	3,432	2,547	7,155	1,648	6,230	2,46	9,63
34	2,180	6,788	2,365	2,611	6,578	2,611	2,517	14,742	1,386	5,276	2,43	6,68
35	2,276	2,912	2,559	3,498	0,800	3,498	2,556	7,730	1,895	19,458	2,35	7,37
36	2,179	2,836	2,697	3,245	2,222	3,245	2,403	6,796	1,788	7,950	2,46	7,16
37	2,398	2,811	2,711	3,588	2,727	3,588	–	–	1,699	4,359	2,59	6,86
38	2,339	4,699	2,591	4,574	11,818	4,574	–	–	1,695	4,249	2,21	9,42
39	2,507	3,676	2,734	2,917	16,772	2,917	–	–	1,913	5,357	2,30	8,45
40	2,281	6,527	2,351	2,540	1,785	2,540	–	–	2,249	7,762	2,27	5,79
41	2,144	4,407	2,551	2,598	2,659	2,598	–	–	2,101	7,829	2,45	4,99
42	2,190	2,739	2,397	2,174	3,278	2,174	–	–	1,813	5,555	2,37	6,47
43	1,999	4,000	2,269	2,502	9,696	2,502	–	–	–	–	2,12	6,26
44	2,201	2,447	2,510	2,539	7,446	2,539	–	–	–	–	2,17	9,42
45	2,265	6,229	2,409	2,334	6,341	2,334	–	–	–	–	2,16	7,49

Окончание таблицы С.14

№	S19		S20		S21		S22		S23		S24	
	w_m	w_{sf}	w_m	w_{sf}	w_m	w_{sf}	w_m	w_{sf}	w_m	w_{sf}	w_m	w_{sf}
46	2,203	10,666	–	2,378	6,748	2,378	–	–	–	–	1,98	8,62
47	1,984	3,902	–	2,640	5,056	2,640	–	–	–	–	–	–
48	2,239	4,332	–	2,849	3,401	2,849	–	–	–	–	–	–
49	2,429	11,337	–	2,533	4,511	2,533	–	–	–	–	–	–
50	2,280	13,151	–	2,475	4,761	2,475	–	–	–	–	–	–
51	1,977	4,310	–	2,441	1,785	2,441	–	–	–	–	–	–
52	2,141	3,954	–	3,120	0,626	3,120	–	–	–	–	–	–
53	2,012	7,051	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
54	2,569	2,564	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–

Приведен регрессионный анализ содержания влаги и распределения по размерам частиц в зависимости от номера разовой пробы, а также регрессионный анализ содержания влаги от распределения по размерам частиц. Распределения по размерам выражают как фракцию железной руды с величиной частиц менее 6 мм. Результаты статистического анализа для этой серии приведены в таблице С.15. Значения вариограммы вычислены для содержания влаги и распределения частиц по размерам (см. таблицы С.16 и С.17). Вариограммы содержания влаги и распределения частиц по размерам показаны на рисунках С.18 и С.19 соответственно.

Таблица С.15 — Результаты статистического анализа для S19 — S24

Номер серии	Номер разовой пробы	Выбросы		Регрессия			V_{exp} (t = 1)	
		w_m	w_{sf}	$w_m = i$	$w_{sf} = i$	$w_m = w_{sf}$	w_m	w_{sf}
S19	54	0	0	–[a]	–[a]	+[b]	0,016	4,622
S20	45	1	0	–[a]	–[b]	0	0,034	7,142
S21	52	1	0	0	–[a]	0	0,096	8,273
S22	36	0	0	0	–[a]	0	0,020	14,289
S23	42	0	1	–[a]	–[a]	0	0,033	19,242
S24	46	0	0	–[a]	–[a]	+[a]	0,015	4,762

w_m — массовая доля влаги, выраженная в процентах (% влажности);
w_{sf} — фракция железной руды с размерами частиц мене 6 мм;
i — номер разовой пробы.

[a] Очень высокая корреляция.
[b] Высокая корреляция.

Таблица С.16 — Значения вариограммы содержания влаги для S19 — S24

t	S19	S20	S21	S22	S23	S24
0	0	0	0	0	0	0
1	0,016	0,034	0,096	0,020	0,033	0,015
2	0,017	0,034	0,105	0,020	0,038	0,021
3	0,019	0,040	0,142	0,024	0,048	0,020
4	0,016	0,044	0,162	0,025	0,044	0,022
5	0,015	0,060	0,155	0,026	0,049	0,026
6	0,016	0,056	0,175	0,020	0,061	0,028
7	0,019	0,067	0,175	0,025	0,055	0,034
8	0,017	0,055	0,210	0,025	0,056	0,035
9	0,014	0,059	0,221	0,026	0,048	0,045
10	0,015	0,037	0,243	0,033	0,071	0,043
11	0,016	0,054	0,254	0,038	0,065	0,041
12	0,018	0,059	0,245	0,041	0,066	0,048
13	0,018	0,059	0,254	0,034	0,066	0,051
14	0,021	0,065	0,238	0,025	0,058	0,046

Окончание таблицы С.16

t	S19	S20	S21	S22	S23	S24
15	0,019	0,085	0,200	0,030	0,059	0,054
16	0,020	0,076	0,185	0,028	0,054	0,060
17	0,022	0,089	0,175	0,036	0,057	0,065
18	0,024	0,091	0,182	0,034	0,075	0,069

Таблица С.17 — Значения вариограммы распределения частиц по размерам для S19 — S24

t	S19	S20	S21	S22	S23	S24
0	0	0	0	0	0	0
1	4,622	7,142	8,273	14,289	19,242	4,762
2	7,297	7,257	13,739	15,689	23,312	4,980
3	6,693	8,041	15,001	16,430	19,360	5,167
4	6,414	10,029	12,404	16,357	26,790	5,376
5	7,178	8,421	11,341	12,479	20,857	5,538
6	7,091	9,407	13,438	17,028	22,840	6,375
7	6,940	7,722	12,358	10,500	25,784	5,863
8	6,726	6,227	13,612	18,821	19,231	6,733
9	5,264	7,545	16,007	18,471	21,019	7,806
10	6,394	9,316	17,775	17,994	17,724	7,881
11	7,342	8,996	16,070	12,758	19,784	7,996
12	7,345	9,156	12,561	14,314	24,406	7,706
13	8,150	9,736	12,954	26,553	24,739	9,732
14	9,781	10,081	14,041	18,035	20,668	9,973
15	10,185	8,542	13,968	24,037	17,418	11,249
16	10,100	6,340	12,958	21,422	21,631	12,257
17	9,494	4,824	10,605	19,795	25,140	11,569
18	9,945	7,389	12,154	20,286	23,557	12,213

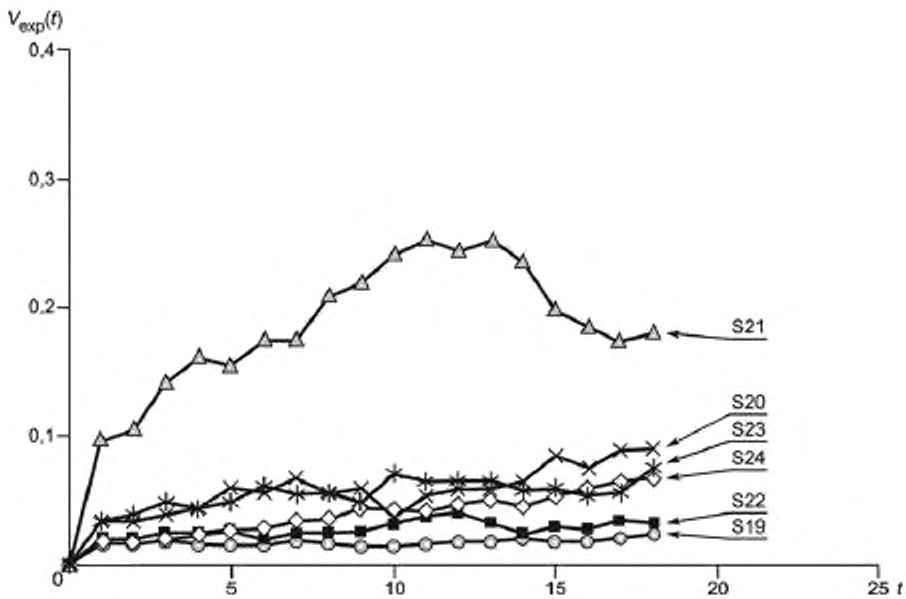


Рисунок С.18 — Вариограмма содержания влаги для S19 — S24

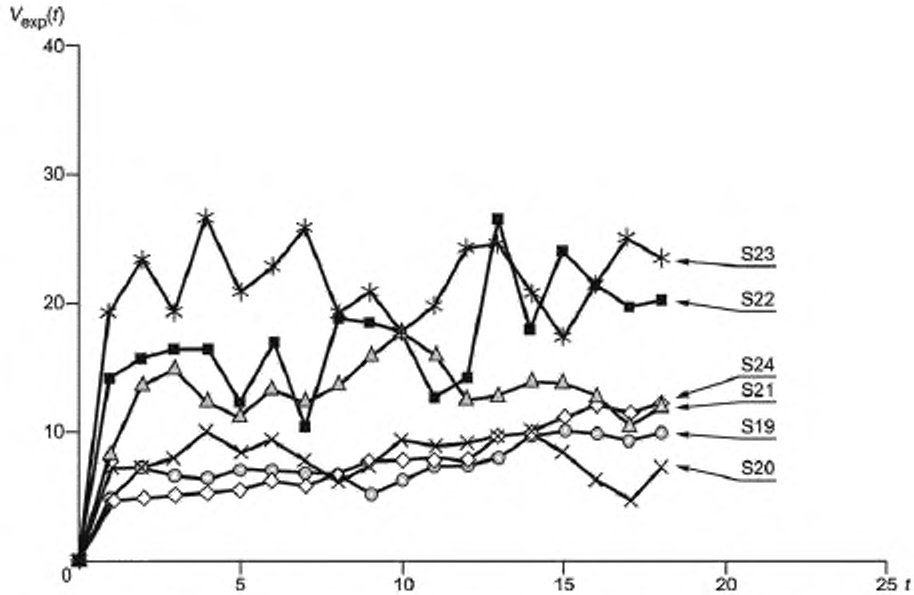


Рисунок С.19 — Вариограмма распределения частиц для S19 — S24

С.7 Тренд

С.7.1 Сбор данных

Для железной руды изменения характеристики качества в пределах слоя, из которого отбирают две разовые пробы, проверяют периодически с помощью систематического отбора выборок на основе массы в соответствии с ИСО 3084 [16]. Методом наблюдения является отбор сквозной выборки (см. 7.3). На основе С.5 и С.6 отобраны и обработаны данные последней декады. Первоначальные данные приведены в таблице 5 (см. 7.3) и повторены для удобства в таблице С.18. Данные для крупных и мелких фракций объединены в таблице С.19.

Т а б л и ц а С.18 — Пример отбора сквозной выборки

Номер части	Общее содержание железа			
	A	B	Среднее арифметическое	Размах
1	65,37	64,36	64,865	1,01
2	64,82	64,82	64,82	0
3	64,81	65,10	64,955	0,29
4	64,96	65,06	65,01	0,10
5	65,23	65,20	65,215	0,03
6	65,34	65,22	65,28	0,12
7	65,54	65,80	65,67	0,26
8	65,41	65,34	65,375	0,07
9	65,16	65,22	65,19	0,06
10	65,34	65,69	65,515	0,35
Среднее арифметическое			65,19	0,23
σ_{wst}				0,35
Общее содержание железа: метод — 3×2×10; сталелитейный завод — G; дата —1985-05-19; масса — 97101 т.				

С.7.2 Распределение по размерам частиц

Исключим L04, для которого определяют долю железной руды с размером частиц менее 8 мм вместо доли руды с размером частиц менее 6 мм, L08, для которого распределение по размерам частиц не рассматривается, и L10, для которого включено 12 частей. Другие серии данных для крупных фракций, приведенные в таблице С.19, включают одну и ту же модель эксперимента для фракции с размером частиц менее 6 мм, которая содержит 10 частей. Для каждой из этих частей составлено две сложных пробы, независимо от того, что каждая сложная проба содержит различное количество разовых проб. Соответственно, девять партий проанализированы вместе. Каждое значение данных для сложных проб x_{BC} можно представить следующим образом

$$x_{BC} = \mu + f_{BV} + f_{BP} + f_{BC}, \qquad (C.8)$$

где μ — математическое ожидание совокупности;
f_{BV} — описывает изменчивость между судами;
f_{BP} — описывает изменчивость между частями судна;
f_{BC} — описывает изменчивость между сложными пробами в пределах части.

Таблица С.19 — Обзор изменчивости характеристик качества

Номер партии	Масса партии	Метод	t	Рассмотренные характеристики качества
L01	69597	2·2·10 = 40	1740	w_{st}, w_{Fe}
L02	74141	5·2·10 = 100	741	w_{st}, w_{Fe}
L03	77749	5·2·10 = 100	777	w_{st}, w_{Fe}
L04	60820	3·2·10 = 60	1014	w_{st}, w_{Fe}
L05	144583	3·2·10 = 60	2410	w_{st}, w_m, w_{Fe}
L06	135626	4·2·10 = 80	1695	w_{st}, w_m, w_{Fe}
L07	93884	3·2·10 = 60	1565	w_{st}, w_m, w_{Fe}
L08	78334	3·2·10 = 60	1306	w_{Fe}
L09	97101	3·2·10 = 60	1618	w_{st}, w_{Fe}
L10	50532	4·2·2 = 96	526	w_{st}, w_m, w_{Fe}
L11	111132	3·2·10 = 60	1852	w_{st}, w_m, w_{Fe}
L12	90892	5·2·10 = 100	909	w_{st}, w_m, w_{Fe}
f01	149081	3·2·10 = 60	2485	w_{Fe}
f02	109759	4·2·10 = 80	1372	w_{st}, w_m, w_{Fe}, w_{Si}, w_{Al}
f03	44467	2·2·10 = 40	1112	w_{st}, w_{Fe}
f04	55725	3·2·10 = 60	929	w_{Fe}
f05	120073	4·2·10 = 80	1501	w_{st}, w_m, w_{Fe}, w_{Si}, w_{Al}
f06	103051	3·2·10 = 60	1718	w_{Fe}
f07	66691	2·2·10 = 40	1667	w_m, w_{Fe}
f08	103956	3·2·10 = 60	1733	w_{Fe}
f09	102398	3·2·10 = 60	1707	w_{st}, w_m, w_{Fe}
f10	60418	4·2·10 = 80	755	w_{st}, w_m, w_{Fe}
f11	30130	4·2·11 = 88	342	w_{st}, w_m, w_{Fe}
f12	31446	2·2·12 = 48	655	w_{st}, w_m, w_{Fe}

L — соответствует крупной фракции и сопровождается номером партии;
f — соответствует мелкой фракции и сопровождается номером партии;
w_{st} — распределение по размерам (фракциям (%) с размером частиц > 6 мм для крупной фракции и <6 мм для мелкой фракции);
w_m — доля массы влаги, выраженная в процентах (%), (влажность);
w_{Fe} — доля массы железа, выраженная в процентах (%), (содержание железа);
w_{Si} — доля массы SiO_2, выраженная в процентах (%).(содержание SiO_2);
w_{Al} — доля массы Al_2O_3, выраженная в процентах (%), (содержание Al_2O_3).

В этом случае количество судов — девять, количество частей — 10 и количество сложных проб — две. Таблица ANOVA приведена в таблице С.20.

Таблица С.20 — Таблица ANOVA для данных изменчивости характеристики качества

Источник	Сумма квадратов отклонений	Число степеней свободы	Средний квадрат отклонений	Математическое ожидание среднего квадрата отклонений
Суда	S_{BV}	$v-1$	S_{BV}/f_{BV}	$\sigma^2_{BC} + c\sigma^2_{BP} + \rho c\sigma^2_{BV}$
Части	S_{BP}	$v(p-1)$	S_{BP}/f_{BP}	$\sigma^2_{BC} + c\sigma^2_{BP}$
Сложные пробы	S_{BC}	$vp(c-1)$	S_{BC}/f_{BC}	σ^2_{BC}
Сумма	S_t	$vpc-1$		

Таблица С.21 получена из таблицы С.20 путем подстановки числовых значений величин.

Таблица С.21 — Таблица ANOVA для распределения по размерам крупных фракций

Источник	Сумма квадратов отклонений	Число степеней свободы	Средний квадрат отклонений	Математическое ожидание среднего квадрата отклонений
Суда	572,14	8	71,52	$\sigma^2_{BC} + c\sigma^2_{BP} + \rho c\sigma^2_{BV}$
Части	1289,59	81	15,92	$\sigma^2_{BC} + c\sigma^2_{BP}$
Сложные пробы	153,82	90	1,71	σ^2_{BC}
Сумма	2015,55	179		

Приравнивание выражения в последней колонке таблицы С.21 к значению среднего квадрата отклонений, позволяет определить соответствующие дисперсии

$$\hat{\sigma}^2_{BC} + 2\hat{\sigma}^2_{BP} + 20\hat{\sigma}^2_{BV} = 71{,}52,$$

$$\hat{\sigma}^2_{BC} + 2\hat{\sigma}^2_{BP} = 15{,}92,$$

$$\hat{\sigma}^2_{BC} = 1{,}71.$$

Следовательно,

$$\hat{\sigma}^2_{BC} = 1{,}71,$$

$$\hat{\sigma}^2_{BP} = 7{,}11,$$

$$\hat{\sigma}^2_{BV} = 2{,}78.$$

Таким образом, дисперсия, соответствующая частям судна, дает наибольший вклад в исследуемую изменчивость.

Результаты ANOVA для данных мелких фракций пяти судов, включая f02, f03, f05, f09 и f10, приведены в таблице С.22.

Таблица С.22 — Таблица ANOVA для распределения по размерам мелких фракций

Источник	Сумма квадратов отклонений	Число степеней свободы	Средний квадрат отклонений	Математическое ожидание среднего квадрата отклонений
Суда	462,65	4	115,66	$\sigma^2_{BC} + 2\sigma^2_{BP} + 20\sigma^2_{BV}$
Части	142,83	45	3,17	$\sigma^2_{BC} + 2\sigma^2_{BP}$
Сложные пробы	52,59	50	1,05	σ^2_{BC}
Сумма	658,07	99		

Таким образом:

$$\hat{\sigma}^2_{BC} = 1{,}05,$$

$$\hat{\sigma}^2_{BP} = 1{,}06,$$

$$\hat{\sigma}^2_{BV} = 5{,}62.$$

Наибольшей является дисперсия, характеризующая изменчивость.

Линия регрессии, описывающая распределение по размерам для относительного номера части, построена для каждого судна. Относительный номер равен отношению номера части к общему количеству частей. Если общее количество частей равно единице, угловой коэффициент линии регрессии указывает разность между процентом фракции в начале и в конце разгрузки. Угловой коэффициент линии регрессии распределения по размерам приведен в таблице С.23. В таблице С.23 приведены дисперсии $\hat{\sigma}^2_{BC}$ и $\hat{\sigma}^2_{BV}$, полученные с помощью ANOVA для каждого судна.

Таблица С.23 — Угловой коэффициент линии регрессии для распределения по размерам

Номер партии	Угловой коэффициент линии регрессии	$\hat{\sigma}^2_{BC}$	$\hat{\sigma}^2_{BP}$
L01	–11,895[a]	3,122	13,19
L02	–7,058[a]	1,936	4,57
L03	–4,150[a]	0,717	2,30
L05	–11,468[a]	1,996	12,29
L06	–6,684[a]	0,742	5,00
L07	–9,373[a]	2,205	8,88
L09	–6,371[a]	2,878	8,54
L10	–9,924[a]	0,879	9,83
L11	–7,098[a]	0,547	4,63
L12	–5,318[a]	1,239	4,56
f02	+1,71[a]	0,437	0,159
f03	+2,69	0,599	3,314
f05	+1,14	0,647	0,428
f09	–0,06	2,494	0,992
f10	–1,86[b]	1,082	0,413
f11	+ 1,55	1,911	0,250
f12	+1,85[a]	0,271	0,551

[a] Очень высокая корреляция.
[b] Высокая корреляция.

С.7.3 Влажность

Результаты ANOVA для влажности крупных фракций, включая L05, L06, L07, L11 и L12, приведены в таблице С.24.

Таблица С.24 — Таблица ANOVA для влажности крупных фракций

Источник	Сумма квадратов отклонений	Число степеней свободы	Средний квадрат отклонений	Математическое ожидание среднего квадрата отклонения
Суда	0,44	4	0,11	$\sigma^2_{BC} + 2\sigma^2_{BP} + 20\sigma^2_{BV}$
Части	5,91	45	0,13	$\sigma^2_{BC} + 2\sigma^2_{BP}$
Сложные пробы	1,2	50	0,02	σ^2_{BC}
Сумма	7,55	99		

Приравнивая выражения из последней колонки таблицы С.24 к полученным значениям среднего квадрата отклонений, определяют дисперсии

$$\hat{\sigma}^2_{BC} = 0,02,$$

$$\hat{\sigma}^2_{BP} = 0,055,$$

$$\hat{\sigma}^2_{BV} = 0.$$

Наибольшая дисперсия соответствует изменчивости между частями судна.

Результаты ANOVA для влажности мелких фракций, включая f02, f05, f07, f09 и f10, приведены в таблице С.25.

Таблица С.25 — Таблица ANOVA для влажности мелких фракций

Источник	Сумма квадратов отклонений	Число степеней свободы	Средний квадрат отклонений	Математическое ожидание среднего квадрата отклонений
Суда	3,43	4	0,86	$\sigma^2_{BC} + 2\sigma^2_{BP} + 20\sigma^2_{BV}$
Части	0,66	45	0,01	$\sigma^2_{BC} + 2\sigma^2_{BP}$
Сложные пробы	0,34	50	0,01	σ^2_{BC}
Сумма	4,43	99		

Таким образом:

$$\hat{\sigma}^2_{BC} = 0{,}001,$$

$$\hat{\sigma}^2_{BP} = 0,$$

$$\hat{\sigma}^2_{BV} = 0{,}04.$$

Наибольшая дисперсия соответствует изменчивости между судами. Угловой коэффициент линии регрессии $\hat{\sigma}^2_{BC}$ и $\hat{\sigma}^2_{BP}$ приведен в таблице С.26.

Таблица С.26 — Угловой коэффициент линии регрессии для влажности

Номер партии	Угловой коэффициент линии регрессии	$\hat{\sigma}^2_{BC}$	$\hat{\sigma}^2_{BP}$
L05	+0,061	0,074	0,019
L06	–0,181	0,004	0,012
L07	–0,455[a]	0,007	0,050
L10	+0,032	0,006	0,011
L11	+0,731[a]	0,032	0,104
L12	–0,915[a]	0,003	0,084
f02	+0,022	0,004	0,006
f05	+0,076	0,006	0
f07	–0,336[a]	0,011	0,017
f09	+0,030	0,004	0
f10	+0,011	0,009	0
f11	+0,110	0,025	0,278
f12	–0,287[a]	0,003	0,010

[a] Очень высокая корреляция.

С.7.4 Общее содержание железа

Результаты ANOVA для общего содержания железа по данным крупной фракции 10 судов, исключая L04 (другой тип руды) и L10 (другое количество частей), приведены в таблице С.27.

Таблица С.27 — Таблица ANOVA для общего содержания железа в крупных фракциях

Источник	Сумма квадратов отклонений	Число степеней свободы	Средний квадрат отклонений	Математическое ожидание среднего квадрата отклонений
Суда	21,98	9	2,44	$\sigma^2_{BC} + 2\sigma^2_{BP} + 20\sigma^2_{BV}$
Части	9,89	90	0,11	$\sigma^2_{BC} + 2\sigma^2_{BP}$
Сложные пробы	8,43	100	0,08	σ^2_{BC}
Сумма	40,30	199		

Таким образом:

$$\hat{\sigma}^2_{BC} = 0{,}08;$$

$$\hat{\sigma}^2_{BP} = 0{,}015;$$

$$\hat{\sigma}^2_{BV} = 0{,}1165.$$

Наибольшая дисперсия соответствует изменчивости между судами.

Результаты ANOVA для общего содержания железа в мелкой фракции для 10 судов, исключая f11 и f12 (оба имеют различное количество частей), приведены в таблице С.28.

Таблица С.28 — Таблица ANOVA для общего содержания железа в мелких фракциях

Источник	Сумма квадратов отклонений	Число степеней свободы	Средний квадрат отклонений	Математическое ожидание среднего квадрата отклонений
Суда	25,20	9	2,80	$\sigma^2_{BC} + 2\sigma^2_{BP} + 20\sigma^2_{BV}$
Части	5,71	90	0,06	$\sigma^2_{BC} + 2\sigma^2_{BP}$
Сложные пробы	2,70	100	0,03	σ^2_{BC}
Сумма	33,61	199		

Таким образом:

$$\hat{\sigma}^2_{BC} = 0{,}03;$$

$$\hat{\sigma}^2_{BP} = 0{,}015;$$

$$\hat{\sigma}^2_{BV} = 0{,}137.$$

Наибольшая дисперсия соответствует изменчивости между судами.

Угловой коэффициент линии регрессии для общего содержания железа приведен в таблице С.29. Данные для L07 и L11 относятся к одному заводу D и дают линии регрессии с отрицательным угловым коэффициентом. Бульдозеры обычно используют на самой последней стадии для быстрой разгрузки железной руды с судна. Завод D использует бульдозеры на более ранней стадии для разгрузки судна, что приводит к измельчению частиц руды, перемещению их в верхнюю часть массива при разгрузке судна и последующему перемешиванию руды.

Таблица С.29 — Угловой коэффициент линии регрессии для общего содержания железа

Номер партии	Угловой коэффициент линии регрессии	$\hat{\sigma}^2_{BC}$	$\hat{\sigma}^2_{BP}$
L01	+ 0,455	0,116	0,004
L02	+ 0,658[a]	0,040	0,042
L03	+ 0,344	0,073	0,044
L04	+ 0,868[a]	0,005	0,083
L05	+ 0,573	0,289	0
L06	+ 0,266[a]	0,013	0,002
L07	– 0,140	0,083	0
L08	+ 0,849[a]	0,098	0,033
L09	+ 0,763[a]	0,066	0,047
L10	+ 0,066	0,048	0
L11	– 0,231	0,044	0,002
L12	– 0,102	0,020	0,019
f01	+ 0,395[b]	0,023	0,039
f02	– 0,226[b]	0,021	0,003
f03	+ 0,432	0,070	0,062
f04	– 0,128	0,007	0,002

Окончание таблицы С.29

Номер партии	Угловой коэффициент линии регрессии	$\hat{\sigma}^2_{BC}$	$\hat{\sigma}^2_{BP}$
f05	– 0,122	0,014	0
f06	– 0,441[a]	0,019	0,029
f07	– 0,045	0,022	0,003
f08	– 0,249	0,041	0,026
f09	+ 0,050	0,023	0,029
f10	+ 0,050	0,030	0
f11	– 0,360[a]	0,018	0,009
f12	+ 0,113	0,022	0

[a] Очень высокая корреляция.
[b] Высокая корреляция.

С.7.5 Смещение при отборе проб железной руды

Тенденция распределения по размерам (фракция с размером частиц менее 6 мм) составляет минус 12 % от максимума для крупной фракции и минус 2 % для мелкой фракции с размером частиц менее 6 мм (в таблице С.23, около плюс 2 % для фракции крупнее 6 мм).

Тенденция изменения влажности из таблицы С.26 не ясна. Однако в соответствии с таблицей С.9 она составляет не менее 1,0 % для крупной фракции и менее 0,3 % для мелкой фракции.

Тенденция общего содержания железа составляет менее 1,0 % для крупной фракции (см. таблицу С.29), в то время как тенденция изменений для мелкой фракции не наблюдается.

В случае максимального тренда (– 12 %) распределения по размерам для крупной фракции возможно смещение, которое вызвано систематическим отбором выборок на основе массы из 50 разовых проб, что составляет 12/(2·50) = 0,12 % фракции с размером частиц менее 6 мм. Также возможно смещение для влажности и общего содержания железа 1,0/(2·50) = 0,01 %. Эти возможные смещения незначительны по сравнению с общим стандартным отклонением оценки среднего характеристики качества партии.

Приложение D
(обязательное)

Оценка прецизионности

D.1 Общие положения

В настоящем приложении установлена процедура проведения эксперимента и описано ее практическое применение для оценки прецизионности при выполнении стандартного отбора выборки, подготовки пробы и измерений. Прецизионность, соответствующая стандартному отбору выборки, подготовке пробы и выполнению измерений, необходимо периодически проверять на основе двойного отбора проб. Если метод стандартного отбора выборки (включая подготовку пробы и выполнение измерений) вводят впервые или он изменен, или прошло значительное время с его последней проверки, должен быть проведен специальный эксперимент. Этот эксперимент должен соответствовать одному из стандартов на выборочный контроль нештучной продукции.

Стандартный отбор выборки нештучной продукции часто выполняют путем систематического отбора выборки на основе массы. Если систематический отбор выборки на основе массы применяют к сыпучим материалам, стандартный отбор выборки выполняют в соответствии с одним из следующих планов эксперимента:

План 1. Партию делят на u_{lot} частей партии, все разовые пробы отбирают из каждой части партии и соединяют в u_{lot} объединенных проб, подготавливают u_{lot} исследуемых проб, которые анализируют отдельно. Взвешенное среднее результатов исследований в соответствии с массой частей партии является оценкой среднего характеристики качества партии. Когда масса партии меньше установленной массы части партии, то партия не может быть разделена на части. В этом случае все разовые пробы отбирают из неразделенной партии и соединяют в объединенную пробу, подготавливают исследуемую пробу и выполняют ее анализ. Результат анализа — оценка среднего качества партии.

План 2. Несколько разовых проб, отобранных из партии, соединяют в пробы, подготавливают исследуемые пробы и анализируют их отдельно. Взвешенное среднее результатов исследований в соответствии с количеством разовых проб, объединенных в выборки, является оценкой среднего характеристики качества партии. Обычно в выборки объединяют равное количество разовых проб.

План 3. Для всех разовых проб, отобранных из партии, последовательно измеряют характеристики качества (после подготовки, при необходимости). Выборочное среднее результатов исследований является оценкой среднего характеристики качества партии.

Каждая из описанных процедур позволяет получить оценку среднего характеристики качества партии с соответствующей плану прецизионностью. Достигнутую прецизионность можно проверить с помощью двойного отбора проб.

В случае систематического отбора выборки на основе времени применимы процедуры плана 1, но процедуры планов 2 и 3 не могут быть применены при пропорциональном изменении разовой пробы по мере поступления материала.

D.2 Общие условия

D.2.1 Количество экспериментов

Следует выполнять эксперименты не менее чем на 20 партиях материала. Если это невозможно, следует выполнять эксперимент не менее чем на 10 партиях.

D.2.2 Количество разовых сложных проб

Минимальное количество разовых проб, необходимое для эксперимента, должно быть вдвое больше количества разовых проб, установленного для стандартного отбора выборки. Например, если партия разделена на u_{lot} частей партии, количество разовых проб, отобранных из части партии, равно n_{sub}. Из этих разовых проб составляют одну объединенную пробу. При стандартном отборе выборки минимальное количество разовых проб, необходимое для эксперимента, должно быть $2n_{lot}$, из которых составляют две сложные пробы (каждая сложная проба соответствует объединенной пробе при стандартном отборе выборки) по n_{sub} разовых проб в каждой.

D.2.3 Подготовка пробы и выполнение измерений

Подготовка пробы и выполнение измерений должны соответствовать методу, установленному в одном из стандартов.

D.3 Порядок проведения эксперимента

В экспериментах с использованием систематического отбора выборок на основе массы должно быть отобрано вдвое большее количество разовых проб, чем при стандартном отборе выборки, т. е. $2n_{sub}$ разовых проб из части партии через половину объема массы для стандартного отбора, из которых составляют две сложные пробы по n_{sub} разовых проб в каждой. При этом разовые пробы включают в сложные пробы попеременно по мере отбора.

В экспериментах с использованием отбора простой случайной выборки должно быть отобрано вдвое большее количество разовых проб, чем при стандартном отборе выборки, т. е. $2n$ разовых проб. Разовые пробы отбирают из партии случайным образом и составляют из них две сложные пробы по n разовых проб в каждой. Разовые пробы для включения в сложную пробу также отбирают случайным образом.

В эксперименте с использованием расслоенной выборки должно быть отобрано вдвое большее количество разовых проб, чем при стандартном отборе выборки. Разовые пробы отбирают случайным образом из каждого слоя с равным количеством разовых проб в слое, равным количеству разовых проб при стандартном отборе выборки. Затем из разовых проб формируют две сложные пробы для частей партии или всей партии.

В экспериментах с использованием двухэтапного отбора выборки из партии случайным образом должно быть отобрано сначала u_{sub} выборочных единиц как при стандартном отборе выборки. Затем таким же способом отбирают еще u_{sub} выборочных единиц. Выборочные единицы, отобранные на втором этапе, могут отбираться одновременно с выборочными единицами первого этапа. Объединяют все разовые пробы каждого этапа отдельно и составляют две сложные пробы для партии.

В экспериментах каждого типа должны быть подготовлены две сложные пробы, на которых выполняют измерения отдельно в соответствии с процедурами, установленными в соответствующем стандарте.

D.4 Статистический анализ полученных данных

Независимо от количества двойных данных могут быть применены верхняя контрольная граница U_{CL} и центральная линия карты размахов, описанные в ИСО 8258 [29], для обнаружения точек, выходящих за границу и оценки достигнутой прецизионности. Для двойного отбора проб коэффициент D_3 карты размахов равен нулю, а нижняя контрольная граница отсутствует. Коэффициент D_4 карты размахов равен 3,267, а коэффициент d_2 равен 1,128 для двойных данных. Если ни одно из значений размаха не превышает границу U_{CL}, то можно считать, что процесс находится в состоянии статистической управляемости.

На основе двойных данных вычисляют средний размах $\overline{R}$. Верхняя контрольная граница для карты размахов равна $D_4\overline{R} = 3{,}267\ \overline{R}$. По расположению размахов на карте размахов можно судить о стабильности процесса. Если процесс находится в состоянии статистической управляемости, $\overline{R}/d_2 = \overline{R}/1{,}128$ дает оценку стандартного отклонения по двойным данным, т.е. оценку достигнутой прецизионности.

D.5 Практическое применение

Влажность (%) и распределение по размерам (фракция (%) железной руды с размером частиц менее 6 мм) оценивали по 2*n* разовым пробам, отобранных из половины интервала массы для стандартного отбора выборки, как показано в таблице D.1, где измерения *n* разовых проб выполнялись последовательно при стандартном систематическом отборе выборок на основе массы.

Таблица D.1 — Влажность и распределение по размерам по двойным данным

Номер пары	Влажность, %		Распределение по размерам [a], %	
1	2,573	2,532	12,606	14,046
2	2,394	2,679	12,500	9,594
3	2,567	2,174	6,315	7,331
4	2,421	2,350	6,681	10,728
5	2,381	2,557	8,823	9,146
6	2,373	2,417	10,697	12,078
7	2,449	2,528	11,397	8,872
8	2,394	2,297	10,272	8,085
9	2,306	2,447	10,119	4,680
10	2,379	2,316	5,128	10,714
11	2,242	2,310	11,974	6,896
12	2,378	2,331	7,162	5,023
13	2,342	2,641	5,544	4,516
14	2,394	2,438	4,871	3,614
15	2,395	2,330	7,908	7,808
16	2,392	2,174	3,719	5,291
17	2,386	2,180	3,977	6,788
18	2,276	2,179	2,912	2,836
19	2,398	2,339	2,811	4,699
20	2,507	2,281	3,676	6,527

Окончание таблицы D.1

Номер пары	Влажность, %		Распределение по размерам [a], %	
21	2,144	2,190	4,407	2,739
22	1,999	2,201	4,000	2,447
23	2,265	2,203	6,229	10,666
24	1,984	2,239	3,902	4,332
25	2,429	2,280	11,337	13,151
26	1,977	2,141	4,310	3,954
[a] Фракция железной руды с размером частиц менее 6 мм.				

Обе контрольные карты размаха (на влажность и распределение частиц по размерам) демонстрируют состояние статистической управляемости. Средние размахи равны 0,138 и 2,150 соответственно. Математическое ожидание стандартного отклонения оценок среднего характеристики качества партии при стандартном отборе выборки имеет вид

Для влажности

$$\hat{\sigma}_{wst} = 0,138/1,128 = 0,122,$$

$$\hat{\sigma}_E^2 = \hat{\sigma}_{wst}^2/26 = 0,0005724,$$

$$\hat{\sigma}_E^2 = 0,024,$$

где $\hat{\sigma}_{wst}$ — стандартное отклонение в пределах слоя двойных данных;

$\hat{\sigma}_E^2$ — стандартное отклонение оценки среднего влажности партии.

Для распределения по размерам

$$\hat{\sigma}_{wst} = 2,150/1,128 = 1,906,$$

$$\hat{\sigma}_E^2 = \hat{\sigma}_{wst}^2/26 = 0,140,$$

$$\hat{\sigma}_E^2 = 0,374.$$

В приложении для железной руды партия разделена на 10 частей и пять разовых проб отобраны из каждой части партии на основе массы при систематическом отборе выборок в соответствии со стандартной процедурой. Для оценки прецизионности 10 разовых проб отобраны из каждой части партии через половину интервала массы для стандартного отбора выборки при систематическом отборе выборок на основе массы и объединены в две сложные пробы поочередно по мере отбора разовых проб. Каждую сложную пробу готовят отдельно и проводят анализ для определения общего содержания железа. Результаты приведены в таблице D.2.

Таблица D.2 — Общее содержание железа для оценки прецизионности

Номер части партии	Общее содержание железа, %		R_i
1	65,17	65,54	0,37
2	65,19	65,42	0,23
3	65,23	65,38	0,15
4	65,58	65,63	0,05
5	65,33	65,51	0,18
6	65,38	65,59	0,21
7	65,48	65,23	0,25
8	65,80	65,57	0,23
9	65,18	65,13	0,05
10	65,14	65,16	0,02
Сумма			1,74

Верхняя контрольная граница карты размахов: $D_4 \overline{R}$ = 3,267·0,174 = 0,568. Карта размахов демонстрирует состояние статистической управляемости процесса. Математическое ожидание стандартного отклонения оценки среднего характеристики качества партии при стандартном отборе выборки имеет вид

$$\hat{\sigma}_{wst} = \overline{R}/d_2 = 0{,}174/1{,}128 = 0{,}1543,$$

$$\hat{\sigma}_E^2 = (0{,}1543)^2/10 = 0{,}002381,$$

$$\hat{\sigma}_E = 0{,}049.$$

Примечание — Экспериментальные методы и числовые примеры для проверки прецизионности отбора выборки из железной руды приведены в ИСО 3085 [17].

Приложение Е
(обязательное)

Проверка смещения

Е.1 Общие положения

В настоящем приложении приведены методы и рекомендации для проверки смещения в процессе отбора выборки нештучной продукции. Методы оценки случайных ошибок, возникающих в исследуемой системе*), позволяют проверить смещение исследуемой системы по отношению к эталонной системе с помощью единственного эксперимента.

Приведенные методы применимы к отдельным компонентам исследуемой системы отбора проб включая магистральные квантизаторы, дробилки, делители и средства измерений, а также применимы к исследуемой системе в целом.

В случае двойных экспериментов непосредственно по результатам эксперимента могут быть получены среднее арифметическое характеристики качества партии, математическое ожидание дисперсии оценки среднего характеристики качества партии и другие дисперсии. Однако в случае двойного отбора проб по результатам эксперимента могут быть получены только дисперсии, соответствующие отдельным компонентам системы отбора проб. Соответственно, математическое ожидание дисперсии оценки среднего характеристики качества партии на основе стандартного отбора выборки, подготовки пробы, выполнения измерений должно быть получено методами, приведенными в разделе 8 приложения D.

Различные методы для проверки смещения приведены в ИСО 3086 [18], ИСО 3301 [19], а также в [20] — [26]. В настоящем стандарте предложен метод на основе двойных наблюдений исследуемой и эталонной системы.

Е.2 Принцип проверки наличия смещения

Обычно проверка смещения системы отбора выборки основана на отборе серии пар проб по существу одного и того же материала. Один элемент каждой пары отбирается исследуемой системой или ее компонентом. Другой элемент пары отбирают несмещенным методом посредством эталонной системы.

В методах, предложенных в настоящем приложении, два элемента каждого набора отбирают с помощью системы или компонента, а другие два элемента отбирают с помощью несмещенного эталонного метода. Дисперсии ошибки исследуемой системы оценивают по двум элементам, отобранным исследуемой системой. Проверка смещения, соответствующего системе отбора выборки, основана на сравнении среднего арифметического данных исследуемой и эталонной систем. Количество данных должно быть определено экспериментально.

Е.3 Процедуры проверки смещения

Отбирают не менее 20 наборов проб для исследований. При этом в каждом наборе два элемента отбирают с применением исследуемой системы и два элемента отбирают несмещенным эталонным методом. Рекомендуемые действия при отборе проб следующие:

a) отбирают первую пробу с применением исследуемой системы;

b) отбирают первую пробу эталонным методом;

c) отбирают вторую пробу с применением исследуемой системы;

d) отбирают вторую пробу эталонным методом и т.д.

Однако при исследовании механического устройства для отбора проб, допускается порядок, при котором первую и вторую пробы отбирают два раза, сначала с применением исследуемой системы, а затем — эталонным методом. Пробы в наборе должны быть отобраны как можно ближе друг к другу насколько позволяет конвейер.

Для четырех элементов каждого набора результаты измерений определяют отдельно и затем проводят статистический анализ.

Номер набора данных	Исследуемая система		Эталонный метод	
1	$x_{1,1}$	$x_{1,2}$	$y_{1,1}$	$y_{1,2}$
2	$x_{2,1}$	$x_{2,2}$	$y_{2,1}$	$y_{2,2}$
...	...	...	...	...
20	$x_{20,1}$	$x_{20,2}$	$y_{20,1}$	$y_{20,2}$

Рисунок Е.1 — Схема эксперимента для проверки смещения

*) Система выборочного контроля.

Е.4 Анализ смещения

Если i — номер набора данных, x_{i1}, x_{i2} — результаты измерений проб i-го набора проб, отобранных с применением исследуемой системы, y_{i1}, y_{i2} — результаты измерений проб i-го набора проб, отобранных эталонным методом, где $i = 1, 2, \ldots, k$ ($k = 20$).

Вычисляют следующие значения

$$g_i = x_{i1} - x_{i2}, \tag{E.1}$$

$$s_e^2(x) = \frac{\sum_{i=1}^{k} g_i^2}{2k}, \tag{E.2}$$

$$h_i = y_{i1} - y_{i2}, \tag{E.3}$$

$$s_e^2(y) = \frac{\sum_{i=1}^{k} h_i^2}{2k}. \tag{E.4}$$

Вычисляют отношение F_0 дисперсий ошибки, помещая большее из $s_e^2(x)$ и $s_e^2(y)$ в числитель

$$F_0 = s_e^2(x)/s_e^2(y) \text{ или } F_0 = s_e^2(y)/s_e^2(x). \tag{E.5}$$

Если $F_0 > F_{\alpha/2}(\nu_1, \nu_2)$, то нулевую гипотезу $s_e^2(x) = s_e^2(y)$ отклоняют, следовательно две группы данных нельзя считать принадлежащими одной совокупности с общей дисперсией. Уровень значимости α обычно устанавливают равным 0,05, а ν_1 и ν_2 — число степеней свободы $s_e^2(x)$ и $s_e^2(y)$ и соответственно, и оба в рассматриваемом случае равны k.

Если $F_0 \le F_{\alpha/2}(\nu_1, \nu_2)$, можно считать, что эти две группы данных имеют общую дисперсию. Доверительные границы $T_1(x)$, $T_2(x)$ и $T_1(y)$, $T_2(y)$ для уровня доверия 95 % вычисляют следующим образом

$$T_1(x) = \bar{\bar{x}} - t_{1-\alpha/2}(k)s_e(x),\ T_2(x) = \bar{\bar{x}} + t_{1-\alpha/2}(k)s_e(x), \tag{E.6}$$

$$T_1(y) = \bar{\bar{y}} - t_{1-\alpha/2}(k)s_e(y),\ T_2(y) = \bar{\bar{y}} + t_{1-\alpha/2}(k)s_e(y), \tag{E.7}$$

где $\bar{\bar{x}}$ — общее среднее арифметическое всех значений x_{i1} и x_{i2};

$\bar{\bar{y}}$ — общее среднее арифметическое всех значений y_{i1} и y_{i2}.

Вычисляют

$$d_i = \frac{x_{i1} + x_{i2}}{2} - \frac{y_{i1} + y_{i2}}{2}, \tag{E8}$$

$$s_d^2 = \frac{1}{k-1}\left[\sum_{i=1}^{k} d_i^2 - \frac{1}{k}\left(\sum_{i=1}^{k} d_i\right)^2\right], \tag{E.9}$$

$$A_2 = \left[t_{1-\alpha/2}(f)/\sqrt{k}\right]s_d. \tag{E.10}$$

Если $\left|\bar{d}\right| > A_2$, то гипотезу равенства двух способов отбора проб отклоняют. Оценка смещения равна $\bar{d}$.

Е.5 Содержание остаточного углерода

Характеристикой качества является остаточное содержание углерода после перегонки 10 % тяжелой нефти сорта А. Эталонный метод — метод микроперегонки требует около трех часов для получения результатов исследований.

Метод исследуемой системы — составление мультиуравнений регрессии по результатам спектрофотометрии. Результат таких исследований может быть получен в течение 10 мин. Результаты эксперимента приведены в таблице Е.1. Результаты расчета $s_e^2(x)$ и $s_e^2(y)$ приведены в таблице Е.2.

Таблица Е.1 — Результаты эксперимента по определению остаточного углерода в тяжелой нефти

Данные представляют собой процент массы, умноженный на 10^3

Номер выборки	Исследуемая система		Эталонный метод	
	x_{i1}	x_{i2}	y_{i1}	y_{i2}
1	335	335	318	343
2	343	342	310	307
3	340	342	356	300
4	355	357	372	329
5	346	347	318	332
6	348	346	302	320
7	356	359	325	301
8	351	353	344	351
9	343	343	326	317
10	351	351	320	315
11	315	314	296	276
12	329	329	282	283
13	334	334	280	292
14	330	330	353	317
15	331	331	261	312
16	345	345	276	300
17	345	344	280	304
18	333	334	283	317
19	359	359	313	350
20	353	354	299	328
Сумма	6842	6849	6214	6294
Среднее арифметическое	342,275		312,700	

Таблица Е.2 — Вычисление $s_e^2(x)$ и $s_e^2(y)$

Номер выборки	$g_i = x_{i1} - x_{i2}$	g_i^2	$h_i = y_{i1} - y_{i2}$	h_i^2
1	0	0	–25	625
2	1	1	3	9
3	–2	4	56	3136
4	–2	4	43	1849
5	–1	1	–14	196
6	2	4	–18	324
7	–3	9	24	576
8	–2	4	–7	49
9	0	0	9	81
10	0	0	5	25
11	1	1	20	400
12	0	0	–1	1

Окончание таблицы Е.2

Номер выборки	$g_i = x_{i1} - x_{i2}$	g_i^2	$h_j = y_{j1} - y_{j2}$	h_j^2
13	0	0	–12	144
14	0	0	36	1296
15	0	0	–51	2601
16		0	–24	576
17	0	1	–24	576
18	1	1	–34	1156
19	–1	0	–37	1369
20	0	1	–29	841
Сумма		31		15830

В соответствии с уравнениями (Е.2) и (Е.4):

$$s_e^2(x) = \frac{\sum_{i=1}^{k} g_i^2}{2k} = \frac{31}{40} = 0{,}775,$$

$$s_e(x) = 0{,}880,$$

$$s_e^2(y) = \frac{\sum_{i=1}^{k} h_i^2}{2k} = \frac{15830}{40} = 395{,}750,$$

$$s_e(y) = 19{,}893,$$

$$F_o = s_e^2(y) / s_e^2(x) = 395{,}75 / 0{,}775 = 510{,}65.$$

$$F_{\alpha/2}\,(20{,}20) = 2{,}46.$$

Поскольку $F_{\alpha/2} < F_o$, две группы данных нельзя считать принадлежащими к одной совокупности с общей дисперсией.

Доверительные границы $T_1(x)$, $T_2(x)$ и $T_1(y)$, $T_2(y)$ с уровнем доверия 95 % вычисляют в соответствии с уравнениями (Е.6) и (Е.7):

$$T_1(x) = \overline{\overline{x}} - t_{1-\alpha/2}(k)s_e(x) = \overline{\overline{x}} - t_{0{,}975}(20)s_e(x) = 342{,}275 - 2{,}086 \cdot 0{,}880,$$

$$T_2(x) = \overline{\overline{x}} + t_{1-\alpha/2}(k)s_e(x) = \overline{\overline{x}} + t_{0{,}975}(20)s_e(x) = 342{,}275 + 2{,}086 \cdot 0{,}880,$$

$$T_1(x) = 340{,}439,$$

$$T_2(x) = 344{,}111,$$

$$T_1(y) = \overline{\overline{y}} - t_{1-\alpha/2}(k)s_e(y) = \overline{\overline{y}} - t_{0{,}975}(20)s_e(y) = 312{,}700 - 2{,}086 \cdot 19{,}893,$$

$$T_2(y) = \overline{\overline{y}} + t_{1-\alpha/2}(k)s_e(y) = \overline{\overline{y}} + t_{0{,}975}(20)s_e(y) = 312{,}700 + 2{,}086 \cdot 19{,}893,$$

$$T_1(y) = 271{,}203,$$

$$T_2(y) = 354{,}197.$$

Вычисление смещения:

$$d_j = \frac{x_{j1} + x_{j2}}{2} - \frac{y_{j1} + y_{j2}}{2},$$

$$s_d^2 = \frac{1}{k-1}\left[\sum_{i=1}^{k} d_i^2 - \frac{1}{k}\left(\sum_{i=1}^{k} d_i\right)^2\right] = 1/19[23486{,}25 - 591{,}5^2/20] = 315{,}402,\ s_d = 17{,}760,$$

$$A_2 = \left[t_{1-\alpha/2}(\nu)/\sqrt{k}\right] s_d = [2{,}093/4{,}472]\cdot 17{,}76 = 8{,}312,$$

$$\left|\overline{d}\right| = 29{,}575 > A_2.$$

Таким образом, гипотезу о равенстве двух способов контроля отклоняют. Оценка смещения равна $\overline{d} = 30$.

Тем не менее, дисперсия ошибки исследуемой системы существенно меньше дисперсии ошибки эталонного метода. Рекомендуется провести еще один эксперимент для проверки того, что между двойными измерениями исследуемой системы нет статистической зависимости, например, выполнить измерения в разные дни.

Е.6 Набивка табака в сигареты

Для обеспечения плотности при производстве сигарет проверяют заполнение сигареты табаком. После разработки нового прибора по проверке набивки сигареты было проведено исследование нового и старого приборов. Для этого из партии в 200 кг случайным образом отобрано 200 г исследуемых проб. Исследуемые порции для старого испытательного прибора составляют 15 г, для нового испытательного прибора — 10 г. Результаты двойных измерений старым и новыми приборами приведены в таблице Е.3.

Таблица Е.3 — Результаты измерений набивки сигарет старым и новым приборами

Значения приведены в кубических сантиметрах на грамм

Номер партии	Старый прибор		Новый прибор	
	x_{i1}	x_{i2}	y_{i1}	y_{i2}
1	4,590	4,509	4,940	4,969
2	4,399	4,346	4,792	4,760
3	4,700	4,700	5,259	5,312
4	4,562	4,619	5,131	5,114
5	4,619	4,700	4,846	4,731
6	4,399	4,481	4,771	4,763
7	4,183	4,318	4,520	4,516
8	4,644	4,562	4,910	4,874
9	5,214	5,189	5,988	6,168
10	5,405	5,270	6,215	6,066
11	5,026	4,998	5,751	5,755
12	4,916	4,916	5,581	5,600
13	5,107	5,026	5,704	5,943
14	4,427	4,456	4,756	4,758
15	4,807	4,782	5,738	5,591
16	4,863	4,888	5,581	5,568
17	5,107	5,132	5,864	5,804
18	4,835	4,888	5,630	5,572
19	5,026	4,970	5,628	5,570
20	5,894	5,866	6,946	6,856
Сумма	96,723	96,616	108,551	108,290
Среднее арифметическое	4,833		5,421	

В соответствии с уравнениями (Е.2) и (Е.4)

$$s_e^2(x) = \frac{\sum_{j=1}^{k} g_j^2}{2k} = 0{,}086492/40 = 0{,}0021735,$$

$$s_e(x) = 0{,}047,$$

$$s_e^2(y) = \frac{\sum_{j=1}^{k} h_j^2}{2k} = 0{,}171873/40 = 0{,}0042968,$$

$$s_e(y) = 0{,}066,$$

$$F_e = s_e^2(y) / s_e^2(x) = 0{,}0042968/0{,}0021735 = 1{,}98,$$

$$F_{\omega/2}(20{,}20) = 2{,}46.$$

Поскольку $F_{\omega/2}(20{,}20) > F_e$, то можно считать, что рассматриваемые две группы данных имеют общую дисперсию.

Доверительные границы $T_1(x)$, $T_2(x)$ и $T_1(y)$, $T_2(y)$ для уровня доверия 95 % вычисляют в соответствии с уравнениями (Е.6) и (Е.7)

$$T_1(x) = \overline{\overline{x}} - t_{1-\omega/2}(k) \cdot s_e(x) = \overline{\overline{x}} - t_{0{,}975}(20) \cdot s_e(x) = 4{,}833 - 2{,}086 \cdot 0{,}047,$$

$$T_2(x) = \overline{\overline{x}} + t_{1-\omega/2}(k) \cdot s_e(x) = \overline{\overline{x}} + t_{0{,}975}(20) \cdot s_e(x) = 4{,}833 + 2{,}086 \cdot 0{,}047,$$

$$T_1(x) = 4{,}735,$$

$$T_2(x) = 4{,}931,$$

$$T_1(y) = \overline{\overline{y}} - t_{1-\omega/2}(k) \cdot s_e(y) = \overline{\overline{y}} - t_{0{,}975}(20) \cdot s_e(y) = 5{,}421 - 2{,}086 \cdot 0{,}066,$$

$$T_2(y) = \overline{\overline{y}} + t_{1-\omega/2}(k) \cdot s_e(y) = \overline{\overline{y}} + t_{0{,}975}(20) \cdot s_e(y) = 5{,}421 + 2{,}086 \cdot 0{,}066,$$

$$T_1(y) = 5{,}283,$$

$$T_1(y) = 5{,}559.$$

Вычисляют

$$d_i = \frac{x_{j1} + x_{j2}}{2} - \frac{y_{j1} + y_{j2}}{2},$$

$$s_d^2 = \frac{1}{k-1}\left[\sum_{j=1}^{k} d_i^2 - \frac{1}{k}\left(\sum_{j=1}^{k} d_i\right)^2\right] = 1/19[8{,}27514 - (-11{,}751)^2/20] = 0{,}059117,\ s_d = 0{,}243,$$

$$A_2 = \left[t_{1-\alpha/2}(\nu) / \sqrt{k}\right] s_d = [2{,}093/4{,}472] \cdot 0{,}243 = 0{,}114,$$

$$\left|\overline{d}\right| = 0{,}588$$

Поскольку $\left|\overline{d}\right| > A_2$, гипотезу о равенстве двух способов контроля отклоняют. Оценка смещения отрицательна и равна (–0,588).

Е.7 COD сточных вод

Степень насыщения кислородом COD[*)] воды, спускаемой предприятием, проверяют двумя методами в зависимости от расположения предприятия. Один метод контролирует количество вещества, связанного с COD. Другой метод контролирует массовую концентрацию COD в сточной воде ρ_{COD}. Исследуемый химический завод контролируют с применением второго метода.

Пробы отбирают из резервуара для хранения сточных вод химического завода перед разбавлением их чистой водой. Затем выполняют измерения COD. Степень разведения сточных вод чистой водой определяют на

[*)] COD — Chemical oxygen demand (параметр качества воды).

основе полученных значений COD. Для выполнения стандартного метода необходимо 2,5 ч, тогда как для быстрого метода требуется не более 20 мин.

Для сравнения прецизионности и смещения быстрого и стандартного методов, определяют COD в двойных выборках быстрым и стандартным методом. Вторые определения быстрым методом двойных данных получены в другие дни для обеспечения независимости данных. Полученные данные приведены в таблице Е.4.

Таблица Е.4 — COD сточных вод до разбавления

Значения в миллиграммах кислорода на литр

Номер выборки	Исследуемая система		Эталонный метод	
	x_{i1}	x_{i2}	y_{i1}	y_{i2}
2	4050	4300	3902	4513
3	3525	3925	3576	4028
4	2575	3400	3004	3491
5	4300	4450	4794	5004
6	3250	1825	3357	3174
7	2875	2215	2699	2656
8	3725	2975	3634	3482
9	3750	4325	4380	4500
10	201	229	240	229
11	37	33	45	42
12	655	655	1928	1838
13	1788	1650	2001	1987
14	1675	1215	1555	1476
15	2050	2050	2308	2384
16	1180	1200	1764	1740
17	2325	1750	2543	2385
18	2100	2588	3022	3040
19	2650	2913	2815	2823
20	3050	3163	3526	3230
21	2488	2738	2781	2554
22	1340	1345	1517	1554
23	2575	2113	2296	1874
24	1800	1520	1802	1838
25	2400	2400	2895	2745
26	3150	3488	3708	3945
27	2875	2463	3021	2963
28	2413	2388	2570	2555
29	1925	1463	2065	1948
30	1975	2488	2795	2861
Среднее арифметическое	2395,9		2702,7	

В соответствии с уравнениями (Е.2) и (Е.4):

$$s_e^2(x) = \frac{\sum_{j=1}^{k} g_j^2}{2k} = \frac{6440646}{60} = 104344{,}1;$$

$$s_e(x) = 327{,}6;$$

$$s_e^2(y) = \frac{\sum_{i=1}^{k} h_i^2}{2k} = \frac{1468000}{60} = 24466{,}7;$$

$$s_e(y) = 156{,}4;$$

$$F_0 = s_e^2(x) / s_e^2(y) = 107344{,}1/24466{,}7 = 4{,}39 \text{ и } F_{\alpha/2}(30,30) = 2{,}07$$

Поскольку $F_{\alpha/2}(30,30) < F_0$, данные нельзя считать принадлежащими к одной совокупности с общей дисперсией.

Доверительные границы $T_1(x)$, $T_2(x)$ и $T_1(y)$, $T_2(y)$ для уровня доверия 95 % вычисляют в соответствии с уравнениями (Е.6) и (Е.7):

$$T_1(x) = \overline{\overline{x}} - t_{1-\alpha/2}(k) \cdot s_e(x) = \overline{\overline{x}} - t_{0{,}975}(30) \cdot s_e(x) = 2395{,}9 - 2{,}042 \cdot 327{,}6;$$

$$T_2(x) = \overline{\overline{x}} + t_{1-\alpha/2}(k) \cdot s_e(x) = \overline{\overline{x}} + t_{0{,}975}(30) \cdot s_e(x) = 2395{,}9 + 2{,}042 \cdot 327{,}6;$$

$$T_1(x) = 1726{,}9;$$

$$T_2(x) = 3064{,}9;$$

$$T_1(y) = \overline{\overline{y}} - t_{1-\alpha/2}(k) \cdot s_e(y) = \overline{\overline{y}} - t_{0\,975}(30) \cdot s_e(y) = 2702{,}7 - 2{,}042 \cdot 156{,}4;$$

$$T_2(y) = \overline{\overline{y}} + t_{1-\alpha/2}(k) \cdot s_e(y) = \overline{\overline{y}} + t_{0\,975}(30) \cdot s_e(y) = 2702{,}7 + 2{,}042 \cdot 156{,}4;$$

$$T_1(y) = 2383{,}3;$$

$$T_2(y) = 3022{,}1.$$

Вычисляют смещение

$$d_i = \frac{x_{i1} + x_{i2}}{2} - \frac{y_{i1} + y_{i2}}{2},$$

$$s_d^2 = \frac{1}{k-1}\left[\sum_{i=1}^{k} d_i^2 - \frac{1}{k}\left(\sum_{i=1}^{k} d_i\right)^2\right] = 1/29[5184108 - (-9204)^2/30] = 81390{,}355,\ s_d = 285{,}3;$$

$$A_2 = \left[t_{1-\alpha/2}(\nu) / \sqrt{k}\right] s_d = [2{,}045/5{,}477] \cdot 285{,}3 = 106{,}5;$$

$$\left|\overline{d}\right| = 306{,}8.$$

Поскольку $\left|\overline{d}\right| > A_2$, гипотезу о равенстве двух способов контроля отклоняют. Оценка смещения отрицательна и равна (–306,8).

Задача корректировки недостаточной прецизионности быстрого метода должна решаться за счет увеличения количества выполняемых измерений на партию, но схему установки более точного и дорогостоящего оборудования, обеспечивающего выполнение измерений альтернативным методом, следует рассмотреть.

Е.8 Сравнение портативного и стационарного эмиссионного спектрофотометров

Портативный эмиссионный спектрофотометр предназначен для быстрого анализа химического состава алюминиевых слитков на основе прямой эмиссии с поверхности слитка. Принцип работы портативного спектрофотометра тот же, что и у стационарного спектрофотометра.

Анализируемый портативный спектрофотометр исследуют, используя метод, установленный в ИСО 3301 [19]. При этом анализируют Si и Fe, но для исследований важен только Si. Результаты приведены в таблице Е.5, где x_{i1} и y_{i1} — результаты анализа i-й пробы портативным и стационарным спектрофотометрами соответственно.

Таблица Е.5 — Результаты определения содержания Si (%) с использованием портативного и стационарного спектрофотометров

Номер пробы	x_{i1}	y_{i1}	$d_{i1} = x_{i1} - y_{i2}$	D_{i1}^2
1	1,117	0,895	0,222	0,049284
2	3,270	2,418	0,852	0,725904
3	0,720	0,620	0,100	0,010000
4	2,563	2,026	0,537	0,288369
5	1,087	0,922	0,165	0,027225
6	2,627	1,898	0,729	0,531441
7	0,933	0,783	0,150	0,022500
8	1,977	1,518	0,459	0,210681
9	0,677	0,627	0,050	0,002500
10	2,060	1,677	0,383	0,146689
11	0,453	0,487	–0,034	0,001156
12	1,613	1,410	0,203	0,041209
13	1,097	0,965	0,132	0,017424
14	0,493	0,470	0,023	0,000529
15	2,187	1,688	0,499	0,249001
16	0,567	0,482	0,085	0,007225
17	2,023	1,656	0,367	0,134689
18	0,457	0,386	0,071	0,005041
19	1,643	1,491	0,152	0,023104
20	1,073	0,946	0,127	0,016129
21	1,120	0,925	0,195	0,038025
Сумма	29,757	24,290	5,467	2,548125
Среднее арифметическое	1,4170	1,1567	0,2603	—

$$s_d^2(1) = \frac{1}{n-1}\left[\sum_{i=1}^{21} d_{i1}^2 - \frac{1}{n}\left(\sum_{i=1}^{21} d_{i1}\right)^2\right] = \frac{1}{20}\left[2{,}548125 - \frac{1}{21}\,(5{,}467)^2\right] = 0{,}056244;$$

$$t_0 = \frac{\overline{d}_1}{\sqrt{\frac{s_d^2(1)}{n}}} = \frac{0{,}2603}{\sqrt{\frac{0{,}056244}{21}}} = 5{,}030.$$

Поскольку $t_{1-\alpha/2}(\nu) = t_{0,975}(20) = 2{,}086$, нулевую гипотезу: $\overline{d} = 0$ отклоняют. Между портативным и стационарным спектрофотометрами существует большое смещение. Однако ИСО 3301 [19] лишь описывает сравнение двух методов и содержит рекомендации по проверке их смещения.

Через месяц был проведен эксперимент по исследованию промежуточной прецизионности, в котором были выполнены измерения на одних и тех же пробах с интервалом в один месяц, но пробы, использованные в вышеупомянутом эксперименте, не были сохранены. Тогда был разработан новый эксперимент, предусматривающий выполнение двух последовательных измерений с разницей в один день на одной и той же пробе портативным и стационарным спектрофотометрами. Результаты измерений приведены в таблице Е.6, где x_{i2} и x_{i3} — результаты измерений портативным спектрофотометром, а y_{i2} и y_{i3} — результаты измерений стационарным спектрофотометром.

Таблица Е.6 — Результаты двойных измерений Si (%) с применением портативного и стационарного спектрофотометров

Номер пробы	x_{j2}	x_{j3}	y_{j2}	y_{j3}
1	1,160	1,085	1,041	1,059
2	1,525	1,450	1,487	1,455
3	0,340	0,315	0,342	0,334
4	1,200	1,100	1,132	1,067
5	0,455	0,405	0,435	0,428
6	1,820	1,730	1,657	1,611
7	0,405	0,355	0,382	0,381
8	2,030	1,820	1,750	1,717
9	0,465	0,410	0,435	0,432
10	2,130	1,925	1,807	1,812
11	1,205	1,290	1,126	1,112
12	0,915	0,850	0,909	0,897
13	1,915	1,630	1,633	1,640
14	2,825	2,610	2,410	2,317
15	1,955	1,930	1,680	1,726
16	0,755	0,740	0,724	0,726
17	2,580	2,200	1,682	1,653
18	1,945	1,895	1,743	1,774
19	1,450	1,320	1,275	1,298
20	1,895	1,815	2,081	2,030
21	1,990	1,710	1,630	1,686
Сумма	30,960	28,585	27,361	27,155
Среднее арифметическое	1,4177		1,2980	

В соответствии с (Е.2) и (Е.4):

$$s_e^2(x) = \frac{\sum_{j=1}^{k} g_j^2}{2k} = \frac{0,512475}{42} = 0,012202;$$

$$s_e(x) = 0,1105;$$

$$s_e^2(y) = \frac{\sum_{j=1}^{k} h_j^2}{2k} = \frac{0,028152}{42} = 0,000670;$$

$$s_e(y) = 0,0259;$$

$$F_o = s_e^2(x) / s_e^2(y) = 0,12202/0,000670 = 18,21;$$

$$F_{\alpha/2}(40,40) = 1,88.$$

Поскольку $F_{\alpha/2} < F_o$, две группы данных нельзя считать принадлежащими к одной совокупности с общей дисперсией.

Доверительные границы $T_1(x)$, $T_2(x)$ и $T_1(y)$, $T_2(y)$ с уровнем доверия 95 % вычислены в соответствии с (Е.6) и (Е.7)

$$T_1(x) = \overline{\overline{x}} - t_{1-\alpha/2}(k)\cdot s_e(x) = \overline{\overline{x}} - t_{0,975}(21)\cdot s_e(x) = 1{,}4177 - 2{,}080\cdot 0{,}1105;$$

$$T_2(x) = \overline{\overline{x}} + t_{1-\alpha/2}(k)\cdot s_e(x) = \overline{\overline{x}} + t_{0,975}(21)\cdot s_e(x) = 1{,}4177 + 2{,}080\cdot 0{,}1105;$$

$$T_1(x) = 1{,}1877;$$

$$T_2(x) = 1{,}6477;$$

$$T_1(y) = \overline{\overline{y}} - t_{1-\alpha/2}(k)\cdot s_e(y) = \overline{\overline{y}} - t_{0,975}(21)\cdot s_e(y) = 1{,}2980 - 2{,}080\cdot 0{,}0259;$$

$$T_2(y) = \overline{\overline{y}} + t_{1-\alpha/2}(k)\cdot s_e(y) = \overline{\overline{y}} + t_{0,975}(21)\cdot s_e(y) = 1{,}2980 + 2{,}080\cdot 0{,}0259;$$

$$T_1(x) = 1{,}2441;$$

$$T_2(x) = 1{,}3519.$$

Вычисляют

$$d_i = \frac{x_{i2} + x_{i3}}{2} - \frac{y_{i2} + y_{i3}}{2};$$

$$s_d^2 = \frac{1}{k-1}\left[\sum_{i=1}^{k} d_i^2 - \frac{1}{k}\left(\sum_{i=1}^{k} d_i\right)^2\right] = \frac{1}{20}\left[0{,}96575275 - 2{,}5145^2/21\right] = 0{,}03323,\ s_d = 0{,}182;$$

$$A_2 = \left[t_{1-\alpha/2}(\nu)/\sqrt{k}\right]s_d = [2086/4{,}472]\cdot 0{,}182 = 0{,}085;$$

$$\left|\overline{d}\right| = 0{,}120.$$

Поскольку $\left|\overline{d}\right| > A_2$, гипотезу о равенстве двух способов исследований отклоняют. Оценка смещения равна $\overline{d} = 0{,}120$.

Т. к. доверительные интервалы $T_1(x)$, $T_2(x)$ и $T_1(y)$, $T_2(y)$ перекрываются, остается неясным, существует ли смещение между портативным и стационарным спектрофотометрами.

Для улучшения прецизионности портативного спектрофотометра должны быть предприняты специальные действия, например, направленные на снижение шероховатости поверхности исследуемого слитка.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам)

Таблица F.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 565:1990	—	*
ИСО 3534-1:2006	IDT	*
ИСО 3534-2:2006	IDT	*
ISO 3534-3:1999	IDT	Р 50.1.040—2002 Статистические методы. Планирование экспериментов. Термины и определения
ИСО 5725-1:1994	IDT	ГОСТ Р ИСО 5725-1 — 2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения
ИСО 5725-2:1994	IDT	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	IDT	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	IDT	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	IDT	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	IDT	ГОСТ Р ИСО 5725-6 — 2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

* 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.

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

IDT — идентичные стандарты

Библиография

Cochran, W.G. The relative accuracy of systematic and stratified random samples from a certain class of populations. Annals of Mathematical Statistics, 17, 1946, p. 164

Cochran, W.G. Sampling Techniques. John Wiley, New York, 1953

Aoki, Shigeo. Sample division for size determination. Reports of statistical application research, JUSE, 29 (4), 1982

Aoki, Shigeo and Yoneda, T. Sample division of bulk materials. Reports of statistical application research, JUSE, 34 (4), 1987

Satterthwaite, F.E. Biometrics. Bull. 2, 1946

Anderson, R.L. and Bancroft, T.A. Statistical theory in research, McGraw-Hill Book Co., Inc., New York, 1952

Confidence limit of variance component, in JUSE Statistical Table B, 1982 ed.

Jowett, G.H. The accuracy of systematic sampling from conveyor belts. Applied Statistics, 1952

Hebden, J. and Jowett, G.H. The accuracy of sampling coal, Applied Statistics, 1952

Jowett, G.H. and Scott, J.F. Simple graphical techniques for calculating serial and spatial correlations, and mean semi-squared differences. J.R. Statist. Soc., B, 15, 1953, p. 81

Jowett, G.H. The comparison of means of industrial time series. Applied Statistics, 1953

Ward, D.H. Weekly, monthly, and quarterly tolerances for coke quality. Applied Statistics, 1959

GY, P.M. Sampling of Particulate Materials — Theory and Practice. Elsevier Scientific Publishing Co., Amsterdam, 2nd ed., 1982

GY, P.M. Sampling of heterogeneous and dynamic material systems — Theories of heterogeneity, sampling and homogenizing. Elsevier Scientific Publishing Co., Amsterdam, 1992

GY, P.M. L'echantillonnage des lots de matiere en vue de leur analyse. Masson publ., 1996

ISO 3084, Iron ores — Experimental methods for evaluation of quality variation

ISO 3085, Iron ores — Experimental methods for checking the precision of sampling, sample preparation and measurement (ИСО 3085:2002 Руды железные. Экспериментальные методы контроля точности отбора проб, приготовления образцов и измерения)*

ISO 3086, Iron ores — Experimental methods for checking the bias of sampling

ISO 3301, Statistical interpretation of data — Comparison of two means in the case of paired observations (ИСО 3301:1975 Статистическое представление данных. Сравнение двух средних в парных наблюдениях)*

Snedecor, G.W. and Cochran, W.G. Statistical Methods. IOWA State University Press, 7th ed., 1980

Aoki, Shigeo. Case studies for bias testing. Bulletin for sampling research JUSE, 237, February 1991

Grubbs, F.E. On estimating precision of measuring instruments and product variability. J.A.S.A., 1948

Thomson, G.J. JR. Precision of simultaneous measurement procedures, J.A.S.A., 1963

Hahn, G.J. and Nelson, W.A. Problem in the statistical comparison of measuring devices. Technometrics, 1970

Maloney, C.J. and Rastogi, S.C. Significance test for Grubb's estimators. Biometrics, 1970

Jaech, John L. Further tests of significance for Grubb's estimators. Biometrics, December 1971

Grubbs, F.E. Errors of measurement, precision, accuracy and the statistical comparison of measuring instruments. Technometrics, 1973

ISO 2854 Statistical interpretation of data — Techniques of estimation and tests relating to means and variances (ИСО 2854 Статистическое представление данных. Методы оценки и проверки гипотез о средних значениях и дисперсиях)*

ISO 8258 Shewhart control charts

ISO 10725 Acceptance sampling plans and procedures for the inspection of bulk materials

Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM), BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP,OIML, 1st ed., 1993

* Официальный перевод этого стандарта находится в Федеральном информационном фонде.

УДК 658.562.012.7:65.012.122:006.354 ОКС 03.120.30 Т59

Ключевые слова: статистический приемочный контроль, план выборочного контроля, контроль по альтернативному признаку, выборка, партия, приемлемый уровень качества, единица продукции, несоответствие, несоответствующая единица продукции

Редактор *А. Д. Стулова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Н. И. Гаврищук*
Компьютерная верстка *Т. Ф. Кузнецовой*

Сдано в набор 23.12.2010. Подписано в печать 01.03.2011. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 8,84. Уч.-изд. л. 8,30. Тираж 124 экз. Зак. 1

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано и отпечатано в Калужской типографии стандартов, 248021 Калуга, ул. Московская, 256.

gost.e-ecolog.ru